

Charakterisierung und Evaluierung von Schlüsselparametern für die Herstellung defektfreier Isolationsverbundmaterialien

Masterarbeit

von

Helena Weingrill

durchgeführt an der
Polymer Competence Center Leoben GmbH

unter Betreuung des
**Lehrstuhls für Chemie der Kunststoffe
an der Montanuniversität Leoben**



Betreuung: Dipl.-Ing. Dr.techn. Sandra Schlögl

Begutachtung: Univ.-Prof. Mag.rer.nat. Dr.techn. Wolfgang Kern

Leoben, September 2014

EIDESSTÄTLICHE ERKLÄRUNG

Ich erkläre an Eides statt, dass ich die vorliegende Masterarbeit selbständig und ohne fremde Hilfe verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und die den benutzten Quellen wörtlich und inhaltlich entnommenen Stellen als solche erkenntlich gemacht habe.

AFFIDAVIT

I declare in lieu of oath, that I wrote this thesis and performed the associated research myself, using only literature cited in this volume.

DANKSAGUNG

Die vorliegende Forschungsarbeit wurde im K-Projekt „PolyComp“ an der Polymer Competence Center Leoben GmbH (PCCL) im Rahmen des COMET-Programms des Bundesministeriums für Verkehr, Innovation und Technologie und Bundesministeriums für Wirtschaft, Familie und Jugend unter Beteiligung des Lehrstuhls für Chemie der Kunststoffe und Andritz Hydro GmbH erstellt und mit Mitteln des Bundes und des Landes Steiermark gefördert

Ich möchte mich ganz herzlich bei Fr. Dr. Sandra Schlögl bedanken, welche mich während meiner gesamten Zeit in ihrer Arbeitsgruppe wundervoll betreute, stets ein offenes Ohr für meine Anliegen hatte und mir mit ihrem Wissen zur Seite stand.

Weiters bedanke ich mich bei...

...Hr. Univ.-Prof. Mag.rer.nat. Dr.tech. Wolfgang Kern, der mir diese Diplomarbeit als Leiter des Lehrstuhls für Chemie der Kunststoffe an der Montanuniversität Leoben ermöglichte.

...allen Mitwirkenden der Andritz Hydro GmbH Weiz für die konstruktive Zusammenarbeit, vor allem aber Fr. Dr. Irmgard Bergmann und Hr. Dr. Gerhard Lemesch.

...Fr. Evelyn Sattler, die mich bei meinen Versuchen tatkräftig unterstützte und mir dadurch viele Laborstunden abnahm.

...Hr. DI Jakob Manhart, der mir mit seinem Wissen und handwerklichen Fähigkeiten viel Nerven und Zeit ersparte.

...allen kochbegeisterten Lehrstuhlangehörigen für das Mitbringen von Kuchen und anderen Leckereien, die einen den Arbeitsalltag versüßten.

...und meinen unbeschreiblich einzigartigen Bürokollegen und allen anderen der Kunststofftechnik ergebenden Menschen für die köstliche Unterhaltung in den letzten Jahren.

Besonderer Dank für einfach alles gilt meiner gesamten Familie, vor allem meinen Eltern und Großeltern. Und natürlich meinem Philipp.

KURZFASSUNG

Charakterisierung und Evaluierung von Schlüsselparametern für die Herstellung defektfreier Isolationsverbundmaterialien

Die Lebensdauer von Stäben und Spulen von Hochspannungsgeneratoren wird maßgeblich von der Qualität der Hochspannungsisolation, die aus einem mehrlagigen Verbund aus Glas- und Glimmerlagen aufgebaut ist, beeinflusst. Nach dem VPI-Verfahren (Vacuum Pressure Impregnation) wird dieser Verbund mit einem niedrigviskosem Harzsystem imprägniert und anschließend bei erhöhter Temperatur gehärtet. Hierbei ist eine vollständige, defektfreie Imprägnierung von entscheidender Bedeutung, da bereits kleine Hohlräume unter hoher elektrischer Spannung Teilentladungen verursachen. Diese Teilentladungen bewirken eine beschleunigte Alterung der Hochspannungsisolation und können in weiterer Folge zu einem Ausfall des Generators führen.

In der vorliegenden Masterarbeit wurden Schlüsselparameter für die Herstellung von defektfreien Isolationsverbunden nach dem VPI-Prozess aufgezeigt und deren Einfluss auf das Einströmverhalten des Imprägnierharzes und auf die Isolationsqualität untersucht. Im ersten Schritt wurde der Einfluss von ausgewählten Prozessparametern auf die Einströmwege des Tränkeharzes in den Isolationsverbund verfolgt. Mithilfe eines Vakuumtrockenschanks und entsprechender Modellaufbauten wurde einerseits das großtechnische Vakuumimprägnierverfahren nachgestellt und andererseits die Einströmwege des Tränkeharzes optisch verfolgt. Im Zuge dieser Arbeiten wurden viele Phänomene und deren Einflussfaktoren beobachtet, die zu unerwünschten Fehlstellen im Isolationsverbund führen können. In weiterer Folge wurden diese Effekte durch spezielle Isolationsaufbauten verstärkt hervorgerufen. Dies ermöglichte eine Korrelation zwischen ausgewählten Prozessparametern und der Tränkequalität des Isolationsverbunds. Diese Untersuchungen stellen eine Basis für weiterführende Prozessoptimierungen dar, die eine frühzeitige Alterung und im schlimmsten Fall ein Versagen der Isolation und somit des gesamten Generators, verhindern können.

Der zweite Teil der Arbeit befasste sich mit der Charakterisierung des Geliervorgangs des eingesetzten Epoxidharzsystems. Epoxidharze zeichnen sich durch ihre herausragenden dielektrischen Eigenschaften aus und finden deswegen seit Jahren Anwendung in der Elektrotechnik. Im untersuchten System ist der zur Harzhärtung notwendige Beschleuniger Zinknaphthenat auf verschiedenen Bandmaterialien immobilisiert. Um den Geliertgrad bzw. die Harzviskosität in ausgewählten Bereichen des Isolationsverbunds möglichst orts aufgelöst bestimmen zu können wurde eine Korrelation zwischen FT-IR-Untersuchungen und Viskositätsmessungen erarbeitet. Mit Hilfe der erstellten Kalibrationskurven gelang eine orts aufgelöste Bestimmung der Viskosität und des Vorvernetzungsgrads von Harzschichten zwischen beschleunigerhaltigen Bandmaterialien. Mit dieser Methode gelang in weiterer

Folge auch eine Bewertung der auch Reaktivität von beschleunigerhaltigen Isolationmaterialien.

ABSTRACT

Characterization and evaluation of key parameters for the manufacture of defect-free insulating composite materials

The life-time of rods and coils of high voltage rotating machines is mainly governed by the performance of the high voltage insulation which is a multilayer composite comprising mica and glass layers. After undergoing the VPI-process (vacuum pressure impregnation) the insulating composite is usually impregnated with low viscous thermosetting resin and cured at elevated temperature. A complete, defect-free impregnation is crucial here as even small holes and defects can lead to partial discharges under high electrical fields. Partial discharges cause accelerated ageing of the insulation material and can lead to a breakdown to the generator.

In the present master thesis key parameters were evaluated in order to produce defect-free insulating composite materials after the VPI-process and to investigate their effect on resin pathways and insulation quality. In the first step, the influence of selected process parameters on the resin flow into the multi-layer composite was investigated. A vacuum oven together with a model build-up was used in compliance with large-scale vacuum impregnation processes to optically monitor the pathways of the epoxy-based resin. During this work, several phenomena and their effects on the undesired formation of defects in the insulating composite were observed. Furthermore, these effects were provoked and intensified by the employment of special experimental setups. A correlation between selected process parameters and impregnation quality of the insulating composite was found. Based on these results the optimization of the vacuum pressure impregnation process can be pursued in order to avoid early ageing of the insulation and even a breakdown of the rotating machine.

The second part of the present work dealt with the characterization of the cure kinetics of the epoxy-based thermosetting resin. Due to their excellent dielectric properties, epoxy resins play an important role in electrical engineering. The accelerator which is needed for the curing reaction is immobilized on different tape materials. To determine the curing yields and the corresponding viscosity of small areas within the multilayer composite, a correlation between FT-IR and viscosity measurements was established. The calculated calibration curves enabled an space-resolved determination of the viscosity and the corresponding degree of crosslinking in small resin layers between the accelerator containing tape materials. This method further made the evaluation of the reactivity of different accelerator containing insulation tapes feasible.

Inhaltsverzeichnis

	Seite
1 EINLEITUNG UND ZIELSETZUNG	4
2 THEORETISCHE GRUNDLAGEN	7
2.1 Rotierende elektrische Hochspannungsmaschinen	7
2.1.1 Isolationssystem	8
2.1.1.1 Vacuum pressure impregnation (VPI) – Vakuum-Druck- Imprägnierverfahren	10
2.1.1.2 Resin rich (RR) – Spulenpressverfahren	11
2.1.1.3 Außenglimmschutz	11
2.1.2 Alterung	11
2.1.2.1 Alterung durch thermische Belastung	12
2.1.2.2 Alterung durch elektrische Belastung	13
2.1.2.3 Alterung durch mechanische Belastung	13
2.1.3 Fehlermechanismen	14
2.2 Epoxidharze	15
2.2.1 Herstellung von Epoxidharzen	16
2.2.2 Härtung	18
2.2.3 Epoxidharze in der Elektrotechnik	20
2.3 Verbundwerkstoffe	21
2.3.1 Imprägnierverhalten	22
2.3.2 Viskosität	23
3 EXPERIMENTELLES	26
3.1 Verwendete Abkürzungen	26
3.2 Verwendete Geräte	26
3.2.1 Vakuumtrockenschrank und Anlage	26
3.2.2 Rheometer	28
3.2.3 FTIR-Spektrometer	28
3.2.4 Lichtmikroskop	28
3.3 Verwendete Substanzen	28

3.3.1	Tränkharz	28
3.3.1.1	Bisphenol-A-diglycidylether - DGEBA.....	29
3.3.1.2	Methylhexahydrophthalsäureanhydrid - MHHPA.....	29
3.3.1.3	Zinknaphthenat	29
3.3.2	Rhodamin B.....	29
3.3.3	Baysilon® M	30
3.3.4	Trennfolie.....	30
3.3.5	Glimmerband	30
3.3.6	Innenpotentialsteuerung	30
3.3.7	Außenglimmschutz	30
3.4	Charakterisierung des Eindringverhaltens des Tränkharzes in den Isolationsverbund.....	30
3.4.1	Versuchsaufbau und Herstellung der Modellisolation.....	30
3.4.2	Tränkung im Vakuumtrockenschrank.....	33
3.4.3	Durchgeführte Versuche	35
3.4.4	Untersuchung der wesentlichen Einflussgrößen auf die Tränkqualität.....	38
3.4.5	Spezielle Isolationsaufbauten	38
3.4.5.1	Untersuchung von harzreichen Stellen - Bildung von Gasbläschen.....	39
3.4.5.2	Einfluss Trennfolie – Perforierte Sichtfensterplatte.....	41
3.4.6	Untersuchung der Tränkqualität nach der Tränkung bzw. Härtung.....	43
3.5	Charakterisierungsmethoden zur quantitativen Bestimmung des Geliervorgangs.....	43
3.5.1	FT-IR-Messungen zur Untersuchung der Aushärtungskinetik	43
3.5.2	Korrelation der FT-IR-Messungen mit Viskositätsuntersuchungen.....	45
3.6	Untersuchung von Schlüsselparametern für eine mögliche Bildung von Fehlstellen im Isolationsverbund.....	47
3.6.1	Ausschwemmen von Zinknaphthenat	47
3.6.2	Aushärten von harzreichen Stellen	47
3.6.3	Ausrinnen des Tränkharzes während der Härtung	47
4	ERGEBNISSE UND DISKUSSION.....	49
4.1	Untersuchung wesentlicher Einflussgrößen auf die Tränkqualität und die Einströmwege des Tränkharzes.....	49
4.1.1	Einfluss des Harzalters	49
4.1.2	Einfluss der Harztemperatur	54

4.1.3	Einfluss des Endvakuums	54
4.2	Spezielle Isolationsaufbauten	55
4.2.1	Harzreiche Stellen – Bildung von Gasbläschen.....	55
4.2.2	Einfluss Trennfolie – perforierte Sichtfensterplatte	58
4.3	Alternative Charakterisierungsmethoden zur quantitativen Bestimmung des Geliervorgangs.....	60
4.3.1	Untersuchung der Aushärtungskinetik und Korrelation mit Viskositätsmessungen	60
4.3.2	Aushärtungskinetik unterschiedlicher AGS-Bandtypen	67
4.4	Untersuchung von Schlüsselparametern für eine mögliche Bildung von Fehlstellen im Isolationsverbund.....	71
4.4.1	Ausschwemmen von Zinknaphthenat	71
4.4.2	Aushärten von harzreichen Stellen	72
4.4.3	Ausrinnen des Harzes.....	72
5	ZUSAMMENFASSUNG	77
6	REFERENCES.....	I

1 Einleitung und Zielsetzung

Energie in Form von elektrischem Strom begleitet den Menschen jeden Tag seines Lebens. Die Stromversorgung von Straßenlaternen, Zügen, Mikrowellen oder Fabriken, das Aufladen elektronischer Alltagsgeräte wie Mobiltelefon oder Laptop werden als selbstverständlich angesehen. Jedoch wachsen in Zeiten der Verknappung fossiler Rohstoffe und zunehmender Umweltverschmutzung, auch der Drang nach Nachhaltigkeit und Umweltbewusstsein und somit das Interesse an Strom aus erneuerbaren Energiequellen unter welchen die Wasserkraft den größten Vertreter darstellt[1]. Abbildung 1 zeigt im oberen Balken die globale Energieproduktion des Jahres 2007 und die von der Royal Swedish Academy of Sciences erwartete Energieproduktion für das Jahr 2050 mit dem jeweiligen Wasserkraftanteil.

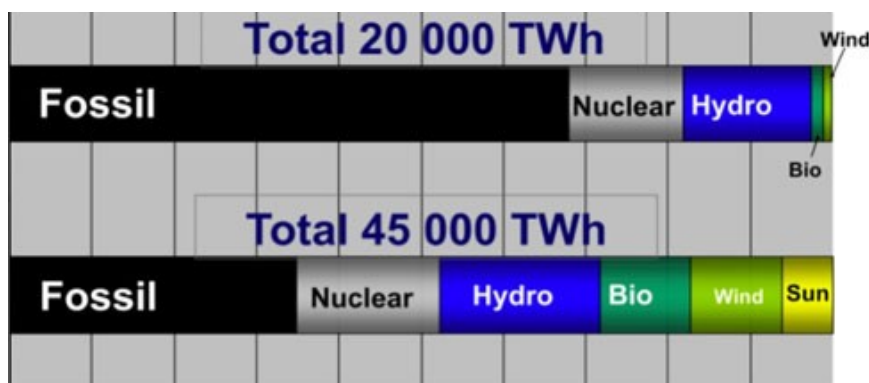


Abbildung 1: Gesamte Energieproduktion 2007 und erwartete Energieproduktion für 2050 [1]

Während in Europa der Großteil des Wasserkraftpotentials bereits ausgeschöpft ist, zeigen Entwicklungsländer noch viele Möglichkeiten, Strom aus Wasserkraftwerken generieren zu können, wobei Afrika mit ca. 92% ungenutzten Potentials die Spitze bildet [2].

Eine von der EU in Auftrag gegebene Studie zeigte, dass Speicherkraftwerke die größte Effizienz bei Stromspeichergroßanlagen aufweisen, welche sich in einem Bereich von 75-85% befindet [3]. Um nun diese Effizienz für viele Jahre gewährleisten zu können, wird weltweit an der Verbesserung von Wasserkraftwerken geforscht. So steht auch die Isolation der Generatoren im Mittelpunkt der Forschung, da über 50% der Schadensursachen von Hydrogeneratoren auf eine fehlerhafte Isolation zurückzuführen sind [4].

Die Hochspannungsisolation in Statorstäben ist ein mehrlagiges Verbundmaterial, das zu einem überwiegenden Anteil aus Glimmerbandlagen besteht, die mit einem Glasgewebe verstärkt sind. Diese Lagen werden im Zuge des sogenannten Vacuum Pressure Impregnation (VPI) Prozesses mit einem epoxy-basierten Harz getränkt und anschließend der Isolationsverbund bei erhöhter Temperatur gehärtet. Epoxidharze eignen sich durch ihr ausgezeichnetes elektrisches Verhalten als Isolatoren in elektronischen Bauteilen, wo sie einerseits in Reinform als Gießharze oder als Matrix in Verbundwerkstoffen in Kombination mit einem Verstärkungs- oder Trägermaterial eingesetzt werden [5, 6]. Eine übliche

duromere Epoxidharzmatrix für Hochspannungsisolationen basiert auf dem Diglycidylether des Bisphenol A als Basisharz, das mit einem Anhydrid engmaschig vernetzt wird. Um die Vernetzungsreaktion zu beschleunigen wird u.a. Zinknaphthenat eingesetzt, das bereits im Vorfeld auf dem Glimmerband aufgebracht ist. Die Tränkqualität des Isolationsverbunds spielt eine wesentliche Rolle in der Lebensdauer der Hochspannungsisolationen, da während des Betriebs des Generators bereits kleine Fehlstellen und Voids im Material ausreichen, um Teilentladungen zu verursachen. Durch diese Teilentladungen wird die Hochspannungsisolation geschädigt, wodurch die Lebensdauer der Statorstäbe und damit des gesamten Generators verkürzt wird.

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit der Charakterisierung von Schlüsselparametern in der Herstellung von Hochspannungsisolationen, um eine möglichst homogene und hohe Tränkqualität des Isolationsverbunds zu erzielen. Ein Fokus der Arbeiten liegt vor allem auf der Untersuchung der Harzeindringwege in den Isolationsverbund während des VPI-Prozesses und der anschließenden Aushärtung. Beide Verfahrensschritte sind wesentlich für die Herstellung von defektfreien Isolationsverbunden, da ein vollständig und gleichmäßig durchtränkter Isolationsverbund Voraussetzung für eine langlebige Isolation und damit auch einen langlebigen Generator darstellt.

So ist das Hauptaugenmerk dieser Forschungsarbeit auf die Einflüsse und richtige Tränkungsparametrierung gelegt, um Fehlstellen im gehärteten Isolationsverbund vermeiden zu können und somit die Einsatzbarkeit von Hydrogeneratoren zu verlängern. Mit Hilfe eines Vakuumtrockenschrankes und einer Modellpressvorrichtung wurde der VPI-Prozess simuliert, wobei das Eindringen des Harzes während der Imprägnierung optisch verfolgt wurde. Das Auftreten von Fehlstellen bzw. nicht durchtränkten Bereichen im Isolationsverbund wurde nach der Imprägnierung und wahlweise nach der Aushärtung dokumentiert und mit unterschiedlichen Prozessparametern korreliert. Weiters wurde die Kinetik der Harzgelierung (Vorvernetzung des Harzes während der Imprägnierung) und der Harzhärtung mit FT-IR-Untersuchungen ermittelt und Viskositätsmessungen parallel dazu durchgeführt. Durch eine gezielte Korrelation der Infrarot (IR)-Untersuchungen mit den Harzviskositäten wurde ein einfaches und aussagekräftiges Verfahren entwickelt, um die Viskositäten von kleinen lokalen Bereichen des Verbundmaterials bestimmen zu können.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Rotierende elektrische Hochspannungsmaschinen

Als elektrische Maschinen werden elektromagnetische Energiewandler bezeichnet. Wird elektrische Energie in mechanische umgewandelt, spricht man von einem Motor. Vice versa wird die Maschine als Generator bezeichnet (siehe Abbildung 2).

mechanische Energie (M, n)

Motor \uparrow \downarrow Generator

elektrische Energie (I, U)

Abbildung 2: Prinzip eines Motors und eines Generators [7]

Rotierende elektrische Hochspannungsmaschinen sind die oben genannten Maschinen in großen Maßstab wie z.B. Kraftwerksgeneratoren oder Industriemotoren.

Die hier untersuchte Isolation kommt bei Hydrogeneratoren zum Einsatz. Hydrogeneratoren dienen zur Umwandlung der kinetischen Energie des Wassers zu elektrischem Strom. Dabei wird das fließende Wasser in eine Turbine geleitet, die über eine Welle mit dem Generator verbunden ist wie in Abbildung 3 erläutert.

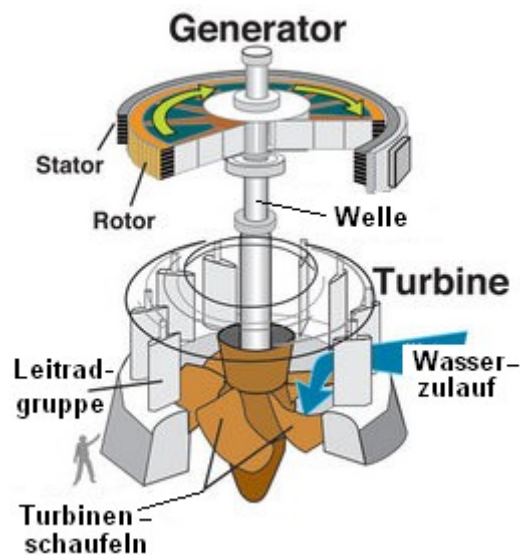


Abbildung 3: Prinzip eines Hydrogenerators [8]

Generatoren bestehen aus einem Rotor (Läufer) und Stator (Ständer), wobei letzterer aus einem Kupferkern in Form von Roebelstäben umgeben von einer Hochspannungsisolation aufgebaut ist. Roebel bezeichnet hierbei die Art der Windung der Kupferleitungen im Kern. Diese Erfindung von Ludwig Roebel aus dem Jahr 1911 ermöglichte die durch

Dampfmaschinen erzeugte hohe elektrische Energie ohne Wirbelströme in Generatoren zu leiten[9][10]. Abbildung 4 zeigt den Aufbau eines Roebelstabs.

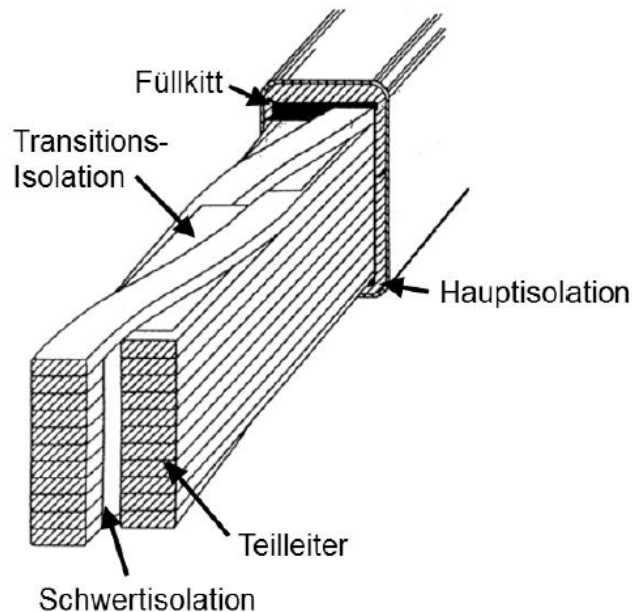


Abbildung 4: Aufbau Roebelstab [10]

Ohne Roebelung würde die maximale Leistungsdichte wegen zusätzlicher Ohmscher Verluste sinken[11]. Jeder Teilleiter erhält durch diese Verdrillung dieselbe radiale Position in der Nut, was eine Induktion gleicher Spannungen in jedem Teilleiter als Folge hat und somit keine Wirbelströme entstehen lässt. Durch Leitertransitionen entstehen jedoch Hohlräume, die mit teilleitendem Füllkitt gefüllt werden müssen, damit es zu keinen Teilentladungen kommt.[12]

2.1.1 Isolationssystem

Beim Einsatz von Generatoren kommt es zu Spannungen im Bereich von einigen Tausend Volt. Um dennoch Betriebssicherheit gewährleisten zu können, muss die Isolation ausreichend Schutz bieten.

Isolationssysteme in elektrischen Maschinen dienen zur Abschirmung zweier elektrischer Potentiale. Eine Potentialdifferenz verursacht ein elektrisches Feld. Dieses Feld darf einen gewissen Grenzwert nicht überschreiten, da dies zu Durch- oder Überschlag der Isolation führen kann. Abhängig vom Ausmaß der Potentialdifferenz, Elektrodenabstand und Elektrodenkonfiguration wird die Isolation ausgelegt[13, 14].

Die Isolation von einem Generatorstab ist aus mehreren Komponenten aufgebaut wie aus Abbildung 5 ersichtlich. Bei dieser Arbeit wurden Hauptisolierung und Außenglimmschutz untersucht, weswegen hier das Hauptaugenmerk auf dem Aufbau dieser beiden Komponenten der Isolation liegt.

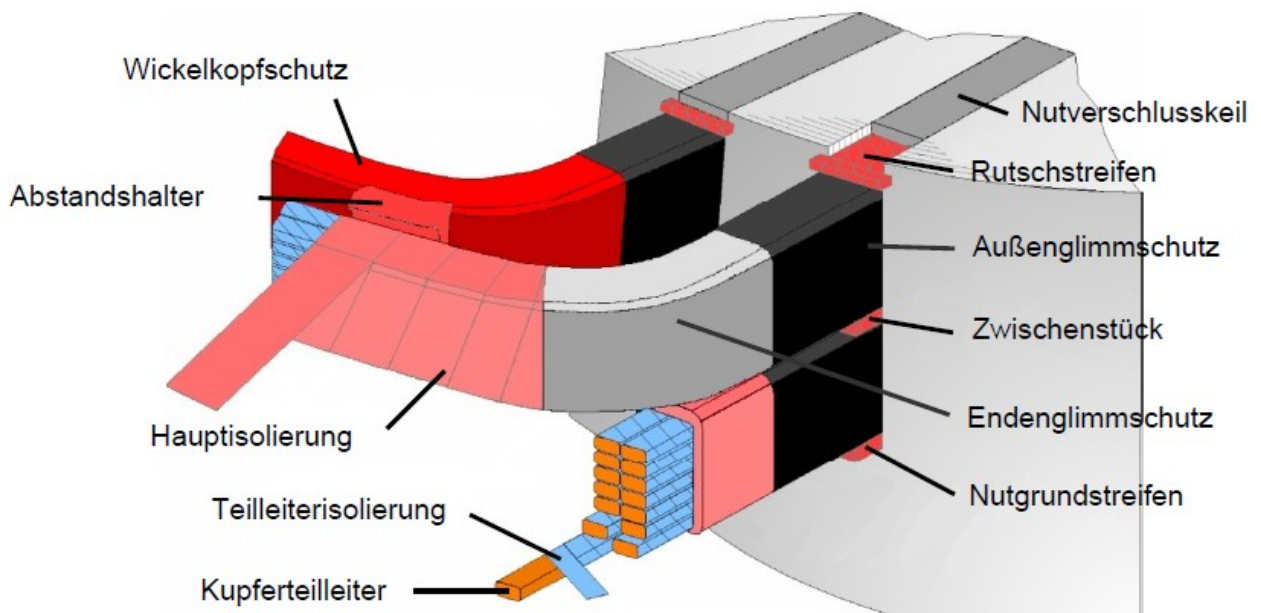


Abbildung 5: Hochspannungsisolationssystem rotierender Maschinen nach IEC 60034-25 [13]

Das gesamte Isolationssystem setzt sich aus Teilleiter- und Hauptisolierung und Außen- und Endglimmschutz zusammen.

Die Hauptisolierung dient zur Isolierung der Leiterstäbe gegen das geerdete Statorblechpaket. Weiters isoliert sie einzelne Leiterstäbe im Wickelkopf gegeneinander. Während der vorgesehenen Lebenszeit muss die Hauptisolierung der oben genannten Beanspruchung von einigen Tausend Volt standhalten und gleichzeitig auch transiente Überspannungen überdauern[10].

Die Hauptisolierung ist ein Verbund aus einem Trägermaterial auf dem sich Glimmer befindet, und einer duromeren Harzmatrix. Als Trägermaterial kommen Glasgewebe, Polyestervliese, Polycarbonatfilme oder Polyimidfilme zum Einsatz[15]. Das Trägermaterial muss wegen der unzureichenden mechanischen Festigkeit des Glimmerpapiers verwendet werden, welches mit Harz auf dem Träger befestigt wird. Als Matrix und somit Binder des Verbundes werden Harze wie Epoxidharze, Epoxidnovolake, ungesättigte Polyester, Polyesterimide und Silikonharze verwendet[10, 13].

Der Glimmer dient als Barrierematerial um das Harz vor der elektrischen Belastung durch Teilentladungen zu schützen. Er hemmt bzw. verzögert das Wachstum von leitfähigen Kanälen in Form von elektrischen Bäumchen [16, 17]. Aufgrund seiner exzellenten Spaltbarkeit findet er ein breites Anwendungsspektrum in der Technik[10]. Diese Eigenschaft rührt aus dem Schichtaufbau aus SiO_4 -Tetraedern und AlO_6 -Oktaedern. Da diese Schichten nur schwach zueinander durch die dazwischen lagernden Kaliumkationen gebunden sind, ermöglicht dies eine einfache Verschiebung der Schichten gegeneinander und somit die Spaltbarkeit[18]. Aufgrund des Schichtaufbaus wird Glimmer zur Gruppe der Schichtsilikate

gezählt[19]. Weiters weist er eine hohe Temperaturbeständigkeit auf[20]. Abbildung 6 zeigt den Schichtaufbau des Glimmers Muskovit.

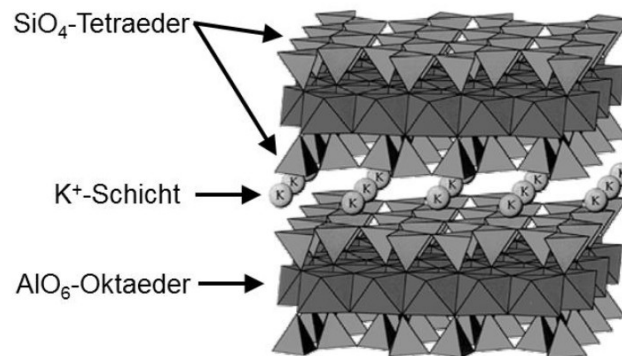


Abbildung 6: Schichtaufbau des Glimmers [10]

Das als Matrix des Verbundwerkstoffes verwendete Harz (Binder) muss zwei Aufgaben erfüllen. Einerseits dient es zur Verbindung von Leiterstab und Glimmerbänder und der einzelnen Lagen der Wicklung untereinander. Des weiteren füllt es während der Imprägnierung durch die Wicklung entstandene Hohlräume, welche Teilentladungen hervorrufen können[10]. Abbildung 7 zeigt den Querschnitt durch die Isolierung. Am häufigsten werden Epoxidharzsysteme eingesetzt, welche sich durch hohe Festigkeit und gute chemische Beständigkeit auszeichnen [5, 6, 21].

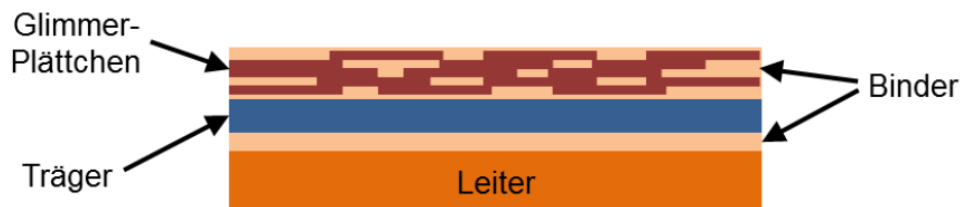


Abbildung 7: Querschnitt einer Isolierung [10]

Ohne den Glimmer, würde das organische Harz schon nach geringer elektrischer Belastung zersetzt werden.

2.1.1.1 Vacuum pressure impregnation (VPI) – Vakuum-Druck-Imprägnierverfahren

Die am weitesten verbreitete Methode um den Isolationsverbund herzustellen ist die Imprägnierung unter Druck. Dabei wird in einem ersten Schritt um die Kupferleiter als Kern des Roebelstabs ein poröses Glimmerband gewickelt. Je nach Nennspannung und der zulässigen elektrischen Feldstärke wird die Dicke der Isolation eingestellt, welche durch Lagenanzahl des Glimmerbandes bestimmt wird. Mittels Vakuumtrockenphase wird der gewickelte Stab evakuiert (Luft und Feuchtigkeit werden entzogen) und danach wird dieser in

einem Kessel unter Druck mit dem Harz getränkt. Nach der Tränkung wird das Harz ausgehärtet, wobei dieses während der Härtung eine unlösliche Netzwerkstruktur bildet. Dieses Verfahren zur Herstellung von Verbundwerkstoffen zählt zum „liquid composite moulding“. Bei dieser Verfahrensgruppe werden das in einer Form platzierte Trägermaterial mit einer polymeren Matrix getränkt[22]. Um zu gewährleisten, dass das Tränkharz in die Wicklungen der Roebelstäbe eindringen kann, darf der Harzgehalt der Glimmerbänder vor der Tränkung nur ca. 7-10 Gew.-% des totalen Bandgewichtes ausmachen [23, 24].

2.1.1.2 Resin rich (RR) – Spulenpressverfahren

Bei diesem Verfahren befindet sich das Harz bereits auf dem Glimmerband, wobei der Harzgehalt bei etwa 40% liegt. Mithilfe von Spulenpressen wird das Glimmerband unter hoher Temperatur und Druck ausgeformt und ausgehärtet. Dabei werden die Hohlräume zwischen den Bändern geschlossen. Jedoch geht dadurch ein Teil des Harzes verloren, da das Harz durch die Enden der Stäbe herausgepresst wird. Dadurch nimmt der Harzanteil auf ca. 30 % im gehärteten Stab ab[23, 24].

Der VPI-Prozess hat sich aufgrund folgendes Vorteils gegenüber dem Resin-Rich-Verfahren durchgesetzt: der gesamte Stator wird imprägniert, was bedeutet, dass sämtliche Hohlräume gefüllt werden. Diese globale Tränkung stellt jedoch hohe Anforderungen an das Harzsystem wie z.B. eine ausreichend niedrige Viskosität[25].

2.1.1.3 Außenglimmschutz

Bei Nennspannungen ab 6,6 kV muss der Roebelstab mit einem Außenglimmschutz versehen werden, um Entladungen zwischen dem Statorblechpaket und der Wicklungsoberfläche zu vermeiden. Dabei werden die Hohlräume dazwischen kurzgeschlossen. Der Außenglimmschutz kann als leitender Anstrich oder Leitband ausgeführt sein. Damit die Statorbleche aber nicht untereinander leitfähig mittels AGS verbunden werden, darf eine gewisse Leitfähigkeit nicht überschritten werden.[13]

Der während dieser Arbeit untersuchte AGS war ausschließlich aus leitenden Bändern aufgebaut.

2.1.2 Alterung

Alterung von Kunststoffen wird laut Ehrenstein wie folgt definiert: „Änderungen in chemischen und physikalischen Eigenschaften von Kunststoffen innerhalb einer Zeitperiode, sodass die Anwendbarkeit zeitlich reduziert wird“[26].

Alterung ist die Folge von thermischen, elektrischen, mechanischen und umweltbedingten Belastungsfaktoren[27]. Diese Faktoren überlagern sich stets, nur selten kommt es zu einer einzelnen Form des Alterns.

2.1.2.1 Alterung durch thermische Belastung

Die Roebelstäbe werden während des Betriebs durch Stromwärmeverluste der Joule'schen Wärme, durch Wirbelströme im Blechpaket und in den Kupferleitern, Eisenverluste, Reibungswärme und Teilentladungen erwärmt. Weiters vermindern Lufteinschlüsse in der Isolierung die Wärmeleitfähigkeit, wodurch lokale Übertemperaturen hervorgerufen werden können[28].

Durch thermische Belastung und den Luftsauerstoff wird das Harz oxidiert und die Polymerketten gespalten. Dabei nimmt die Reaktionsrate mit steigender Temperatur nach dem Arrheniusgesetz exponentiell zu[29]. Als Folgeerscheinungen treten Versprödung des Harzes auf, was wiederum zu Riss- und Hohlrumbildung führen kann[30]. Delaminationen in der Hauptisolierung und die Ablösung der Kupferleiter von der Hauptisolierung sind die Folgen[31]. Weiters begünstigen Hohlräume Teilentladungen. Abbildung 8 zeigt die Folgen von thermischer Alterung, wobei die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten zu beachten sind. So weist der unten angeführte Isolationsaufbau in horizontaler Richtung einen geringeren thermischen Ausdehnungskoeffizienten als in vertikaler Richtung aufgrund der horizontalen Anordnung der Glimmerbänder

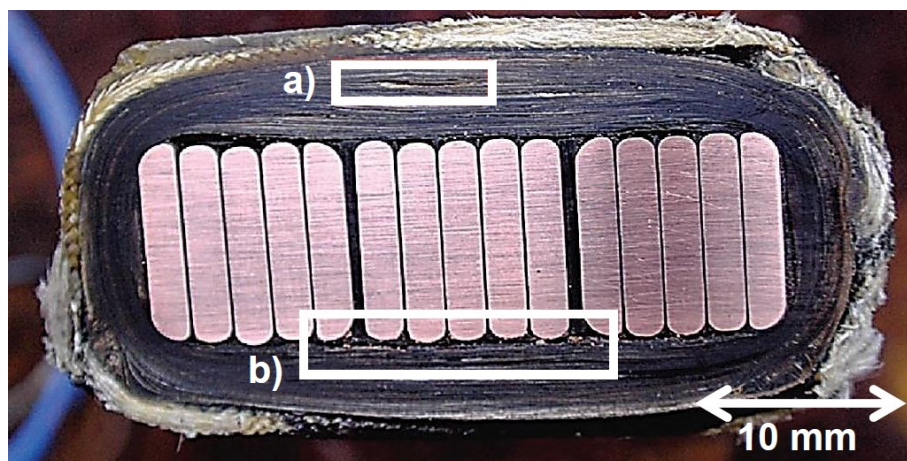


Abbildung 8: a) Delaminationen in der Hauptisolierung
b) Ablösung zwischen Kupferleiter und Hauptisolierung [32]

2.1.2.2 Alterung durch elektrische Belastung

Alterung durch elektrische Belastung zeigt sich in Form von elektrischen Bäumchen, die in den organischen Komponenten der Isolierung wachsen (siehe Abbildung 9) [10].

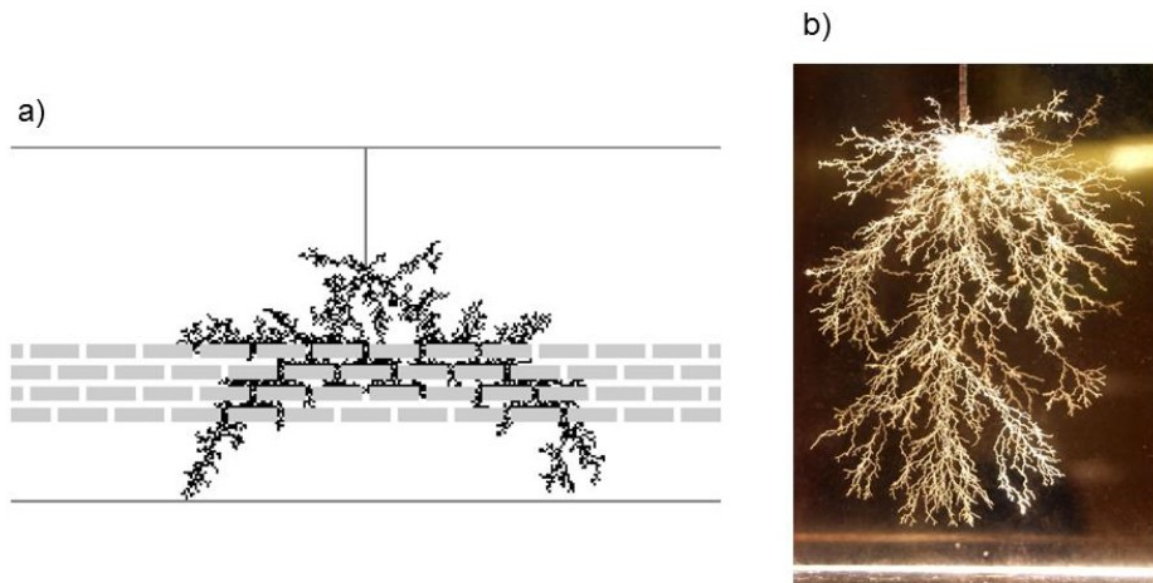


Abbildung 9: a) Simulation eines durch das Glimmerband wachsenden elektrischen Bäumchens

b) in Epoxidharz vorwachsendes Bäumchen (Nadel/Platte-Anordnung) [16, 17]

Die Bäumchen können demnach im Harz des Verbundes wachsen. Sie können keine intakten Glimmerbandlagen durchdringen, wohl aber können sie Fehlstellen in den Bändern durchdringen. Als Fehlstellen sind hier zu kleine Krümmungsradien oder die Beschädigung der Bänder bei falscher Applikation zu nennen [16, 17]. Durch die elektrischen Bäumchen entstehen leitfähige Kanäle [33], welche ein Versagen aufgrund von Durchschlag als Konsequenz haben können. Ist der Stator luftgekühlt, werden durch Teilentladung in den Hohlräumen Stickoxide wie NO oder NO_2 und Ozon gebildet. Diese neigen in Gegenwart von Luftfeuchtigkeit zu salpetriger Säure HNO_2 und Salpetersäure HNO_3 weiterzureagieren. Diese wirken stark oxidativ und korrodieren chemisch das Harz [34], was wiederum das Wachstum von elektrischen Bäumchen begünstigt.

2.1.2.3 Alterung durch mechanische Belastung

Alterung als Folge mechanischer Belastung wird einerseits durch Vibrationen und andererseits durch jene transienten Kräfte hervorgerufen, die sich durch Kurzschlussströme entstehen. Sobald sich der Generator im Dauerbetrieb befindet, ergibt sich die mechanische Alterung fast ausschließlich durch Vibrationen, welche aus den Magnetkräften der stromdurchflossenen Leiter rühren [10].

2.1.3 Fehlermechanismen

Als Folgeerscheinung von Alterung treten Fehlermechanismen auf, die den einwandfreien Gebrauch der Generatoren verhindern.

In den letzten Jahren wurden bereits mehrere Studien veröffentlicht, welche die Fehlermechanismen von rotierenden Hochspannungsmaschinen untersuchten[35–37]. Hervorgehend aus der Studie des CIGRE Study Committee[4] lassen sich die Fehlerursachen der Generatoren in vier Bereiche aufteilen wie in Abbildung 10 gezeigt wird.

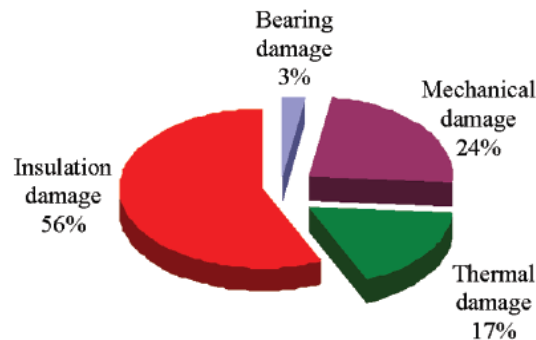


Abbildung 10: Fehlerursachen in rotierenden Hochspannungsmaschinen[4]

Auffällig ist, dass 56% der Schadensfälle auf Isolationsbeschädigungen beruhen (roter Bereich). Diese Isolationsschädigungen lassen sich weiter auf 7 Ursachen zurückführen (siehe Abbildung 11).

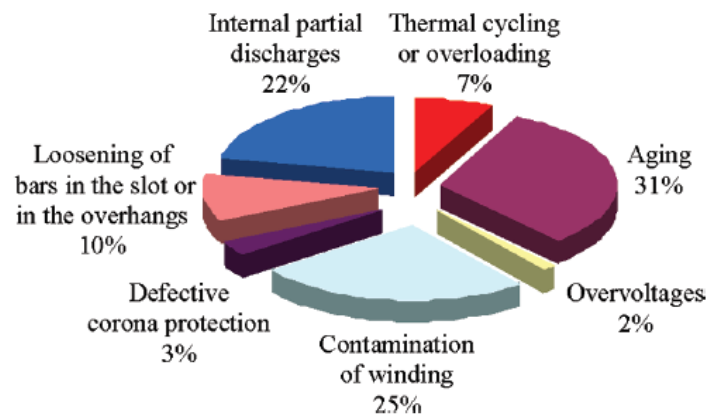


Abbildung 11: Isolationsschädigungen[4]

Bei den Untersuchungen von [38, 39] kam es zu zwei wesentlichen Erkenntnissen in Bezug auf Schadensursachen von Isolationssystemen in Hochspannungsgeneratoren:

Als Versagensgrund wird nicht die elektrische Belastung auf den Verbund als Hauptursache gesehen, sondern eine Kombination aus thermischer Belastung des Harzes, mechanische Belastung durch Vibrationen und Umpolungen und innere Spannungen, die durch die

unterschiedliche thermische Ausdehnung der Komponenten des Verbunds ausgelöst werden[38, 39].

Weiters wird die Lebensdauer der Isolationssysteme durch thermische, mechanische und elektrische Belastung bei Temperaturen bis zu 130°C leicht erhöht, aber ab Temperaturen von 180°C schnell abgesenkt[38, 39]. Der Verlauf wird in Abbildung 12 gezeigt.

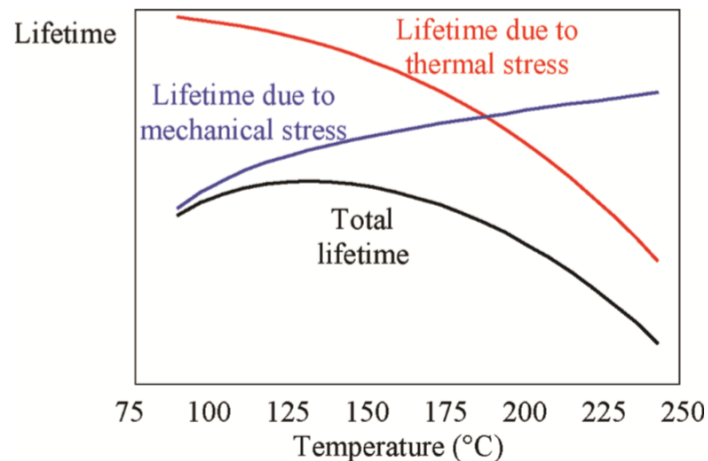


Abbildung 12: Schematische Darstellung der Lebensdauer von Isolationssystemen in Abhängigkeit von thermischer, mechanischer und deren kombinierte Belastung[31, 40]

2.2 Epoxidharze

1934 wurde von Paul Schlack erstmals die Herstellung und der Aufbau von aromatischen Epoxidharzen beschrieben. Erst mehrere Jahre später gelingt es P. Castan einen Härtungsmechanismus zu finden, der den Einsatz der Harze im technischen Bereich ab 1946 erlaubt[6]. Namensgebend für Epoxidharze ist die Epoxid- bzw. Oxirangruppe, die wie in Abbildung 13 aufgebaut ist.

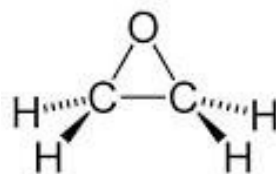


Abbildung 13: Epoxidgruppe

Bei Epoxidharzen handelt es sich um hochviskose, langkettige Moleküle, die durch abwechselnde Additions- und Kondensationsschritte aus Phenolen, Alkoholen und niedermolekularen Epoxidverbindungen hergestellt werden. Sie weisen eine zur Aushärtung ausreichend hohe Anzahl an Epoxygruppen im Molekül auf [41].

Epoxidharze zeichnen sich durch geringe Schwindung, gute mechanische und thermische Eigenschaften, gutes Klebevermögen, hohe Chemikalien- und Korrosionsresistenz aus und sind ausgezeichnete elektrisch Isolatoren[42–44].

Sie haben in der Elektrotechnik, im Flugzeug- und Flugkörperbau ihre Anwendung gefunden und werden dort größtenteils in Kombination mit Verstärkungsfasern als Verbundwerkstoff eingesetzt. So können sie Festigkeits- und Steifigkeitswerte von legierten Stählen erreichen. [6]

Abhängig vom chemischen Aufbau der Kette ergeben sich thermische Einsatzgrenzen von 130°C bis 240°C. Die Harze sind meist durchsichtig mit leichtem Gelbton.

2.2.1 Herstellung von Epoxidharzen

Die Ausgangsstoffe für die Synthese von Epoxidharzen sind niedermolekulare Epoxidverbindung, wie Epichlorhydrin (siehe Abbildung 14) und Verbindungen mit reaktionsfähigen Wasserstoffatomen. Das Harz wird daraus in Gegenwart von Basen hergestellt.

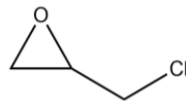


Abbildung 14: Epichlorhydrin – 1-Chlor-2,3-epoxypropan

Die handelsüblichen Harze werden meistens aus mehrwertigen Phenolen wie z.B: Bisphenol A und dem oben angeführten Epichlorhydrin bei Temperaturen von 50°C bis 80°C unter Wasserausschluss synthetisiert [5, 6]. Abbildung 15 zeigt die Reaktion.

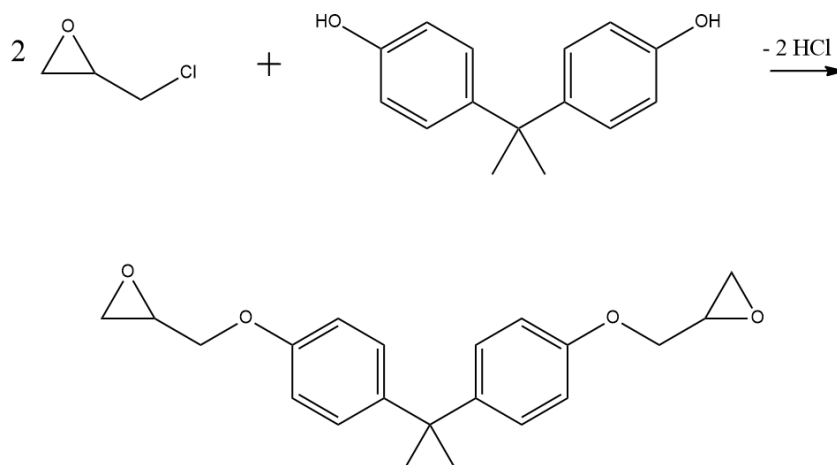


Abbildung 15: Reaktion von Epichlorhydrin mit Bisphenol A unter Bildung des Diglycidylethers

Abhängig vom Epichlorhydrinanteil ergeben sich unterschiedliche Produkte. Bei großem Überschuss entstehen niedermolekulare, viskose Diglycidether wie das Produkt in Abbildung 15.

Ist der Überschuss geringer, werden durch mehrfache Reaktion mit Bisphenol A höhermolekulare, fest, schmelzbare Epoxidharze gebildet, welche noch zusätzliche Hydroxylgruppen enthalten. An den Kettenenden befinden sich ebenfalls die sehr reaktiven Epoxidgruppen. [6]

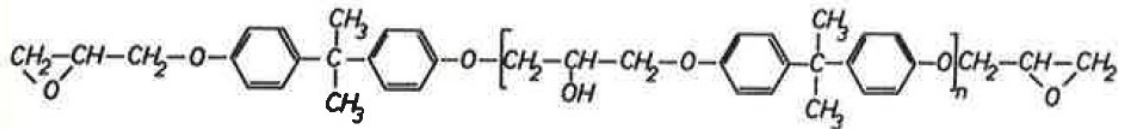


Abbildung 16: Diglycid-Polyether [5]

Die Eigenschaften der Harze lassen sich mit Zusatzstoffen einstellen. So erhöhen halogenhaltige Polyphenole wie Tetrabrombisphenol A die Flammwidrigkeit. Aromatische Amine („reaktive Verdünner“) als Ersatz für Bisphenol A senken die Viskosität und erleichtern somit die Verarbeitbarkeit. Um die Wärmeformbeständigkeit anzuheben wird die Vernetzungsdichte mit Epoxynovolaken erhöht [5, 6]. Die chemischen Formeln sind Abbildung 17 bis Abbildung 19 zu entnehmen.

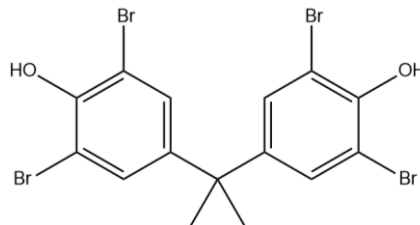


Abbildung 17: Tetrabrom-Bisphenol A

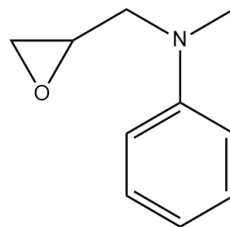


Abbildung 18: Epoxyanilingruppe

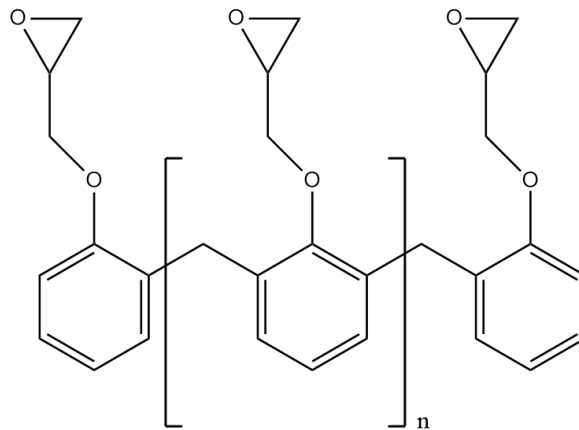


Abbildung 19: Epoxynovolak

2.2.2 Härtung

Durch die Härtung der viskosen bzw. festen schmelzbaren Epoxidharze entsteht erst der technisch relevante Werkstoff. Um eine Härtung zu ermöglichen, muss der Harzmasse Härter beigemischt werden. Die ausreichende Härtermenge wird über das Epoxidäquivalent berechnet, welches eine Maßzahl für die Konzentration an Epoxygruppen im Harz ist. Der Epoxidäquivalentwert gibt die Harzmenge in Gramm an, in der 1 Mol (16 g Epoxidsauerstoff), enthalten sind und die 1 Härteräquivalent bindet[5].

Nach Zugabe des Härters wird die Masse homogenisiert. Darauf folgt die Aushärtung.

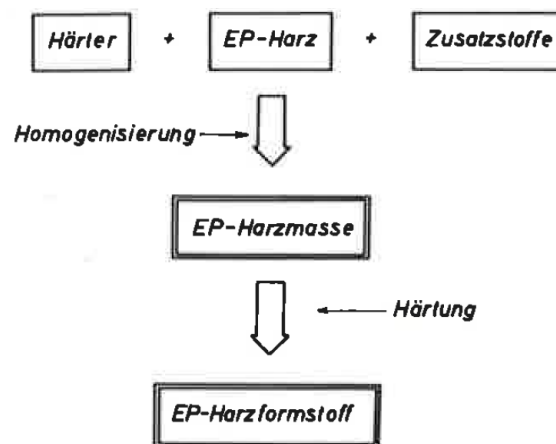


Abbildung 20: Nomenklatur der Verfahrensschritte in der Epoxidharztechnologie [5]

Als Härter werden Verbindungen mit reaktionsfähigen Wasserstoffatomen oder Dicarbonsäuren bzw. Anhydride dieser Säuren verwendet, die zum hochvernetzten Epoxidharzformstoff führen.

Abhängig von der Art des Härters kommt es zur Kalt- (mit aliphatischen Aminen) oder Warmhärtung (z.B. mit Dicarbonsäureanhydride) unter Additionspolymerisation.

Bei der Aminhärtung werden vernetzte Polyhydroxylamine gebildet, wohingegen bei der Anhydridhärtung vernetzte Polyester gebildet werden (siehe Abbildung 21).

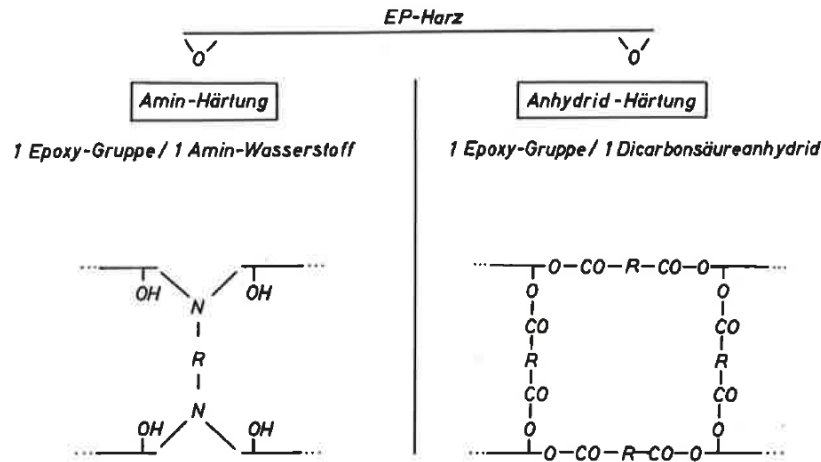


Abbildung 21: Schematische Darstellung des strukturellen Aufbaus gehärteter Epoxidharze
Links Aminhärtung, rechts Anhydridhärtung [5]

Bei der Härtung durch Amine wandert zuerst ein Wasserstoffatom der Amingruppe an den Epoxidsauerstoff der Epoxygruppe. Danach kommt es zur Alkylierung desamins während gleichzeitig eine Hydroxylgruppe gebildet wird, die jedoch nicht in den weiteren Härtungsverlauf eingreift.

Wird die Harzmasse mit einem Anhydrid gehärtet, verläuft die Reaktion in zwei Stufen. In einem ersten Schritt wird aus dem Anhydrid und der Hydroxylgruppe ein Halbester gebildet. Im zweiten Schritt addiert sich der Wasserstoff der freien Carboxylgruppe an den Epoxidsauerstoff, wodurch eine Ringöffnung mit Hydroxylgruppenbildung und Bindung des Härterests an den Kohlenstoff der Epoxidgruppe erfolgt.[5]

Während der Aushärtung verändert sich die Dichte der Harzmasse wie in Abbildung 22 dargestellt. Der Wendepunkt des Graphen wird als Gelierung bezeichnet.

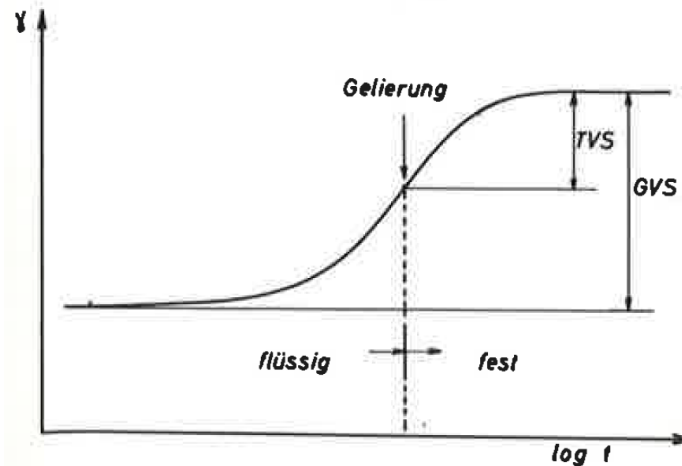


Abbildung 22: Prinzipdarstellung der Dichteänderung einer Epoxidharzmasse bei isothermer Härtungsführung (TVS=technische Volumenschwindung, GVS=Gesamtvolumenschwindung) [5]

Die Gelierung leitet den festen Zustand ein. Aufgrund der begrenzten Mobilität der bereits teilweise vernetzten Ketten kann die Reaktion besonders ab diesem Punkt aufgrund des exothermen Charakters zu hohen Temperaturen führen ($\Delta H = -478$ J/g bei der Aushärtung von DGEBA/Diethylentriamin[45]).

Weiters lassen sich aus dem oben angeführten zeitlichen Verlauf der Dichte sowohl die technische also auch die Gesamtvolumenschwindung entnehmen. Bei Formteilen mit geringen Toleranzen spielen diese Größen eine wichtige Rolle.

2.2.3 Epoxidharze in der Elektrotechnik

Durch das oben bereits erwähnte ausgezeichnete elektrische Verhalten von Epoxidharzen haben sie seit Jahrzehnten eine große Bedeutung in Elektroindustrie. Ihre hervorragenden dielektrischen Eigenschaften werden in vielen Isolatoren eingesetzt. Einige Beispiele seien hier angeführt:

- Glasfaserverstärkte Epoxidharze: Diese werden eingesetzt, wenn das Bauteil neben elektrischer auch noch hoher mechanischer Belastung ausgesetzt ist. Dazu zählen Leiterplatten, Glasfaserstäbe in Verbundisolatoren für Hochspannungsfreileitungen, Schalterrohre in Transformatoren und Antennenmaste.
- Gießharze: Mithilfe von Druckgießmaschinen wird der elektronische Teil von Trockentransformatoren, Halbleiterspeicher, Reed-Relais, Bauteilen aus der Optoelektronik wie Optokopplern oder Magnetsystemen in Gießharz eingebettet. Das Epoxidharz kann dabei als Isolation für das Bauteil oder als Schutz vor Feuchtigkeit oder mechanischen Spannungen dienen[5].

2.3 Verbundwerkstoffe

Verbundwerkstoffe bestehen aus mindestens zwei oder mehr Materialien, die sich in ihren Eigenschaften ergänzen und gemeinsam neue Eigenschaften ergeben, die auch von der Geometrie des Bauteils abhängig sind.

Polymere Verbundwerkstoffe werden vor allem im Leichtbau für Schiff- und Luftfahrt eingesetzt. Diese Verbundwerkstoffe bestehen aus einem Verstärkungsmaterial (z.B. Glas-, Kohlenstoff- oder Aramidfaser), welche durch eine thermoplastische oder duromere Matrix umgeben werden. Durch Fasergehalt und –orientierung lassen sich die mechanischen, chemischen und thermischen Eigenschaften gezielt einstellen. Die Eigenschaften des Werkstoffs werden wie in Abbildung 23 stärker von Matrix oder Faser bestimmt.

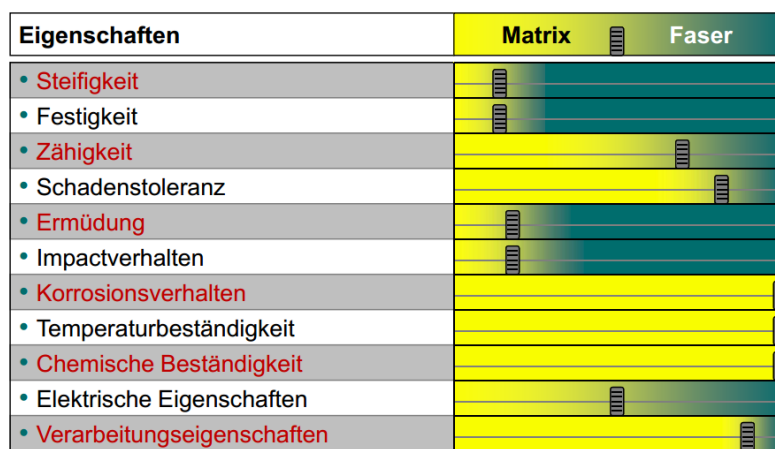


Abbildung 23: Einfluss auf Eigenschaften durch Matrix und Faser [40, 46]

2.3.1 Imprägnierverhalten

Die große Schwierigkeit, die sich bei der Herstellung von Verbunden ergibt, ist die Gewährleistung eines konstanten Faser/Trägermaterial-Verhältnisses. Dabei soll es weder zu harzreichen noch harzarmen Stellen kommen, da daraus unterschiedliche Eigenschaften resultieren, die nur schwer vorauszusagen sind. Unterschiedlich durchtränkte Stellen im Verbund können sich durch die Geometrie oder Unregelmäßigkeiten in der Architektur des Trägermaterials ergeben, welche zu einem Vorseilen der Fließfront führen. Dieses Phänomen wird als „race tracking“ bezeichnet [46–48]. Bei den in der vorliegenden Arbeit durchgeführten Versuchen konnte dieses Phänomen auch im Zuge des VPI-Prozesses (siehe

Abbildung 24) beobachtet werden.

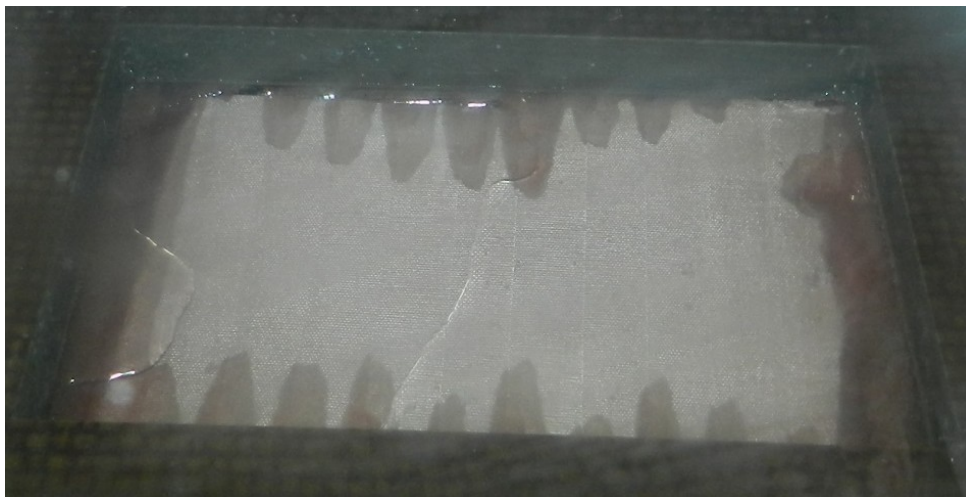


Abbildung 24: Race-Tracking im Isolationsverbund während des VPI-Prozess

Um nun das Imprägnierverhalten zu untersuchen, gibt es zwei verschiedene Methoden. Dabei wird die Permeabilität des Trägermaterials bestimmt. Als Grundlage dieser Permeabilitätsmessungen wird das Gesetz von Darcy verwendet, welches die Fließfrontgeschwindigkeit direkt proportional zum herrschenden Druckzustand setzt. Der Permeabilitätstensor beschreibt dabei die Durchlässigkeit der eingesetzten Verstärkungsstruktur für das Harz [48]. Gleichung (1) zeigt das Gesetz von Darcy.

$$v = -\frac{1}{\mu} \cdot K \cdot \nabla \cdot p \quad (1)$$

v...Ausbreitungsgeschwindigkeit des Mediums [m/s]

K...Permeabilitätstensor K [m²]

μ...Viskosität des Flüssigkeit [Pa s]

∇p... Druckgradient [Pa m⁻¹]

Folgende Randbedingungen und Annahmen müssen für die Gültigkeit des Darcy-Gesetzes gelten bzw. getroffen werden:

- Inkompressibles Fluid
- Isothermer Prozess
- Schleichende Strömung
- Newton'sches Verhalten
- Mechanisch starres Medium (Faserhalbzeug)
- Vernachlässigung der Kapillarwirkung

Dennoch zeigen sich auch bei Verletzung einiger oben angeführten Voraussetzung gute Übereinstimmungen zwischen Realität und Berechnung über das Gesetz von Darcy.

Bei der kapazitiven Methode wird das noch nicht durchtränkte Trägermaterial zwischen zwei Platten eingelegt, an denen meist in sternförmiger Anordnung Kondensatoren angebracht sind. Das Harz wird eingeleitet. Sobald die Harzfront das Plattenpaar eines Kondensators erreicht hat, ändert sich der Widerstand zwischen den Platten und der Sensor schickt ein Signal zur auswertenden Software. Die ermittelten Daten werden auf das Ausbreitungsverhalten der Fließfront umgerechnet.

Die optische Methode basiert auf demselben Prinzip. Die Daten für die Auswertung werden aber nicht über Kondensatoren gewonnen sondern über eine Kamera.

In der Praxis am häufigsten eingesetzte Untersuchungsmethode ist die optische, die auch hier zur Verfolgung der Harzausbreitung gewählt wurde, jedoch ohne Kamerainstallation und Computerauswertung.

2.3.2 Viskosität

Viskosität beschreibt die Zähflüssigkeit von Fluiden und wird in Pa.s angegeben. Abbildung 25 zeigt eine einfache Scherströmung, welche zur Herleitung der Viskosität verwendet werden kann.

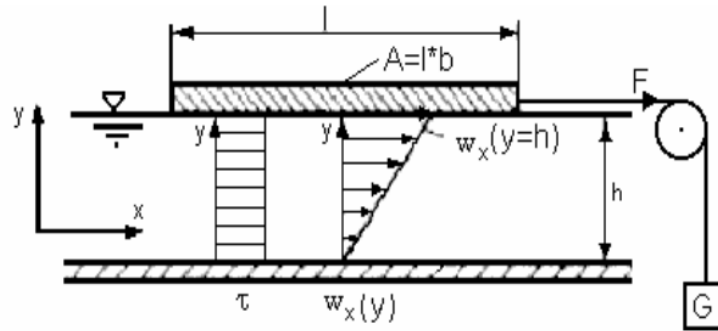


Abbildung 25: Einfache Scherströmung [49]

Wird nur die Strecke w_x nach der Höhe der Flüssigkeit h abgeleitet, erhält man die Schergeschwindigkeit. Scher- und Schubspannung ergeben sich wie unten dargestellt. Die Viskosität stellt somit den Proportionalitätsfaktor zwischen Schubspannung und Schergeschwindigkeit dar.

Schergeschwindigkeit:

$$\dot{\gamma} = \frac{dw_x}{dy} = \frac{w_x}{h}$$

Scher- oder Schubspannung:

$$\tau = \frac{F_t}{A}$$

$$\tau = \eta \dot{\gamma}$$

η ...dynamische (Scher-)Viskosität in Pa s

Abbildung 26: Schergeschwindigkeit, Scher- und Schubspannung, dynamische Viskosität [49]

Parallel zur Dichte (vgl. Abbildung 22), ändert sich während der Härtung auch die Viskosität des Harzes. Je höher die Viskosität, desto höher der Fließwiderstand, desto schwieriger in der Regel die Verarbeitung. Der Verlauf der Viskosität bzw. das Einstellen der Prozessparameter auf eine veränderliche Viskosität stellt den wesentlichen Faktor für eine defektfreie und homogene Tränkung dar, welche für die Herstellung von Qualitätsverbundwerkstoffen Voraussetzung ist [50]. Abbildung 27 zeigt den Verlauf der Viskosität bei isothermer Aushärtung bei unterschiedlichen Temperaturen bei Versuchen mit Epoxidharzen, welche mit einem Amin gehärtet wurden[51].

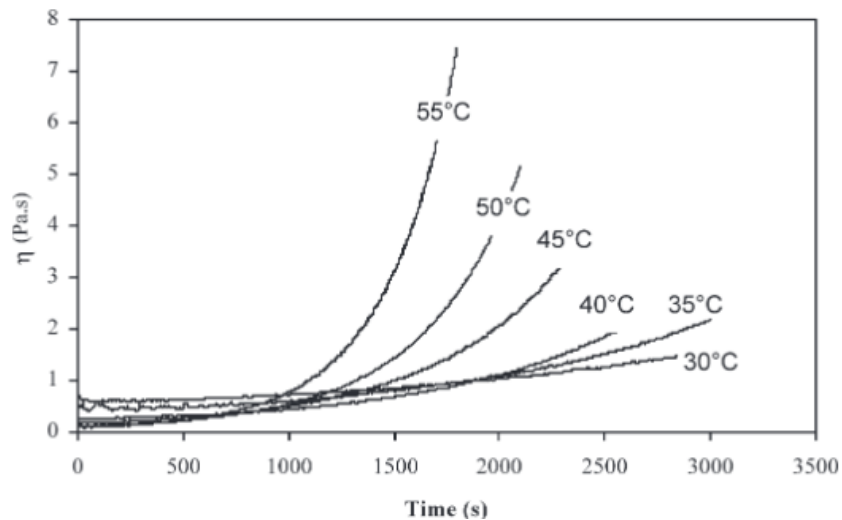


Abbildung 27: Viskositätsverlauf bei isothermer Aushärtung von Epoxidharz mit einem Amin bei einer Scherrate von 5s^{-1} [51]

Mit steigender Aushärtetemperatur nimmt der Viskositätsanstieg zu und die Aushärtung setzt früher ein. Daraus folgt, dass eine hohe Aufheizrate zwar die Viskosität zu Beginn der Aushärtung erniedrigt, die Aushärtung jedoch früher einsetzen lässt und somit das Verarbeitungsfenster verkürzt [52].

3 Experimentelles

3.1 Verwendete Abkürzungen

AGS...	Außenglimmschutz
DGEBA...	Bisphenol-A-diglycidylether
FT-IR...	Fourier-Transform-Infrarotspektroskopie
IPS...	Innenpotentialsteuerung
MHHPA...	Methylhexahydrophthalsäureanhydrid
PC...	Polycarbonat
PET...	Polyethylenterephthalat
PMMA...	Polymethylmethacrylat
RT...	Raumtemperatur

3.2 Verwendete Geräte

3.2.1 Vakuumtrockenschrank und Anlage

Abbildung 28 zeigt den verwendeten Vakuumtrockenschrank der Firma Thermo Scientific.



Abbildung 28: Vakuumtrockenschrank

Das Vakuum wird durch die Vakuumpumpe der Firma ILMVAC erzeugt. Der Vakuumtrockenschrank ist über eine Kühlfalle mit der Vakuumpumpe, wie in Abbildung 29

gezeigt, verbunden. Mit Hilfe eines Vakuumreglers kann der Druck von 0,1 mbar bis Normaldruck eingestellt werden.



Abbildung 29: Vakuumpumpe, Vakuumregler und Kühlfalle

Vakuumentrockenschrank: Thermo Scientific VT 6130 M-BL

Vakuumregler: vacuubrand CVC 3000

Vakuumpumpe: ILMVAC 322004

In Abbildung 30 ist die Rückseite des Vakuumentrockenschrankes mit allen Anschlüssen zu sehen. Die beiden aus der Mitte herausragenden Anschlüsse sind über ein Tülle und einen Flansch mit dem Innenraum des Vakuumentrockenschrankes verbunden. Es wurde nur einer der beiden Anschlüsse zum Einspeisen des Tränkeharzes mithilfe eines Drei-Wege-Ventils verwendet. Der zweite Anschluss ist mit einem Zwei-Wege-Ventil verriegelt. Der transparente Schlauch verbindet den Trockenschrank über die Kühlfalle mit der Vakuumpumpe. Der sich im rechten oberen Eck befindliche orange Schlauch dient als zusätzlicher Anschluss und wurde bei den Versuchen zum Regulieren des Vakuums verwendet. Der Schlauch ist mit einem Zwei-Wege-Ventil versehen.

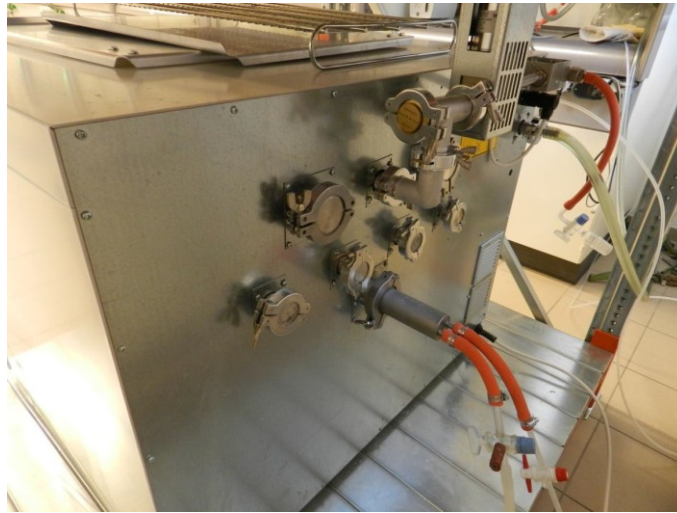


Abbildung 30: Rückseite des Vakuumtrockenschanks

3.2.2 Rheometer

Für die durchgeführten Viskositätsmessungen wurde ein Rheometer der Firma Anton Paar der Type Physica® MCR 501 verwendet. Es wurde laut den Prüfvorschriften von Andritz Hydro [53] gemessen. Es wurde eine Kegel-Plattanordnung als Messanordnung gewählt, wobei der Kegel einen Durchmesser von 50mm und einen Winkel von 1° aufwies.

3.2.3 FTIR-Spektrometer

Für die Kinetikmessungen der Harzgelierung wurde das FT-IR-Spektrometer Vertex 70 der Firma Bruker eingesetzt. Die Auswertung erfolgte mittels der Software OPUS® und wurde mit Microsoft® Excel 2007 weiterverarbeitet.

3.2.4 Lichtmikroskop

Zur Untersuchung der Oberfläche wurde ein Mikroskop der Type BX51 der Firma Olympus® eingesetzt.

3.3 Verwendete Substanzen

3.3.1 Tränkharz

Das bei den Versuchen verwendete Tränkharz setzt sich aus 1 Teil DGEBA und 1 Teil MHPA zusammen wobei für ausgewählte Untersuchungen 0,13 Teile Zinknaphthenat eingemischt worden sind.

3.3.1.1 Bisphenol-A-diglycidylether - DGEBA

Bisphenol-A-diglycidylether (siehe Abbildung 15) ist eine zähe, transparente bis leicht gelbliche Flüssigkeit mit charakteristischem Geruch. Der Schmelzpunkt liegt bei 8-12°C und bei einer Temperatur von 25°C liegt die Dichte bei 1,16 g/cm³ [54].

3.3.1.2 Methylhexahydrophthalsäureanhydrid - MHHPA

Zum Härten des Epoxidharzes wurde Methyl-Hexahydrophthalsäureanhydrid verwendet. Der Siedepunkt liegt bei einem Druck von 760 mmHg bei 358°C und bei 1mmHg bei 119-121°C [55].

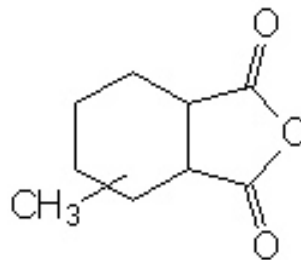


Abbildung 31: Methylhexahydrophthalsäureanhydrid

3.3.1.3 Zinknaphthenat

Als Beschleuniger für die Härtung des Epoxidharzes mit dem MHHPA diente das auf den Glimmer-, AGS- und IPS-Bändern befindliche Zinknaphthenat.

3.3.2 Rhodamin B

Rhodamin B liegt in Reinform als grünliches Pulver vor, färbt sich aber violett-rot sobald es in Wasser gelöst wird.

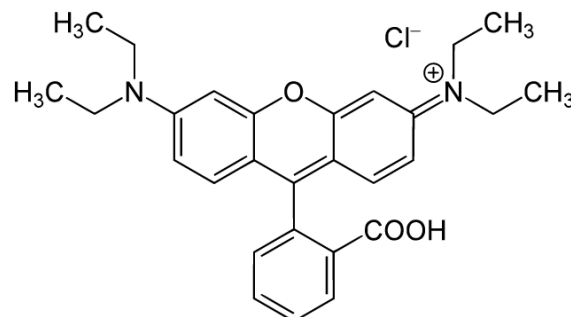


Abbildung 32: Rhodamin B

3.3.3 Baysilon® M

Baysilon® M ist ein niedermolekulares Methylpolysiloxan. Es ist eine klare, farblose Flüssigkeit. Bei den Versuchen wurde es in Feinbenzin gelöst und als Trennmittel eingesetzt.

3.3.4 Trennfolie

Bei der Trennfolie handelt es sich um ein 5 cm breites PET-Band, welches in Abständen von 10 cm gelocht ist.

3.3.5 Glimmerband

Funktion und Aufbau des Glimmerbands sind bereits in 2.1.1 beschrieben. Das für diese Arbeiten verwendete Glimmerband trägt die Bezeichnung Micamat und wird von der Firma Von Roll® produziert

3.3.6 Innenpotentialsteuerung

Die hier verwendete Innenpotentialsteuerung stammt von der Firma Krempel® und trägt die Bezeichnung 03 EFR 13 AA. Als Trägermaterial wird hier fadenverstärktes PET-Vlies eingesetzt, auf dem sich die leitenden Rußpartikel befinden. Es weist einen Oberflächenwiderstand von 1000-2000 Ω/m^2 auf.

3.3.7 Außenglimmschutz

Es wurden zwei verschiedene AGS-Typen der Firma Krempel® verwendet; 10GGR 31AA“S“ („Glas-AGS“) und 04 HGR 30 AA („Hybrid-AGS“). 10GGR 31AA“S“ besitzt ausschließlich Glas als Trägermaterial und kann einen Oberflächenwiderstand von 400-1000 Ω/m^2 . 04 HGR 30 AA nutzt ein Hybridgewebe als Trägermaterial.

Weiters wurde das AGS-Band Contafel der Firma Isovolta® untersucht.

3.4 Charakterisierung des Eindringverhaltens des Tränkharzes in den Isolationsverbund

3.4.1 Versuchsaufbau und Herstellung der Modellisolation

Der Vakuumtrockenschrank wurde im Rahmen dieser vorliegenden Arbeit als Leihgabe der Andritz Hydro zur Verfügung gestellt und für die Versuche in Betrieb genommen. Nachdem einige Adaptierungen vorgenommen wurden, konnte der Trockenschrank sowohl im Vakuumbereich als auch ohne angelegtes Vakuum beheizt werden, wobei ein Vakuum von $< 0,1$ mbar erreicht wurde.

Mithilfe des Trockenschrankes sollte der industrielle Tränkungsprozess (VPI-Prozess) der Statorstäbe simuliert werden und durch das Sichtfenster der Verlauf der Tränkung verfolgt werden. Hierbei ist aber zu berücksichtigen, dass nur die Vakuumphase bis zum Erreichen des Normaldrucks an den großtechnischen Tränkprozess angepasst worden ist, da die anschließende Druckphase im Vakuumtrockenschrank nicht mehr durchgeführt werden kann. Die Geometrie des Roebelstab wurde durch eine rechteckige Pressvorrichtung simuliert. Entsprechend der in Abbildung 33 und Abbildung 34 dargestellten Skizzen wurden eine Platte und ein Rahmen aus einer glasfaserverstärkte Harzplatte gefertigt, welche mithilfe von Schrauben durch die seitlichen Bohrungen zusammengepresst werden kann.

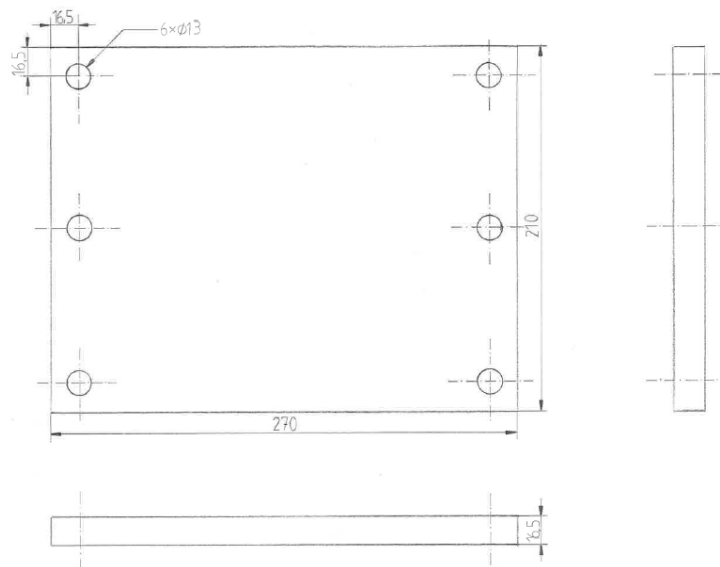


Abbildung 33: Fertigungsskizze – Pressvorrichtung Unterseite

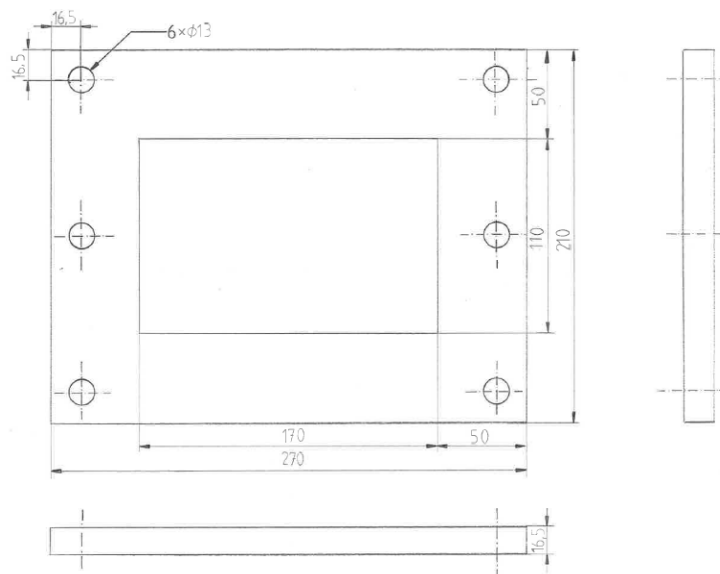


Abbildung 34: Fertigungsskizze – Pressvorrichtung Oberseite

Diese Modellpressvorrichtung diente zur Herstellung eines Isolationsverbund der dem Roebelstab zwar nicht ähnelt, aber die Möglichkeit bietet, die Tränkung des Isolationsverbunds und somit das Voranschreiten der Fließfront zu beobachten. Die Platte soll den Kupferkern des Stabs darstellen um den die Glimmerbandlagen der Hauptisolierung gewickelt werden. Entsprechend der Dicke der Hauptisolierung von 3 mm der Roebelstäbe und der Dicke der Sichtfensterplatte, wurden Stege mit derselben Höhen zwischen Platte und Rahmen der Pressvorrichtung angebracht, um den Abstand zwischen den Bauteilen und somit die Höhe der Wicklung zu definieren. Bei einer Verpressung der Hauptisolierung auf 3 mm Dicke werden 13 Glimmerbandlagen halbüberlappt gewickelt. Abbildung 35 zeigt den Querschnitt der Modellpressvorrichtung.

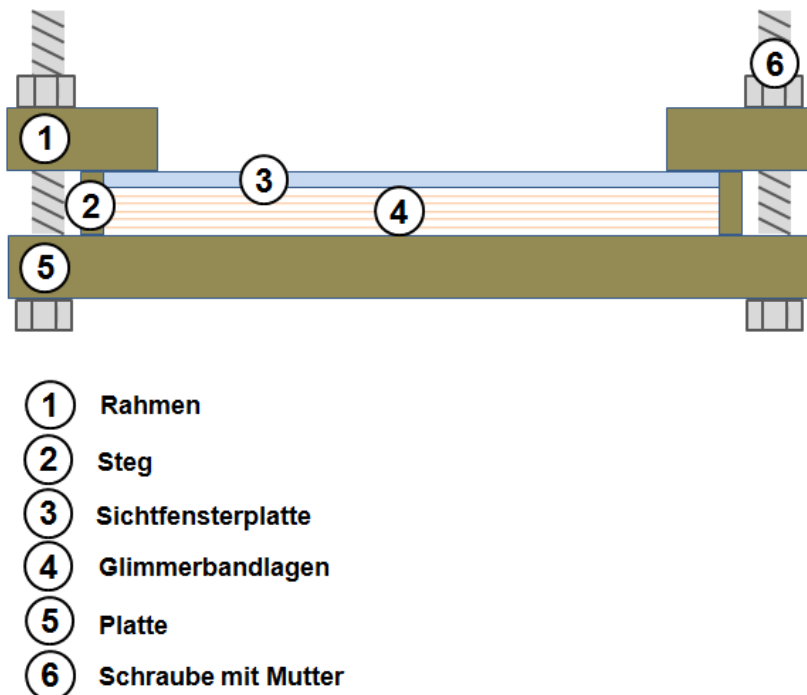


Abbildung 35: Querschnitt der Modellpressvorrichtung

In einem ersten Schritt wurden Platte, Rahmen, Schrauben und Sichtfensterplatte mit Baysilon® als Trennmittel zweimal eingestrichen. Nach 1 h wurde über die im Schraubstock eingespannte Platte eine Lage der Trennfolie gewickelt, welche auch im großtechnischen Prozess eingesetzt wird. Danach folgten 13 halbüberlappte Lagen des Glimmerbandes.

Darauffolgend wurde auf die gewickelten Glimmerbandlagen eine transparente Platte gelegt (Glas oder Kunststoff), welche einerseits die Sicht auf die Fließfront des Harzes während der Tränkung ermöglichte und gleichzeitig den Druck, der über die Schrauben auf den Rahmen gebracht wird, gleichmäßig auch auf die Wicklung verteilte. Der Rahmen wurde mithilfe von 4 Schrauben fixiert. Das Glimmerband, welches zu diesem Zeitpunkt noch die gesamte Platte umgab, wurde flüchtig und parallel zur langen Kante der Pressvorrichtung abgeschnitten. Abbildung 36 zeigt den fertigen Versuchskörper links im Bild. Nach einer Trocknung des Isolationsverbunds für ca. 15 h bei 55°C wurde er in einer Kunststoffwanne auf zwei

Holzklötzen positioniert und der Harzeinlassschlauch, der während der Tränkung mit dem Harzkanister verbunden ist, in die Kunststoffwanne gelegt.

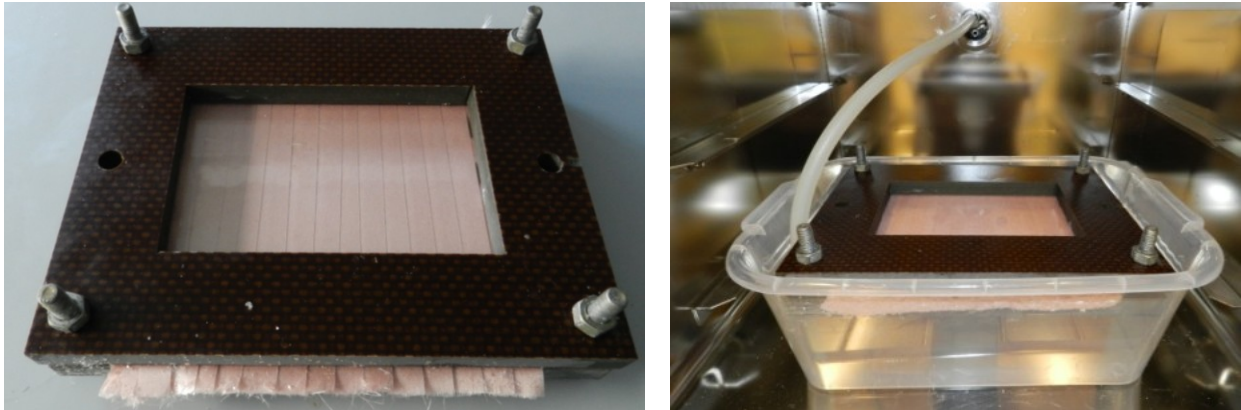


Abbildung 36: Modellisolation nach der Wicklung (links) und Modellisolation im Vakuumtrockenschrank vor Tränkung (rechts)

3.4.2 Tränkung im Vakuumtrockenschrank

Die Modellisolation wurde vor der Tränkung für ca. 15h bei 55°C getrocknet, da das Glimmerband hygroskopische Eigenschaften aufweist. Die Harzmischung wurde im Vorfeld hergestellt wobei DGEBA und Phtalsäureanhydrid im Gewichtsverhältnis von 1:1 eingewogen wurden und die Mischung für etwa 5h bei Raumtemperatur gerührt wurde. Vor der Imprägnierung wurde die Harzmischung erwärmt (55°C bei Neuharz und 60°C bei Altharz) und die Modellisolation im vortemperierten (55°C bei Neuharz und 60°C bei Altharz) Vakuumtrockenschrank positioniert (siehe Abbildung 36).

Anschließend wurde mit der Vakuumphase gestartet und der Druck im Vakuumtrockenschrank auf unter 0,1 mbar gesenkt und für 30 min gehalten. Das 3-Wege-Ventil des Schlauchs für die Harzeinleitung war während der Vakuumphase verriegelt. Nach der Vakuumphase erfolgt die Einleitung des vortemperierten Harzgemisches. Die Harzeinspeisung wurde gestoppt sobald sich ein Harzüberstand von ca. 1 cm über der oberen Kante der Modellpressvorrichtung eingestellt hat. In Anlehnung an den großtechnischen Prozess bei Andritz Hydro wurde nach der Einspeisung eine Harzberuhigungsphase von 30 min bei einem Druck von $< 0,1$ mbar eingehalten. Die Harzberuhigungsphase diente vorrangig zur Entfernung von unerwünschten Luftblasen. Anschließend wurde der Druck in 100 mbar-Schritten erhöht und zwischen den Schritten wurde der Druck für 2 min gehalten. Der Versuchskörper wurde 15 min nach Erreichen des Normaldrucks aus dem Vakuumtrockenschrank genommen. Tabelle 1 zeigt den zeitlichen Verlauf der Tränkung.

Tabelle 1: Zeitlicher Verlauf der Tränkung

Tränkphase	Dauer [min]
Harzeinspeisung	Ca. 3
Harzberuhigungsphase	30
Druckphase beginnt – Erhöhung auf 100 mbar	2
Erhöhung auf 200 mbar	2
...	14
(Erhöhung um jeweils weitere 100 mbar bis Normaldruck erreicht)	
Normaldruck	15

In Anlehnung an den industriellen Tränkungsprozess wurden nach einigen Versuchsdurchgängen folgende Standardtränkungsparameter festgelegt, die in Tabelle 2 dargestellt sind.

Tabelle 2: Vergleich der Tränkungsparameter aus Industrie und hier durchgeführten Versuchen

	Industrie	Versuche für Masterarbeit
Trocknung Roebelstab/Versuchskörper	6h bei 55°C	Ca. 15 h bei 55°C
Harztemperatur		
Neuharz	55°C	55°C
Altharz	60°C	65°C
Vakuum	0,2 mbar	< 1 mbar
Harzberuhigungsphase	30 min	30 min
Druckphase	Schrittweise Erhöhung von 0,2 mbar auf 6 bar	Schrittweise Erhöhung von < 0,1 auf 960 mbar (siehe Tabelle 1)
Aushärtungstemperatur	140°C	70°C bzw. 140°C

3.4.3 Durchgeführte Versuche

Tabelle 3 zeigt alle im Rahmen dieser Diplomarbeit durchgeführten Tränkungsversuche.

Tabelle 3: Zusammenfassung der Tränkungsversuche

Versuch	T Versuchskörper [°C]	T Harz [°C]	T Schrank [°C]	Vakuum [mbar]	Aushärtung [°C]	Anmerkung
Rhodamin	65	65	RT	13	---	Harz wurde mit Rhodamin B eingefärbt, hoch viskoses Altharz
1	65	65	RT	13	---	---
2	70	70	RT	16	---	---
Trennfolie	65	55	RT	21	---	Glasplatte mit Rhodamin B bestrichen
3	65	65	RT	22,2	---	Glimmerbandlagen seitlich nicht abgeschnitten
4	50	50	RT	25,2	---	
5	60	60	RT	26,3	---	---
6	70	70	RT	0,1	---	Dichtheit gegeben – Vakuum von 0,1 erreicht
Gelocht1	55	55	55	0,1	---	Löcher ohne Blech gestanzt Scheibe beschlägt
Gelocht2	55	55	55	1,5	70°C	PMMA-Platte
Gelocht3	55	55	55	1,2	140°C	Glasplatte
Gelocht4	55	55	55	<0,1	140°C	zweimal Lochreihen Glasplatte
Gelocht5	55	55	55	<0,1	140°C	30 min Entgasung
Gelocht6	55	55	55	<0,1	140°C	210 min Entgasung
Gelocht7	55	55	55	<0,1	140°C	Einfluss Baysilon eingetrennte Scheibe – unpolare Oberfläche
Gelocht8	55	55	55	<0,1	140°C	Einfluss Baysilon nicht eingetrennte Scheibe - polare Oberfläche

Versuch	T Versuchskörper [°C]	T Harz [°C]	T Schrank [°C]	Vakuum [mbar]	Aushärtung [°C]	Anmerkung
Perforierte- Platte1	55	55	55	<0,1	---	Perforierte PMMA-Platte mit Standardtrennfolienlöcher 13 Lagen Glimmerband
Perforierte- Platte2	55	55	55	<0,1	---	12 x Glimmerband 1 x IPS 1 Glas-AGS
Perforierte- Platte3	55	55	55	<0,1	---	12 x Glimmerband 1 x IPS 1 x Hybrid-AGS
Perforierte- Platte4	55	55	55	<0,1	---	13 x Glimmerband mit Silicon seitlich abgedichtet, damit Harz nur über perforierte Platte eindringen kann Tränkung in Laborautoklaven
Metallfrosch¹- Gelocht	55	55	55	<0,1	4 Stunden bei 55°C	IR-Untersuchung von verschiedenen Stellen im Verbund
Perforierte- Platte5	55	55	55	<0,1	---	Analog zu perforiertesplatte4 danach Untersuchung verschiedener Bereiche mittels IR-Spektroskopie
Perforierte- Platte6	55	55	55	<0,1	70°C	Harzausrinnversuch nach Tränkung wurde Frosch mit perforierter Sichtfensterplatte nach unten bei 70°C 12 h lang gelagert danach weitere 48 h bei 70°C mit Sichtfensterplatte nach oben (Harz kann nicht mehr ausrinnen)

Versuch	T Versuchskörper [°C]	T Harz [°C]	T Schrank [°C]	Vakuum [mbar]	Aushärtung [°C]	Anmerkung
Perforierte- Platte7	55	55	55	<0,1	140	Harzausrinnversuch Perforierte PC-Platte mit Standardtrennfolienlöcher 13 Lagen Glimmerband
Perforierte- Platte8	55	55	55	<0,1	140	Harzausrinnversuch Perforierte PC-Platte mit Standardtrennfolienlöcher 12 x Glimmerband 1 x Hybrid-AGS
Perforierte- Platte9	55	55	55	<0,1	140	Harzausrinnversuch Perforierte PC-Platte mit Standardtrennfolienlöcher ¹ 2 x Glimmerband 1 x IPS 1 x Hybrid-AGS

¹Der Begriff „Metallfrosch“ bezeichnet im Fachjargon den üblichen Versuchskörperaufbau der Modellisolation. Dafür wird im Gegensatz zu der in 3.4.1 beschriebenen Modellisolation, das Glimmerband um einen Metallkern gewickelt. Die gewickelten Glimmerbandlagen werden von zwei Metallplatten eingeschlossen, welche mithilfe von Schrauben fixiert werden. Das Harz kann somit ebenfalls über die Spalte zwischen den Harzplatten eindringen.

3.4.4 Untersuchung der wesentlichen Einflussgrößen auf die Tränkqualität

Bis Versuch „6“ wurden wesentlich Prozessparameter der Trängung variiert und deren Einfluss auf die Tränkqualität untersucht.

Tabelle 4: Versuche zur Untersuchung der wesentlichen Einflussgrößen auf die Tränkqualität

Versuch	T Versuchskörper [°C]	T Harz [°C]	T Schrank [°C]	Vakuum [mbar]	Aushärtung [°C]	Anmerkung
Rhodamin	65	65	RT	13	---	Harz wurde mit Rhodamin eingefärbt hoch viskoses Altharz
1	65	65	RT	13	---	---
2	70	70	RT	16	---	---
3	65	65	RT	22,2	---	Glimmerbandlagen seitlich nicht abgetrennt
4	50	50	RT	25,2	---	
5	60	60	RT	26,3	---	---
6	70	70	RT	0,1	---	Dichtheit gegeben – Vakuum von 0,1 erreicht

Die weiterführenden Experimente wurden zu einem Großteil mit den oben festgelegten Standardparametern getränkt. Diese Versuche werden in den nächsten Abschnitten genauer erläutert. Falls nicht in der Spalte „Anmerkung“ anders angegeben, wurde die Standardmodellisolierung mit 13 halbüberlappt gewickelten Glimmerbandlagen verwendet.

3.4.5 Spezielle Isolationsaufbauten

Zusätzlich zum oben beschriebenen Modellisolationsaufbau von 13 halbüberlappt gewickelten Glimmerbandlagen, wurden unterschiedliche Versuchskörper hergestellt um diverse während der Trängung auftretende Phänomene zu untersuchen.

3.4.5.1 Untersuchung von harzreichen Stellen - Bildung von Gasbläschen

Da es in vorangegangenen Versuchen zur Bildung von Gasbläschen gekommen ist, wurden Versuchskörper hergestellt, die mit Hohlkörpern harzreiche Stellen z.B. in Falten simulieren sollten. Dafür wurden immer die 10. bis 13. und/oder die 4. bis 7. Glimmerbandlagen mit zunehmenden Durchmessern von 2,5mm, 3mm, 4mm und 5mm mithilfe von Stanzeisen gelocht.



Abbildung 37: Versuchskörper mit gelochten Glimmerbandlagen

Diese Modellisolationen wurden nach der Tränkung ausgehärtet um einen möglichen Unterschied der Anzahl der Gasbläschen vor und nach der Aushärtung zu erkennen. Bei der Mehrzahl der Versuche wurden nur die oberen Glimmerbandlagen (Lage 10 bis 13) gestanzt. Wurden jedoch auch die mittleren Lagen (Lage 4 bis 7) gelocht ist dies in Tabelle 5 in der Spalte „Anmerkung“ angegeben. Die harzreichen Stellen in der Mitte des Verbundes sollten die Fragen klären, was die Ursache für die Bildung der Gasbläschen ist, und ob die Bildung der Gasbläschen nur an der Oberfläche oder auch innerhalb des Verbundes auftritt.

Tabelle 5: Versuche mit gelochten Glimmerbandlagen

Versuch	T Versuchskörper [°C]	T Harz [°C]	T Schrank [°C]	Vakuum [mbar]	Aushärtung [°C]	Anmerkung
Gelocht1	55	55	55	0,1	---	1. Versuch unregelmäßiges Stanzen
Gelocht2	55	55	55	1,5	70°C	Regelmäßiges Stanzen PMMA-Platte
Gelocht3	55	55	55	1,2	140°C	Glasplatte
Gelocht4	55	55	55	<0,1	140°C	Lochreihen in 4.- 7. und 10.-13. Glimmerbandlage Glasplatte
Gelocht5	55	55	55	<0,1	140°C	30 min Entgasung
Gelocht6	55	55	55	<0,1	140°C	210 min Entgasung
Gelocht7	55	55	55	<0,1	140°C	Einfluss Baysilon eingetrennte Scheibe – unpolare Oberfläche
Gelocht8	55	55	55	<0,1	140°C	Einfluss Baysilon nicht eingetrennte Scheibe, polare Oberfläche
Metallfrosch gelocht¹	55	55	55	<0,1	4 Stunden bei 55°C	IR-Untersuchung von verschiedenen Stellen im Verbund

¹Für „Metallfrosch“ siehe Erklärung S. 37

3.4.5.2 Einfluss Trennfolie – Perforierte Sichtfensterplatte

Da während der Tränkung auch über die Löcher der Trennfolie das Harz in die Wicklung eindringt, wurden zwei Trennfolien mit unterschiedlichem Lochabstand aber gleichen Lochdurchmesser untersucht (Versuch „Trennfolie“). Die letzte Lage des Versuchskörpers wurde halbflächig mit der Standardtrennfolie und die andere Hälfte mit einer in engeren Abständen perforierten Trennfolie gewickelt. Zusätzlich wurde die Sichtfensterplatte mit Rhodamin B angestrichen um das Harzeindringen verfolgen zu können.

Um die Tränkung über die Trennfolienlöcher tiefergehend zu untersuchen wurden perforierte Sichtfensterplatten aus PMMA hergestellt, wobei der Lochabstand jenen der Standardtrennfolien entspricht. Abbildung 38 zeigt den Versuchskörper mit perforierter Sichtfensterplatte und einer Standardwicklung mit 13 halbüberlappten Glimmerbandlagen.

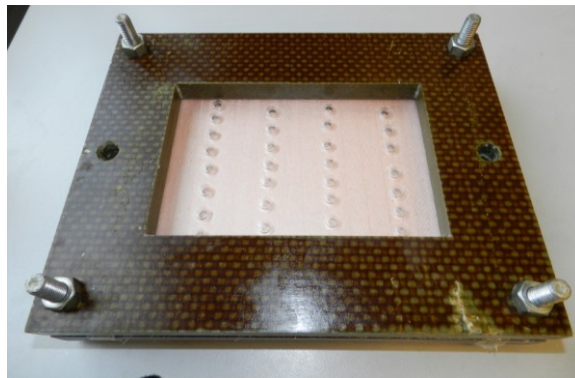


Abbildung 38: Perforierte Sichtfensterplatte

Der Harzschlauch wurde für die Tränkung auf dem Rahmen fixiert, damit das Harz nur über die Löcher in der Sichtfensterplatte in den Isolationsverbund eindringen konnte. In Abbildung 39 ist der Versuchsaufbau im Vakuumtrockenschrank mit einem Versuchskörper, der als letzte beide Lagen IPS und Glas-AGS aufweist dargestellt.

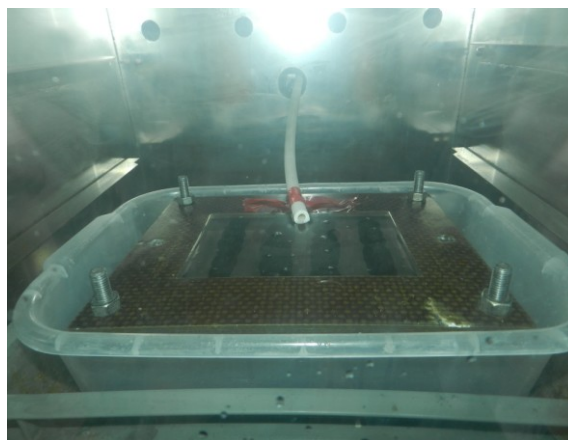


Abbildung 39: Versuchsaufbau mit perforierter Platte

Tabelle 6: Untersuchung des Trennfolieneinflusses

Versuch	T Versuchskörper [°C]	T Harz [°C]	T Schrank [°C]	Vakuum [mbar]	Aushärtung [°C]	Anmerkung
Trennfolie	65	55	RT	21	---	Glasplatte mit Rhodamin B bestrichen
Perforierte- Platte1	55	55	55	<0,1	---	Perforierte PMMA-Platte mit Standardtrennfolienlöcher 13 Lagen Glimmerband
Perforierte- Platte2	55	55	55	<0,1	---	12 x Glimmerband 1 x IPS 1 x Glas-AGS
Perforierte- Platte3	55	55	55	<0,1	---	12 x Glimmerband 1 x IPS 1 x Hybrid-AGS
Perforierte- Platte4	55	55	55	<0,1	---	13 x Glimmerband mit Silicon seitlich abgedichtet, damit Harz nur über perforierte Platte eindringen kann Tränkung in Laborautoklaven
Perforierte- Platte5	55	55	55	<0,1	---	Analog zu perforierte-platte4 Untersuchung verschiedener Bereiche mittels IR-Spektroskopie
Perforierte- Platte6	55	55	55	<0,1	70°C	Harzausrinnversuch, nach Tränkung wurde Frosch mit perforierter Sichtfensterplatte nach unten bei 70°C 12 h lang gelagert danach weitere 48 h bei 70°C mit Sichtfensterplatte nach oben (Harz kann nicht mehr ausrinnen)

3.4.6 Untersuchung der Tränkqualität nach der Tränkung bzw. Härtung

Wurde der Versuchskörper nach der Tränkung nicht ausgehärtet, wurde die imprägnierte Wicklung lagenweise optisch begutachtet und Lage und Anzahl von trockenen Stellen untersucht. Dies betraf größtenteils die Tränkungen bis Versuch „6“ und jene mit perforierter Sichtfensterplatte.

Neben der optischen Begutachtung wurden auch Harzproben an definierten Stellen des Isolationsverbunds für FTIR-Untersuchungen entnommen. Für Viskositätsuntersuchungen war die Harzmenge im imprägnierten Isolationsverbund jedoch zu gering.

Bei den Versuchen mit gelochten Glimmerbandlagen wurde beinahe nach jeder Tränkung ausgehärtet und der gehärtete Versuchskörper danach die Tränkqualität empirisch beurteilt oder mithilfe eines Lichtmikroskops auf Fehlstellen an der Oberfläche oder im Verbund untersucht. Bei der Untersuchung der Gasbläschen wurde ein Vergleich zwischen Anzahl und Lage dieser vor und nach der Tränkung durchgeführt.

3.5 Charakterisierungsmethoden zur quantitativen Bestimmung des Geliervorgangs

3.5.1 FT-IR-Messungen zur Untersuchung der Aushärtungskinetik

Da die in Statorstäben eingesetzte Hochspannungsisolation aus verschiedenen Bandmaterialien aufgebaut ist und die damit verbundenen sich unterscheidenden Reaktivitäten einen Einfluss auf die Aushärtegeschwindigkeit und somit die Viskosität des Tränkharzes haben, wurde die Gelierung der Harzsysteme in Abhängigkeit dieser unterschiedlichen Materialien untersucht. Die Glimmer-, AGS- und IPS-Bänder unterscheiden sich in ihrer Oberflächenbeschaffenheit und Beschleunigerkonzentration, nicht zuletzt, weil sie zum Teil von verschiedenen Herstellern erzeugt werden.

Mittels Infrarotspektroskopie wurde die Härtungskinetik des Tränkharzes auf ausgewählten Bandmaterialien bei unterschiedlichen Temperaturen untersucht. Zur Auswertung der voranschreitenden Vernetzung wurde die Peakfläche der Esterbande in Absorbance-Modus bei 1736 cm^{-1} herangezogen. Als Referenzpeak zur Normierung der Schichtdicke diente die CH_2 -Bande bei einer Wellenzahl von ca. 2860 cm^{-1} . Das Verhältnis der Peakfläche (1736 cm^{-1}) zur Peakfläche (2860 cm^{-1}) wurde errechnet, und das Maß für die Umsetzung herangezogen. Im folgenden wird dieses Verhältnis als „normierte C=O Peakfläche“ bezeichnet. Das Harz-/Härtergemisch wurde auf den in Tabelle 7 angeführten Materialien mit einem definierten Volumen von $0,05\text{ mL/cm}^2$ aufgebracht und bei unterschiedlichen Temperaturen im Trockenschrank gelagert. Bei den Versuchen „Reaktivität1“ bis „Reaktivität5“ wurden drei Bandlagen (wahlweise Glimmerband oder AGS-Bandtypen) in der Größe von $7,5\text{ cm} \times 2,5\text{ cm}$ übereinander gestapelt und jede Lage mit demselben definierten Harzvolumen von $0,05\text{ mL/cm}^2$ versehen. In Abbildung 40 ist der Aufbau dieser Versuchsreihe skizziert.

Nach 1h, 2h, 3h, 4h, 5h und 13 h wurde die Harzmischung zwischen den Bandlagen mit einem Spatel herausgekratzt, auf ein CaF_2 -Plättchen appliziert und im Transmissionsmodus gemessen.

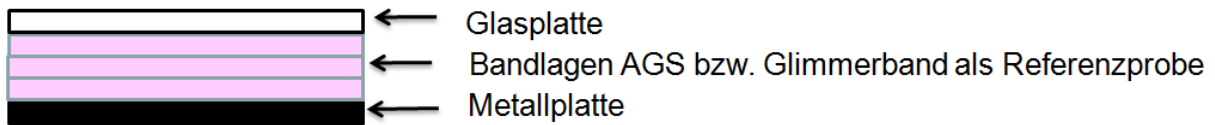


Abbildung 40: Versuchsaufbau für die Bestimmung der Aushärtungskinetik

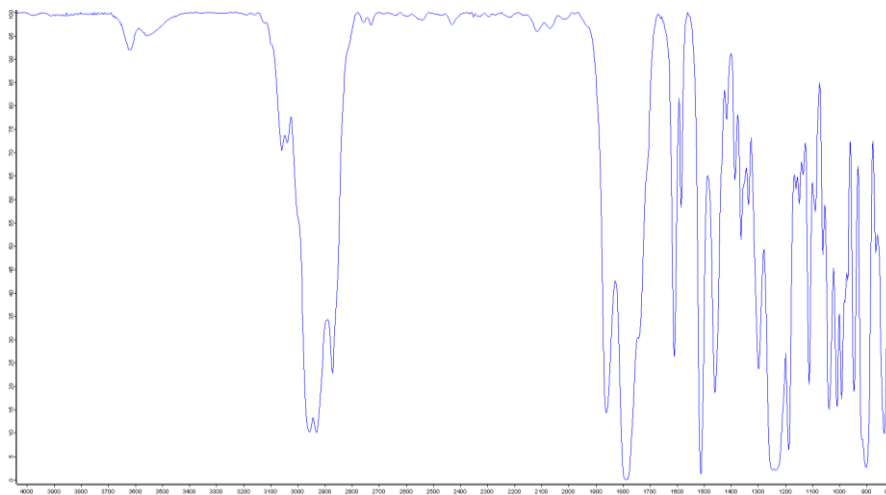


Abbildung 41: FT-IR Spektrum des verwendeten DGEBA-MHHPA-Harzsystems (vor der Härtung)

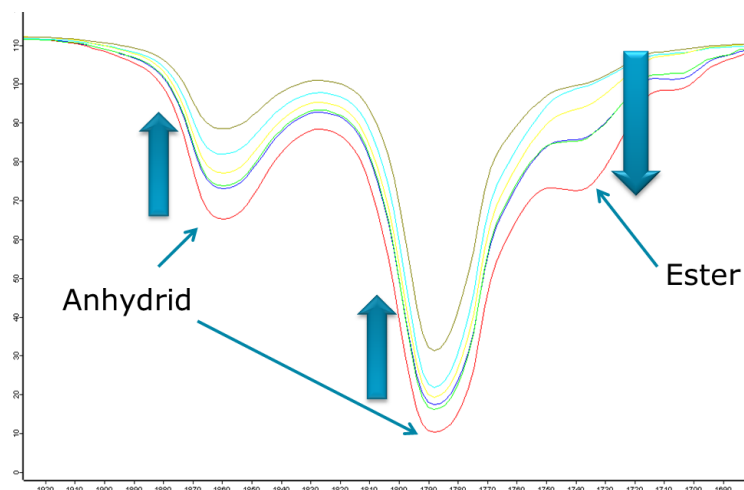


Abbildung 42: Bildung der Esterbande und Abnahme der Anhydridbanden infolge der Harzgelierung bzw. Harzvorvernetzung im DGEBA-MHHPA Harzsystem

3.5.2 Korrelation der FT-IR-Messungen mit Viskositätsuntersuchungen

In weiterführenden Arbeiten wurden die Ergebnisse der FT-IR-Spektroskopie mit Viskositätsuntersuchungen korreliert. Zur Abklärung der Fragestellung, ob eine Korrelation zwischen dem im FT-IR ermittelten Grad der Umsetzung und der Viskosität des Harzsystems existiert, wurde ein Vorversuch durchgeführt. Von Andritz Hydro wurden Harzproben (DGEBA/MHHPA) mit unterschiedlicher Viskosität zur Verfügung gestellt (Vergleiche Tabelle 7 - Versuch „Andritz Harze“) und mittels FTIR untersucht. Die Viskosität und die Zunahme der Esterbande wurden erfolgreich korreliert und basierend auf diesen Untersuchungen wurden weiterführende Experimente durchgeführt. Für diese Versuche wurde ein großflächiges Glimmerbandmaterial verwendet, um eine ausreichende Harzmenge von ca. 2 mL für Viskositätsmessungen zu erhalten. Es wurden 5 Lagen Glimmerbandmaterial mit den Abmessungen 30 cm x 7,5 cm übereinander gestapelt und mit einer Glasplatte abgedeckt um das Verdampfen des Anhydrids während der Lagerung bei erhöhter Temperatur zu vermeiden. Nach den oben angeführten Lagerungszeiten wurde der Mehrlagenaufbau dem Trockenschrank entnommen. Das Harz zwischen den Glimmerbandlagen wurde mithilfe einer Spachtel dem Mehrlagenaufbau entnommen und in Probengefäßen aus Glas (ermöglichte den Vergleich der Farbintensität) für nachfolgende FTIR-Untersuchungen und Viskositätsmessungen gesammelt.

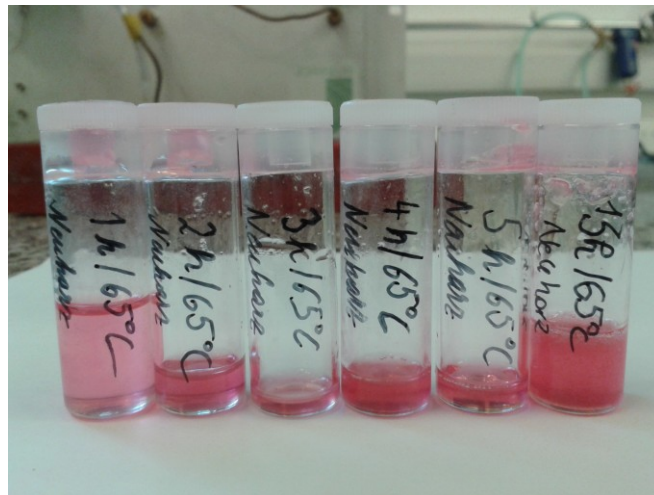


Abbildung 43: Gesammeltes Harz aus Mehrlagenaufbau für Viskositäts- und IR-Messungen

Tabelle 7: Versuche zur Aushärtungskinetik des Harzsystems

Versuch	Material	Temperatur [°C]	Anmerkung
Andritz Harze	Reines Harz	---	Überprüfung ob Korrelation mit Viskosität gegeben ist
Altharz	Flächiges Glimmermaterial, Isovolta	55	Viskositäts- messungen
Neuharz1	Flächiges Glimmermaterial, Isovolta	55	Viskositäts- messungen
Neuharz2	Flächiges Glimmermaterial, Isovolta	65	Viskositäts- messungen
Reaktivität1	Glimmerband, VonRoll	55	---
Reaktivität2	03 EFR 13 AA, Krempel	55	---
Reaktivität3	10GGR 31AA S, Krempel	55	---
Reaktivität4	04 HGR 30, Krempel	55	---
Reaktivität5	Contafel 0865, Isovolta	55	---
Reaktivität6	10 GGR 400 Ohm, Krempel	55	---
Reaktivität7	Contaglass 4300, Isovolta	55	---
Reaktivität8	100 GGR 2000-3000 Ohm, Krempel	55	---
Reaktivität9	05 GGR 40KS, Krempel	55	---
Reaktivität10	05 GGR 32AA 500 Ohm, Krempel	55	---
Reaktivität11	Contafel 2716, Isovolta	55	---

3.6 Untersuchung von Schlüsselparametern für eine mögliche Bildung von Fehlstellen im Isolationsverbund

3.6.1 Ausschwemmen von Zinknaphthenat

Der bereits in 3.4.5.2 beschriebene Versuch mit perforierter Sichtfensterplatte wurde in weiterer Folge dazu verwendet, um ein Ausschwemmen des Beschleunigers Zinknaphthenat hervorzurufen. Dazu wurden beim Versuch „Perforierteplatte5“ (siehe Tabelle 6) nach einer Trängung im Autoklaven an unterschiedlichen Stellen im getränkten Verbund geringe Harzproben entnommen. Anschließend wurden IR-Messungen durchgeführt, um einen möglichen Unterschied im Gelierungsgrad des Harzes festzustellen, was auf eine Migration des sich auf dem Glimmerband befindlichen Beschleunigers hindeuten würde. Dazu wurden die Bereiche direkt unter den Löchern der Sichtfensterplatte (rote Umrandung), jene in den Überlappungen der Glimmerbandlagen (gelbe Umrandung) und seitlich im Verbund (blaue Umrandung) als Referenz untersucht.

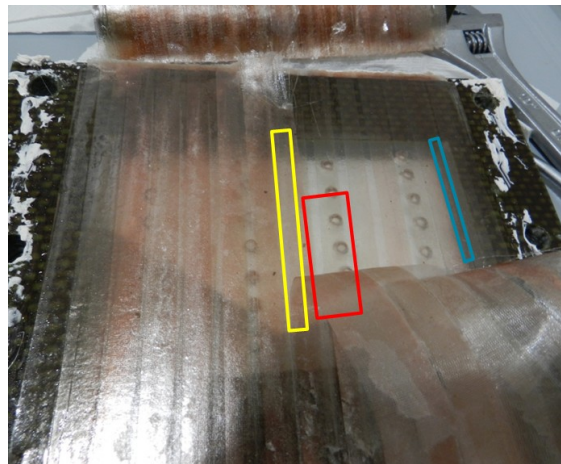


Abbildung 44: Bereiche für Probenentnahme bei Versuch „Perforierteplatte6“

3.6.2 Aushärten von harzreichen Stellen

Wie in 3.4.5.1 angeführt, wurde der Aushärtungsgrad einer getränkten Modellisolierung mit gelochten Glimmerbandlagen nach 4-stündiger Aushärtung bei 55 °C an verschiedenen Stellen auf den Vorvernetzungsgrad untersucht (Versuch „metallfrosch“). Mithilfe von IR-Untersuchungen wurden die unterschiedlichen Gelierungsgrade festgestellt.

3.6.3 Ausrinnen des Tränkhharzes während der Härtung

Da zu Beginn der Aushärtung das Harz noch dieselbe niedrige Viskosität wie während der Trängung besitzt, wurden Versuche zu einem möglichen Ausrinnen des Harzes unmittelbar nach der Trängung durchgeführt. Dazu wurde in einem ersten Schritt der Isolationsverbund nach der Trängung in einer Kunststoffwanne wie in Abbildung 45 senkrecht aufgestellt, um

darin das Harz aufzufangen. Nach 15 min bei RT, wurde der Versuchsaufbau bei 155°C für 5 min in den Trockenschrank gestellt.



Abbildung 45: Versuchsaufbau „Ausrinnversuch I“

Als zweiter Ausrinnversuch wurde der Versuchskörper „perforierte-platte6“ nach der Tränkung, mit der Sichtfensterplatte nach unten gerichtet im Trockenschrank bei 70°C 12 h lang ausgehärtet. Danach wurde er umgedreht und weitere 48 h bei 70°C vollständig ausgehärtet. Der gehärtete Versuchskörper wurde danach optisch begutachtet. Dieser Versuch wurde mit einer perforierten Platte aus Polycarbonat wiederholt und der Verbund für 10h bei 140°C gehärtet.

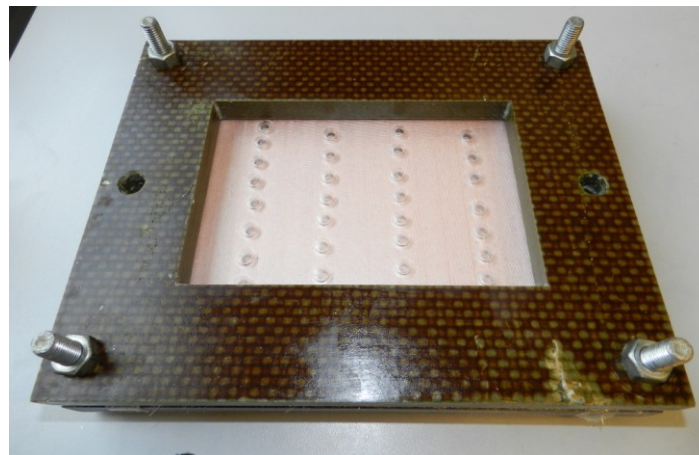


Abbildung 46: Isolationsverbund mit perforierter Sichtfensterplatte aus Polycarbonat für die Untersuchung eines möglichen Ausrinnens des Tränkharzes

4 Ergebnisse und Diskussion

4.1 Untersuchung wesentlicher Einflussgrößen auf die Tränkqualität und die Einströmwege des Tränkharnes

Bei den ersten Tränkversuchen wurde durch den Einsatz von Alt- oder Neuharz, durch Variation der Harztemperatur und unterschiedlichem Endvakuum der Einfluss auf die Tränkqualität untersucht, wobei der Harzzustand (Alt-/Neuharz) und die Harztemperatur durch die einhergehende Veränderung der Viskosität die Tränkqualität beeinflussten. Dafür wurde die für diese Studienarbeit angefertigte Modellisolation gemäß den industriellen Tränkungsparametern mithilfe eines Vakuumtrockenschanks getränkt. Durch das angelegte Vakuum wurde das Tränkharn in den Vakuumtrockenschrank in eine Harzwanne gezogen, in welcher sich die zu tränkende Modellisolation befand. Eine Sichtfensterplatte an der Modellisolation ermöglichte die optische Verfolgung der Harzeindringung und somit den Vergleich bei unterschiedlichen Tränkungsparametern. Alle diesbezüglich durchgeführten Versuche sind in Tabelle 4 detailliert angeführt.

4.1.1 Einfluss des Harzalters

Die ersten beiden Versuche „Rhodamin“ und „1“ sollten zur Gegenüberstellung des Imprägnierverhaltens von hoch viskosem Altharz (> 200 mPas bei 60°C) und nieder viskosem Neuharz (37 mPas bei 60°C) dienen. Das Altharz wurde dafür mit dem Fluoreszenzfarbstoff Rhodamin B eingefärbt, um die optische Verfolgung der Fließfront zu erleichtern. Für den Neuharzversuch wurde auf den Farbstoff verzichtet, da sich bereits im Vorfeld herausgestellt hat, dass die fortschreitende Harzfront auch ohne Einfärbung des Harzes optisch gut verfolgbar ist.

Bei Versuch „Rhodamin“ wurde nur ein kleiner Teil des Isolationsverbunds vom Harz imprägniert.

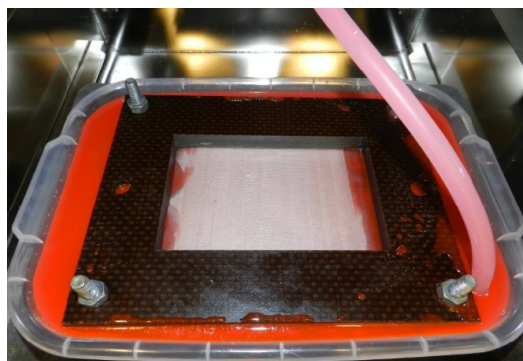


Abbildung 47: Versuchskörper „Rhodamin“ nach Tränkung

Die Harzfront kam wenige Zentimeter vom Versuchskörperrand entfernt bereits zum Stehen. Die hohe Viskosität des Altharzes führte zu einer unvollständigen Durchtränkung und ein Großteil des Verbunds blieb trocken.

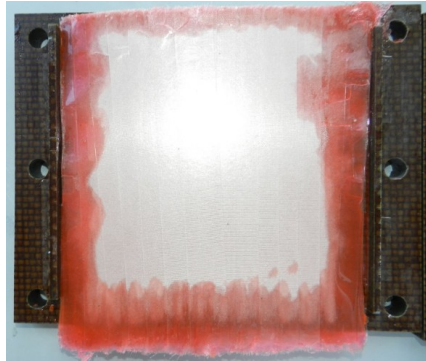


Abbildung 48: Versuchskörper „Rhodamin“ – mittlere Glimmerbandlagen

Die nächste Tränkung (Versuch „1“) wurde mit den gleichen Versuchsparametern durchgeführt; wobei jedoch Neuharz eingesetzt wurde. Bereits während der Tränkung konnte der markante Einfluss der Harzviskosität auf die Tränkqualität beobachtet werden.

Abbildung 49 zeigt das Voranschreiten der Fließfront während der Druckerhöhung von 13 mbar auf Normaldruck. Das Harz dringt zuerst seitlich in den mehrlagigen Isolationsverbund ein. Nach und nach rinnt es aber entlang der Glimmerbandlagen in Richtung Mitte des Verbunds. Vor der Rückführung auf Normaldruck scheint das Harz sich eher seitlich in Richtung Mitte auszubreiten. Sobald der Druck weiter ansteigt, erfolgt die Harztränkung über die langen Seiten des Sichtfensters.

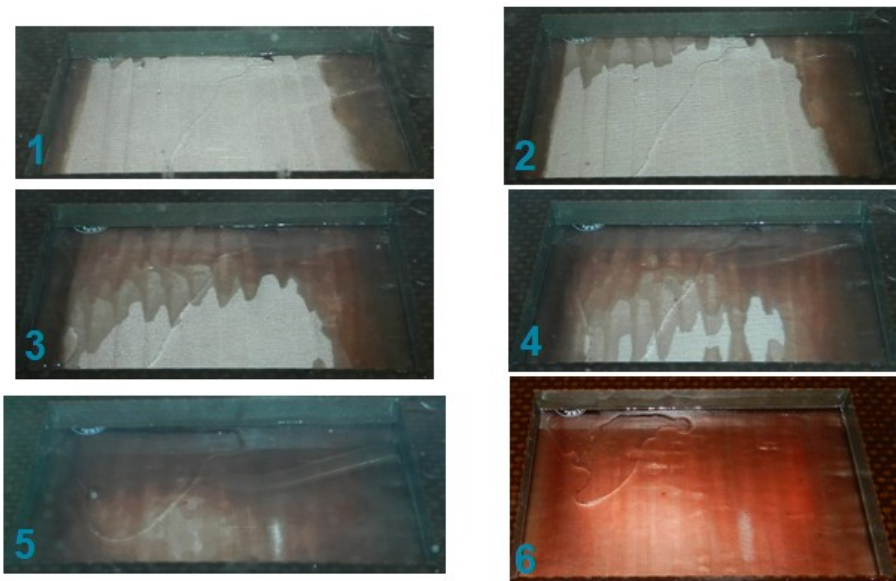


Abbildung 49: Tränkung mit Neuharz – stufenweise Erhöhung des Drucks von 12 auf 960mbar (Bild 1: 200mbar, Bild 2: 300mbar, Bild 3: 400mbar, Bild 4: 500mbar, Bild 6: 600mbar und Bild 8: 800mbar)

Das Voraneilen der Fließfront, welche sich von der oberen Kante ausbreitet, wird hier auf eine leichte Schiefstellung des Versuchskörpers zurückgeführt. Man erkennt auf den Aufnahmen, dass sich das Harz entlang der Überlappungen der Glimmerbandlagen schneller ausbreitet, wodurch sich eine sägezahnartige Fließfront ergibt. Auch lassen sich Unterschiede in den Glimmerbandlagen erkennen. So sieht man bei den Aufnahmen 3 und 4 deutlich, dass die Fließfront sich nicht in allen Glimmerbandlagen an der gleichen Stelle befindet. Die Verdunkelung der Glimmerbandlagen steigt mit der Anzahl der getränkten Lagen.

Abbildung 50 zeigt die detaillierte Untersuchung des getränkten Versuchskörpers auf trockene Stellen. Dafür wurde der Verbund nach der Imprägnierung lagenweise auseinandergenommen und die Anwesenheit von trockenen Stellen optisch überprüft und dokumentiert. Die trockenen Stellen befinden sich in der Mitte des Verbunds, da das Harz über den Spalt der Pressvorrichtung über die vier Kanten der Versuchskörpers in Richtung Mitte geflossen ist. Die trockenen Stellen waren bereits über das Sichtfenster beim ungeöffneten Verbund ersichtlich. Dies ist in Abbildung 50 mit gelber Umrandung dargestellt.

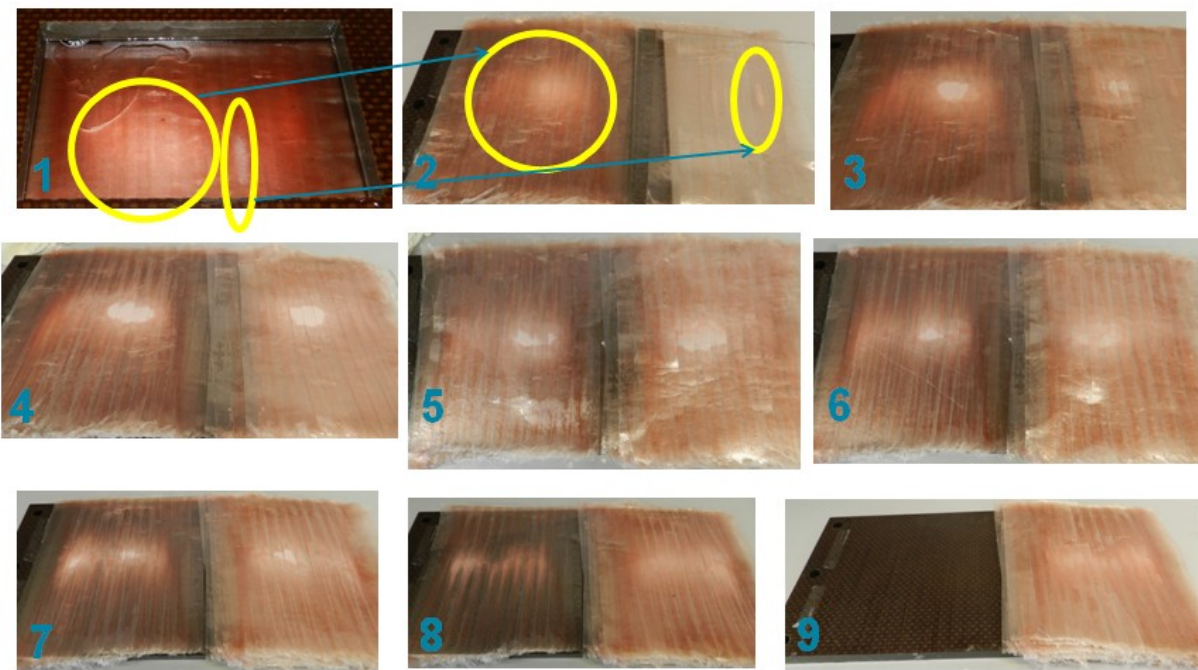


Abbildung 50: Lagenweise Untersuchung auf trockene Stellen des Versuchskörpers von Versuch „1“ (Tränkung mit Neuharz)

Die beiden Tränkungen lassen den starken Einfluss der Viskosität des Harzes auf die Tränkqualität erkennen. Obwohl es sich hierbei um Tränkungen im kleinen Maßstab handelt, kann dieses Ergebnis für die Industrie verwendet werden, wo es gilt, die Harzviskosität ausreichend gering zu halten, um stets eine vollständige Tränkung gewährleisten zu können. Durch die Wärmeeinwirkung während der Tränkung kommt es bei dem Tränkeharz nach vielen Tränkungsdurchgängen zu einer Vorvernetzung, was einen Viskositätsanstieg und eventuelle negative Auswirkungen auf die Tränkqualität mit sich zieht.

Bei Versuch „2“ wurde das Vakuum erstmals gemäß der Vakuumrampe in Tabelle 1 verringert. Es wurde dabei ein Endvakuum vom 13 mbar erreicht. Wieder zeigte sich das gleiche Phänomen, dass sich das Harz vor Druckerhöhung senkrecht zu den Glimmerbändern ausbreitet und sobald mit den Druckerhöhungen begonnen wurde, sich eine sägezahnartige Fließfront mit einer zu den Glimmerbandlagen parallelen Fließrichtung ausbildete. Dieses „race tracking“ könnte sich durch erhöhte Kapillarkräfte in den Überlappungen erklären lassen. Die Zeitangaben in den unten angeführten Aufnahmen beziehen sich auf die gesamte Tränkungszeit, beginnend mit der Harzeinspeisung.

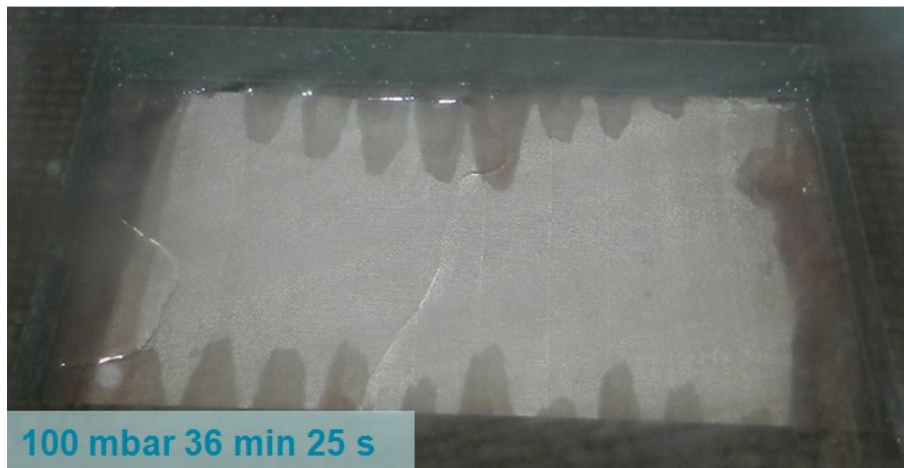


Abbildung 51: Sägezahnartige Fließfront (Versuch mit Neuharz)

In Abbildung 52 ist zu erkennen, dass bereits bei 400 mbar und nach ca. 44 Minuten der gesamte Isolationsverbund getränkt ist. Es sind noch Unterschiede in der Farbintensität des Versuchskörpers durch das Sichtfenster zu erkennen, welche sich aber bis Ende dieser Tränkung nicht mehr änderten.

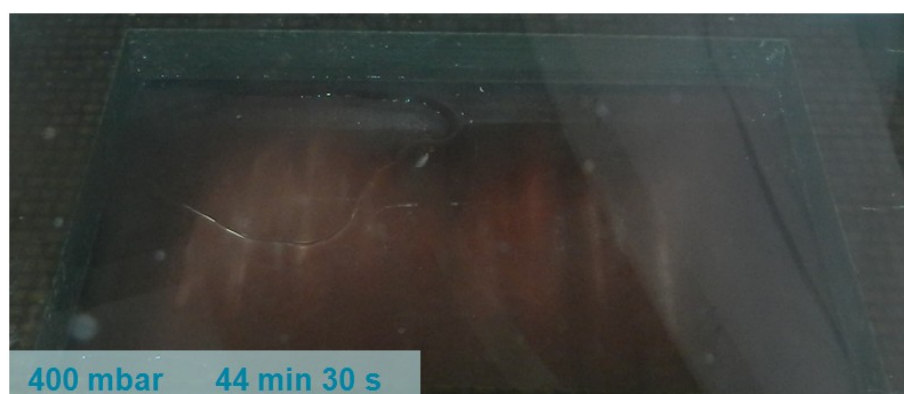


Abbildung 52: Aufnahme des imprägnierten Isolationsverbunds - Versuch „2“

Die trockenen Stellen befinden sich beinahe alle auf einer Geraden und nicht genau in der Mitte wie in Versuch „1“, da diesmal der Großteil des Harzes von „oben“ und „unten“ sich im Verbund ausbreitete und somit die trockenen Stellen nur von diesen beiden Richtungen eingeschlossen wurden.



Abbildung 53: Lagenweise Untersuchung des Verbunds aus Versuch „2“

Bei Versuch „3“ wurde ebenfalls mit niederviskosem Neuharz getränkt, aber die gesamte Wicklung wurde auf der Pressvorrichtung gelassen und nicht flüchtig mit dem Rahmen abgetrennt. Die Untersuchung nach der Tränkung zeigte, dass größere trockene Stellen im Verbund nachgewiesen werden können. Abbildung 54 zeigt die sehr unregelmäßigen trockenen Stellen im mittleren Glimmerbandlagenbereich. Daraus kann man schließen, dass der bisher verwendete Versuchskörperaufbau sich besser zur Untersuchung des Eindringverhaltens eignet, da die beobachteten trockenen Stellen regelmäßiger ausfielen. Durch die zusätzliche Glimmerbandoberfläche auf der Rückseite der Pressform wird das Eindringverhalten des Harzes undefiniert beeinflusst, da diese Lagen nicht durch eine Gegenplatte auf eine definierte Schichtdicke verpresst werden. Der Teil der Wicklung, der sich unter dem Rahmen der Pressvorrichtung befindet, wird hingegen gleichmäßig auf eine Schichtdicke von 3mm verpresst.

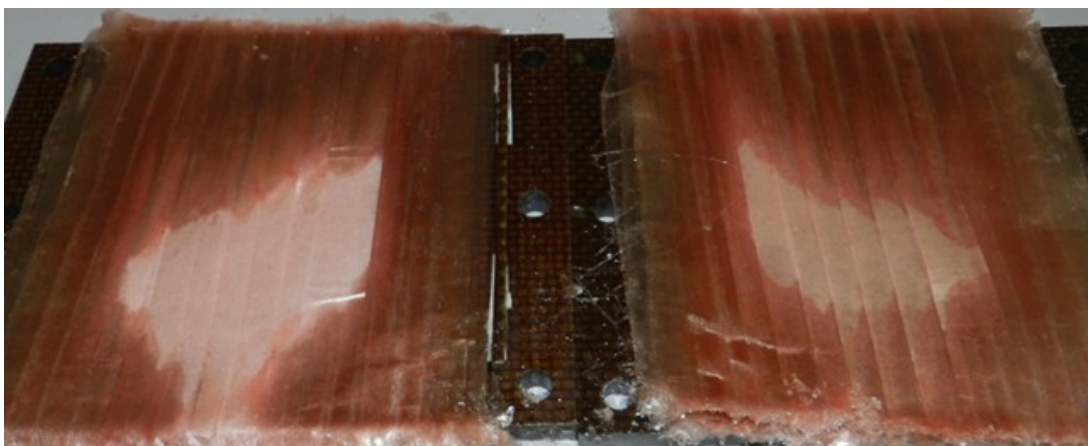


Abbildung 54: Trockene Stellen bei Versuch „3“

4.1.2 Einfluss der Harztemperatur

Neben dem Harzalter, spielt vor allem die Temperatur des Tränkhharzes eine entscheidende Rolle in der Einstellung der Harzviskosität. In den darauffolgenden Versuchen „4“ und „5“ wurde die Temperatur des Neuharzes auf 55°C und 60°C erhöht und mit den vorangegangenen Ergebnissen bei 50°C verglichen.

Man konnte nur in den ersten Schritten der Druckerhöhung bis 400 mbar Unterschiede im Eindringverhalten des Tränkhharzes erkennen, wobei zu berücksichtigen ist, dass die Erhöhung der Harztemperatur auch zu einer Verringerung der Harzviskosität führt.

4.1.3 Einfluss des Endvakuums

Beim letzten Versuch dieser Versuchsreihe konnte erstmals ein Vakuum $<0,1$ mbar erreicht werden. Nach der Tränkung wurde der Verbund untersucht und es konnten keine trockenen Stellen gefunden werden. Der Versuchskörper war vollständig mit Harz durchtränkt.

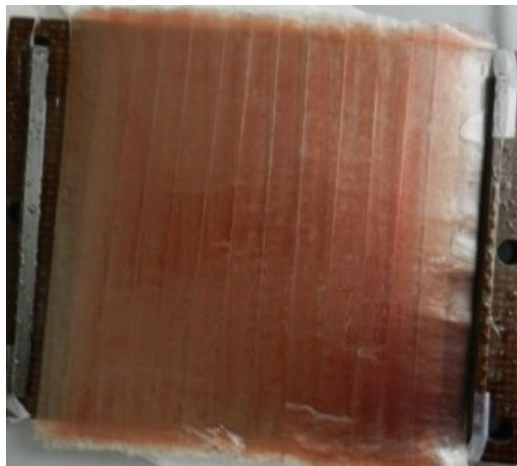


Abbildung 55: Vollständige Tränkung des Versuchskörpers bei Versuch „6“

Versuch „2“ und Versuch „6“ wurden mit identen Tränkungsparametern durchgeführt, mit Ausnahme des Endvakuums. Durch ein verbessertes Endvakuum von $<0,1$ mbar konnte bei Versuch „6“ eine vollständige Durchtränkung des Versuchskörpers erreicht werden, während bei Versuch „2“ noch trockene Stellen nach der Tränkung im Verbund zu erkennen waren (siehe oben, Abbildung 53). Der Vergleich der Ergebnisse von Versuch „2“ und „6“ zeigt, dass ein hohes Vakuum einen großen Einfluss auf die Tränkqualität aufweist und somit einen Schlüsselparameter für eine effiziente und homogene Tränkung darstellt.

Die Versuche zur Untersuchung wesentlicher Einflussgrößen auf die Tränkqualität haben gezeigt, dass das Harzalter (Alt-/ Neuharz), die Temperatur und das Endvakuum Einfluss auf die Tränkqualität haben. So konnte mit hoch viskosem Altharz im Vergleich zu Neuharz nur ein sehr geringes Eindringen in den Verbund erzielt werden. Die Harztemperatur und somit die Harzviskosität beeinflusste bis zu einem Druck von 400 mbar den Tränkungsverlauf,

zeigte aber keinen markanten Einfluss auf die trockenen Stellen im Verbund. Weiters war eine bessere Durchtränkung des Verbundes gegeben, wenn die beschriebene Vakuumrampe durchgeführt wurde. Der Verbund wurde vollständig durchtränkt, wenn die Dichtheit des Vakuumtrockenschanks gegeben war und ein Vakuum von unter 0,1 mbar erreicht werden konnte.

4.2 Spezielle Isolationsaufbauten

4.2.1 Harzreiche Stellen – Bildung von Gasbläschen

Bei der händischen Wicklung der Isolationsverbunde kann eine Faltenbildung in den Glimmerbandlagen nicht ausgeschlossen werden. Im Zwickelbereich dieser Falten können harzreiche Stellen entstehen, welche in diesen Versuchsreihen genauer untersucht wurden (siehe Tabelle 5). Es wurde ein spezieller Versuchsaufbau gewählt, indem Löcher mit unterschiedlichem Durchmesser in die Glimmerbandlagen gestanzt wurden, um harzreiche Stellen im Verbund zu erzeugen.

Abbildung 56 zeigt den Versuchskörper von „Gelocht2“ nach der Tränkung und noch vor der Aushärtung. In den blau umrandeten gestanzten Löchern, die zur Simulation von harzreichen Stellen dienten, wurden Gasbläschen beobachtet. Die Ursache für das Entstehen dieser Gasbläschen wurde in weiterführenden Versuchen untersucht, da diese ein konstantes Verhältnis zwischen Epoxidharzmatrix und Glimmerband verhinderten und somit lokal unterschiedliche Eigenschaften zur Folge hatten.



Abbildung 56: „Gelocht2“ - nach der Tränkung, nicht ausgehärtet

Der Versuchskörper wurde danach bei 70°C ausgehärtet und wiederum auf Gasbläschen in den gestanzten Löchern untersucht. Die Anzahl der Gasbläschen hatte sich um etwa die Hälfte reduziert.

Im Anschluss wurde der Versuch mit einer Glasplatte („Gelocht3“) wiederholt, um den Isolationsverbund bei höheren Temperaturen aushärten zu können.

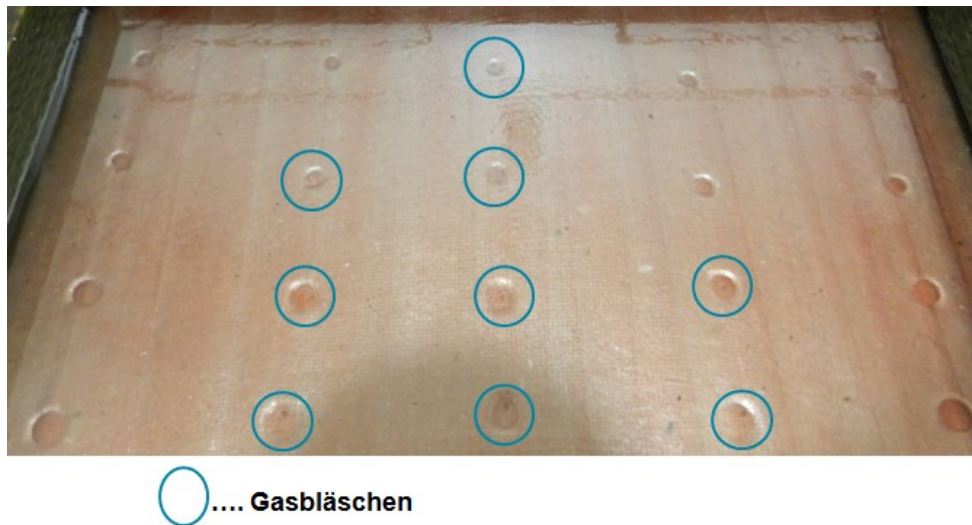


Abbildung 57: „Gelocht3“ - nach der Tränkung, nicht ausgehärtet

Versuchskörper „Gelocht3“ wurde bei 140°C ausgehärtet. Nach der Aushärtung waren fast keine Gasbläschen mehr in den harzreichen Stellen zu erkennen. Die höhere Aushärtetemperatur zeigte somit Einfluss auf die Anzahl der Gasbläschen, was auf ein mögliches Lösen der Luftbläschen in die Harzmatrix hinweist.

Versuchskörper „Gelocht4“ wurde zweimal mit gestanzten Lochreihen versehen. Zusätzlich zu denen die sich in den ersten Glimmerbandlagen von oben befinden, wurden ebenfalls Glimmerbandlagen im Verbundinneren mit gestanzten Löchern versehen.



Abbildung 58: „Gelocht4“ - nach der Tränkung, nicht ausgehärtet

Vergleicht man nun die Häufigkeit von Gasbläschen der drei oben abgebildeten Versuchskörper, erkennt man, dass „Gelocht4“ die geringste Anzahl aufweist. Parallel dazu konnte bei dieser Tränkung das niedrigste Vakuum von $<0,1$ mbar erreicht werden. Bei den beiden anderen Tränkungen wurden Werte von 1,5 mbar und 1,2 mbar erreicht, was den Unterschied in der Anzahl der Gasbläschen erklären könnte.

Nach der Aushärtung bei 140°C wurden die harzreichen Stellen im Inneren auf Gasbläschen untersucht, um festzustellen, ob sich die Bildung von Gasbläschen nur auf die Oberfläche beschränkt. Im ausgehärteten Verbund „Gelocht4“ konnten weder an der Oberfläche, noch im Verbundinneren Gasbläschen festgestellt werden, wie in Abbildung 59 dargestellt.

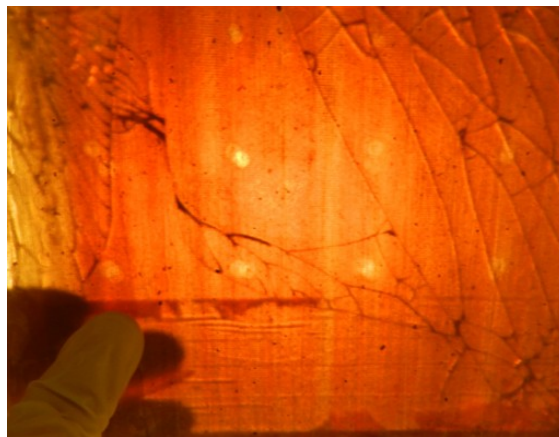


Abbildung 59: „Gelocht4“ - Untersuchung nach Aushärtung

Die Versuchsreihe zeigte, dass sowohl das Endvakuum als auch die Aushärtetemperatur Einfluss auf die Bildung bzw. die Reduzierung der Gasbläschen in harzreichen Stellen haben. Je niedriger das Endvakuum und je höher die Aushärtetemperatur, desto weniger Bläschen werden gebildet und bleiben auch während der Aushärtung präsent. Aus der Reduzierung der Anzahl der Gasbläschen nach der Aushärtung ergibt sich jedoch die Frage, wohin sich die Gasbläschen bewegen. Durch die höhere Aushärtetemperatur ergibt sich eine höhere Harztemperatur, welche eine bessere Löslichkeit der Gasbläschen im Harz zur Folge haben könnte und die effizientere Reduzierung der Gasbläschen erklären könnte.

In den beiden darauffolgenden Versuchen „Gelocht5“ und „Gelocht6“ wurde ein möglicher Einfluss der Harzentgasungszeit untersucht. So wurde bei der Tränkung von „Gelocht5“ das Harz zuvor 30 min lang entgast und bei „Gelocht6“ 210 min lang. Bei der geringeren Entgasungszeit konnten nach Tränkung im mittleren Bereich der Lochreihen Gasbläschen identifiziert werden, während sich nach einer Harzentgasung von 210 min lediglich ein einzelnes Gasbläschen in einer mittigen harzreichen Stelle befand. Somit zeigte sich, dass durch eine ausreichende Harzentgasungszeit das Entstehen von Gasbläschen in harzreichen Stellen verhindert werden kann. Während sowohl das Endvakuum und die Aushärtetemperatur Einfluss auf die Bildung der Gasbläschen zeigten, konnte mit dieser Versuchsreihe bewiesen werden, dass es sich bei der Harzentgasungszeit um einen weiteren Schlüsselparameter für das Herstellen von defektfreien Isolationsverbunden

handelt. Es wird vermutet, dass es sich bei den Gasbläschen um im Harz gelöste Luft und flüchtige Bestandteile handelt. In den nächsten Versuchen wurde jeweils eine Harzentgasungszeit von 60 min gewählt.

Die beiden darauffolgenden Tränkungen wurden mit identen Parametern durchgeführt, lediglich der Versuchskörper unterschied sich. So wurde für „Gelocht7“ die Oberfläche der Sichtfensterplatte, welche mit den Glimmerbandlagen in Berührung kam, mit Baysilon A® eingestrichen um eine unpolare Oberfläche zu erzeugen. Beim Versuchsaufbau von „gelocht8“ wurde das Trennmittel weggelassen und die Glasoberfläche blieb somit polar. Sowohl nach der Tränkung als auch der Härtung befanden sich vereinzelt Gasbläschen in den harzreichen Stellen, jedoch konnte kein Unterschied in der Lage oder Anzahl dieser in den verschiedenen Versuchskörpern festgestellt werden. Es zeigte sich kein Einfluss der Polarität der Deckplatte auf die Bildung der Gasbläschen in harzreichen Stellen.

Somit stellen eine ausreichende Harzentgasungszeit und Aushärtetemperatur sowie ein möglichst niedriges Endvakuum die Schlüsselparameter für eine Tränkung ohne Fehlstellen in harzreichen Stellen dar, wodurch frühzeitiges Altern und schlussendlich Fehlermechanismen im Generator vermieden werden können.

Das Ergebnis des letzten in Tabelle 5 angeführten Versuchs „Metallfroschgelocht“ wird in Abschnitt 4.3 erörtert.

4.2.2 Einfluss Trennfolie – perforierte Sichtfensterplatte

Im Versuch „Trennfolie“ wurde ein 12-lagiger Isolationsverbund hergestellt, dessen letzte Lage mit zwei unterschiedlichen Trennfolien gewickelt wurde, um einen möglichen Einfluss auf die Tränkqualität zu erkennen. Da das Harz aber nur seitlich eindrang, konnte nicht der gewünschte Unterschied hervorgerufen werden und es zeigte sich ein Eindringverhalten, dass mit vorangegangenen Experimenten vergleichbar war. Somit wurde für den neuen Versuchskörperaufbau eine perforierte Sichtfensterplatte gewählt. Dieser wurde wie in 3.4.5.2 beschrieben hergestellt. Alle Versuche zur Untersuchung des Trennfolieneinflusses sind in Tabelle 6 aufgelistet.

Die nach dem „Trennfolie“-Versuch durchgeführten Versuche „Perforiertesplatte1“ bis „Perforiertesplatte3“ dienen als Vergleich der Harzdurchdringung bei verschiedenen Versuchskörperaufbauten um somit die relative Permeation der einzelnen Wicklungen feststellen zu können. Abbildung 60 zeigt das Ergebnis der 3 Tränkungen.

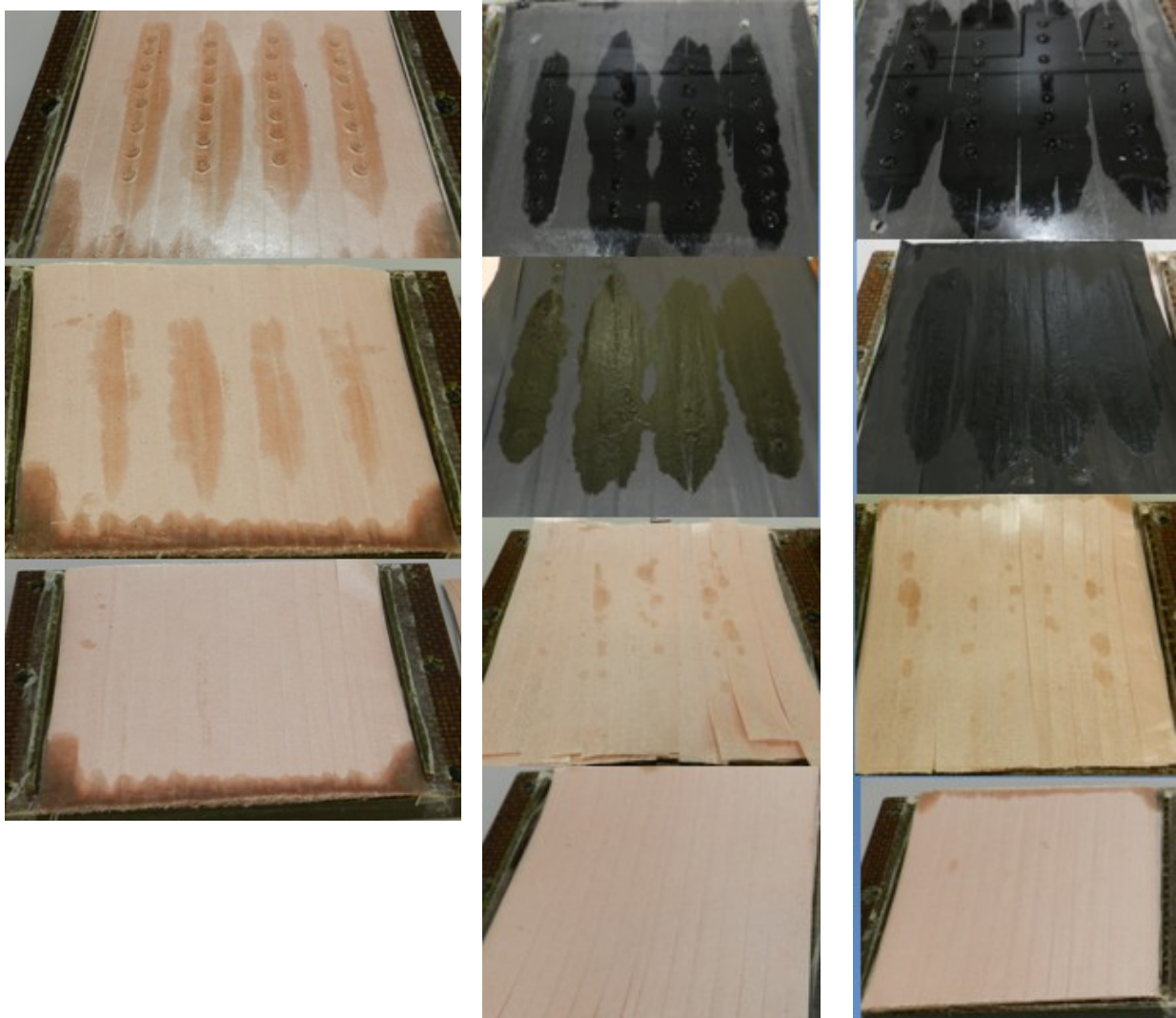


Abbildung 60: „Perforiertesplatte1“ – 13x Glimmerband – links

„Perforiertesplatte2“ – 12x Glimmerband, 1x IPS, 1x Glas-AGS – Mitte

„Perforiertesplatte3“ – 12x Glimmerband, 1x IPS, 1x Hybrid-AGS – rechts

Man erkennt in den oben angeführten Abbildungen, dass das Harz nur wenige Lagen in den Verbund eindringen konnte. Während beim reinen Glimmerbandaufbau von „Perforierteplatte1“ das Harz teilweise noch in die von oben gesehen 3. Lage eindringen konnte, wurde bei den anderen beiden Versuchen die erste Glimmerbandlage nur leicht benetzt. Dies zeigt, dass der gemeinsame Permeationswiderstand von AGS und IPS, größer ist als jener einer Glimmerbandlage.

In Versuch „Perforierteplatte4“ wurde die Tränkung im Laborautoklaven durchgeführt. Der Versuchskörper war dafür seitlich mit Silikon abgedichtet um eine Tränkung durch die perforierte Sichtfensterplatte gewährleisten zu können. Mit Ausnahme eines kleinen Trockenbereichs in der letzten Glimmerbandlage (siehe Abbildung 61) wurde der gesamte Verbund gleichmäßig durchtränkt. Die Ergebnisse zeigen deutlich, dass eine nahezu

vollständige Durchtränkung des Isolationsverbunds über die Löcher in der Trennfolie erzielt werden kann, wenn eine entsprechende Druckphase eingehalten wird.



Abbildung 61: „Perforiertesplatte4“ nach Tränkung im Laborautoklaven

Die Ergebnisse der Versuche „Perforiertesplatte5“ und „Perforiertesplatte6“ werden in 4.3 angeführt, da sich diese auf die IR-Untersuchung stützen.

4.3 Alternative Charakterisierungsmethoden zur quantitativen Bestimmung des Geliervorgangs

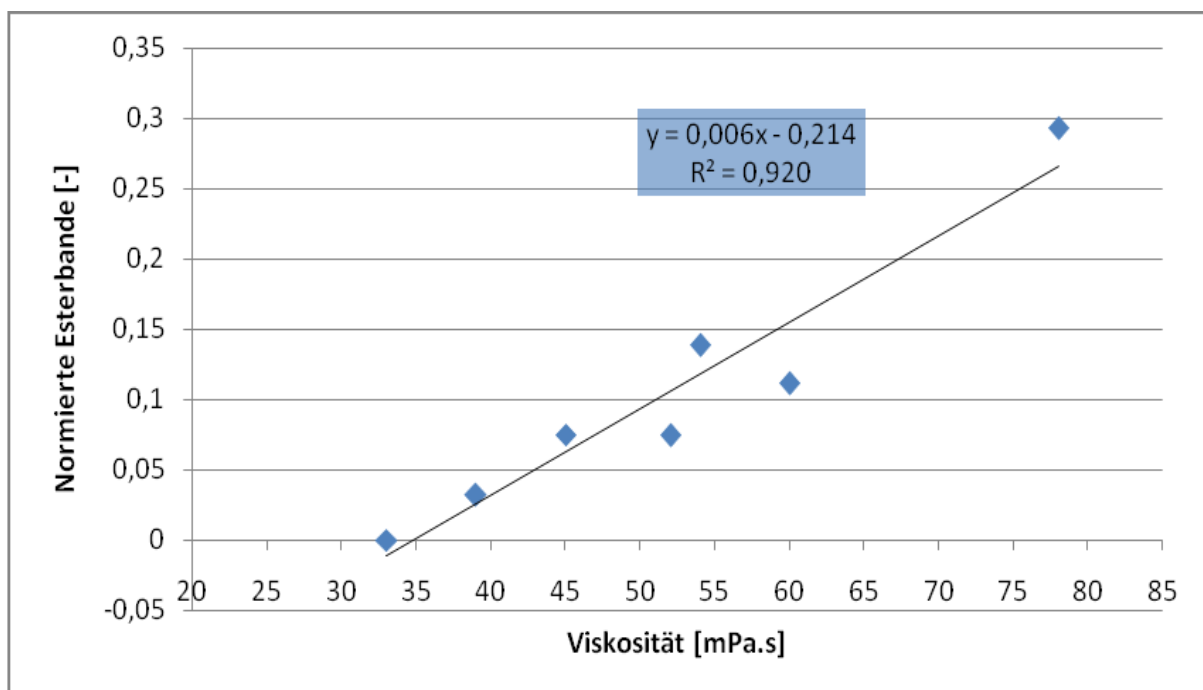
4.3.1 Untersuchung der Aushärtungskinetik und Korrelation mit Viskositätsmessungen

In den weiterführenden Arbeiten wurde eine Strategie erarbeitet, um die Viskosität von kleinen Harzbereichen im Isolationsverbund zu bestimmen. Da für die Viskositätsmessungen einige Gramm an Probenmaterial benötigt werden ist es nicht möglich an definierten Stellen des Verbunds wie z.B. einem Trennfolienlochbereich ausreichend Harz für eine Messung zu entnehmen. In einem neuen Ansatz wurde daher eine Korrelation zwischen FT-IR Untersuchungen (Bestimmung des Vorvernetzungsgrades durch Auswertung der Esterbande bei 1736cm^{-1}) und Viskositätsmessungen durchgeführt.

Im ersten Schritt wurden Harzmischungen mit unterschiedlicher und bekannter Viskosität von Andritz Hydro zur Verfügung gestellt und im FT-IR vermessen. Im Anschluss wurde die normierte C=O Peakfläche, welche wie in Abschnitt 3.5.1 beschrieben ausgewertet wurde, gegen die Viskosität aufgetragen und es wurde eine sehr gute Korrelation beider Messergebnisse erhalten.

Tabelle 8: Viskosität und normierte Esterbande von Referenzharzproben (von Andritz Hydro zur Verfügung gestellt)

Bezeichnung Harzmischung	Viskosität [mPa.s]	Normierte Esterbande [-]
Neuharz/Härter	33	0
185	39	0,03234
300	45	0,07511
320	52	0,07459
Indien-Single-Bar (18_2013)	54	0,13864
Indien-GVPI (03B_2013)	60	0,11131
Indien-Rotor (19_2013)	78	0,29259

Abbildung 62: Korrelation der normierten C=O Bande bei 1736 cm^{-1} (Peakfläche) mit der Viskosität des Harzes

Nachdem der Vorvernetzungsgrad und die Viskosität der von Andritz Hydro gestellten Proben gut korrelierten, wurden die in Tabelle 7 aufgelisteten Versuche „Altharz“ bis „Neuharz2“ durchgeführt. Mithilfe von großflächigem Glimmerbandmaterial des Herstellers

Isovolta konnte nach definierter Lagerungszeit und –temperatur ausreichend Harzproben für FTIR- und Viskositätsmessungen entnommen werden.

Abbildung 63 zeigt die Vorvernetzung der DGEBA-MHHPA-Systeme mit unterschiedlichem Harzalter. Die Harzmischungen wurden in dünner Schicht auf das Glimmerband aufgetragen und anschließend bei 55°C bzw. 65°C gelagert. Das Altharz (ca. 100 Tränkungen) zeigt bereits zu Beginn wie erwartet einen höheren Geliertgrad. So besitzt die Altharzprobe bei jeder Messung, den höchsten Aushärtegrad mit Ausnahme der letzten nach einer Lagerung von 13 h. Dies zeigt, dass es durch die ständige Wärmeeinwirkung bei der Tränkung zu einer beginnenden Aushärtung bzw. Vorvernetzung des Harzes gekommen ist und das Tränkarz nur für eine begrenzte Anzahl von Tränkungen verwendbar ist. Durch eine höhere Reaktionstemperatur konnte in den ersten 5 Stunden kein Trend in der Aushärtung bei beiden Neuharzproben festgestellt werden. So zeigt sich bei einer Reaktionstemperatur von 55°C ab 3 Stunden eher ein höherer Aushärtegrad, wobei die Messergebnisse der beiden Neuharzproben keinem eindeutigen Trend folgen. Dies deutet darauf hin, dass die Temperaturdifferenz von 10°C der beiden Lagerungstemperaturen die Vorvernetzung nicht markant beschleunigt. Dennoch ist hier zu erwähnen, dass pro Lagerungszeit nur eine Probe gemessen wurde und eine mögliche Streuung der Ergebnisse nicht auszuschließen ist.

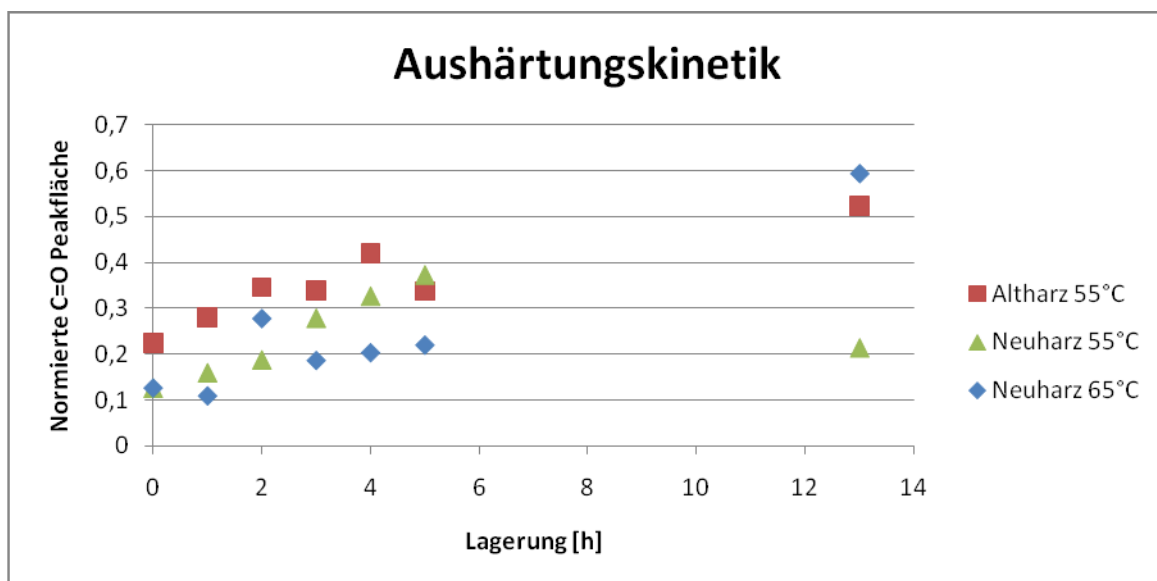


Abbildung 63: FT-IR Untersuchungen der Vorvernetzung von unterschiedlichen Harzmischungen – normierte C=O Bande bei 1736 cm^{-1} versus Lagerzeit bei 55°C

Die Ergebnisse der letzten Probe nach einer Lagerungszeit von 13 h weisen große Unterschiede auf. So ist die Altharzprobe wider Erwarten nicht jene, die den höchsten Vernetzungsgrad aufweisen kann, sondern die Neuharzprobe, welche bei 65°C gelagert wurde. Dies kann daraus herrühren, dass durch eine höhere Lagerungstemperatur von 65°C, die Aushärtung schneller abläuft als bei einer Lagerung bei 55°C. Jedoch belegen die Ergebnisse, die sich in einer Lagerungszeit bis zu 5 Stunden ergaben, dies nicht. Die

Neuharzprobe, die 13 Stunden bei 55°C gelagert wurde, zeigt einen Aushärtegrad auf, der einer Aushärtung von 2 Stunden entspricht.

In den unten angeführten Diagrammen werden die Ergebnisse der Viskositätsmessungen im Vergleich zu den FTIR-Untersuchungen gezeigt. Für das erste Diagramm wurde die Viskosität von einer Neuharzmischung bei einer Reaktionstemperatur von 55°C bestimmt. Hierbei ist zu berücksichtigen, dass die Viskosität bei unterschiedlichen Messtemperaturen (55°C, 60°C und 65°C) bestimmt wurde. Mit der Ausnahme von einem Ausreißer, welcher in den unten angeführten Diagrammen gelb gekennzeichnet ist, zeigt sich bei allen Proben eine stetige Viskositätszunahme, die sehr gut mit dem Anstieg der C=O Peakfläche korreliert.

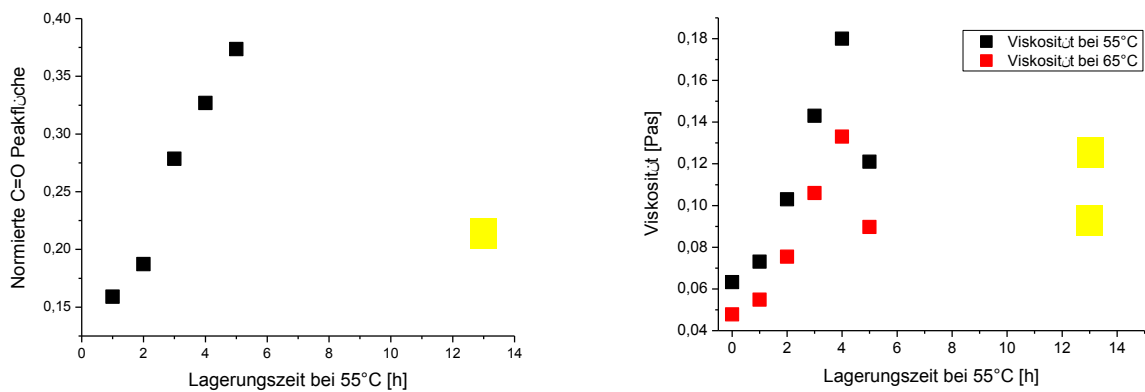


Abbildung 64: Vergleich FTIR-Messungen (links) und Viskositätsverlauf (rechts) gemessen von einer Neuharzmischung auf Glimmerband bei einer Lagerung bei 55°C

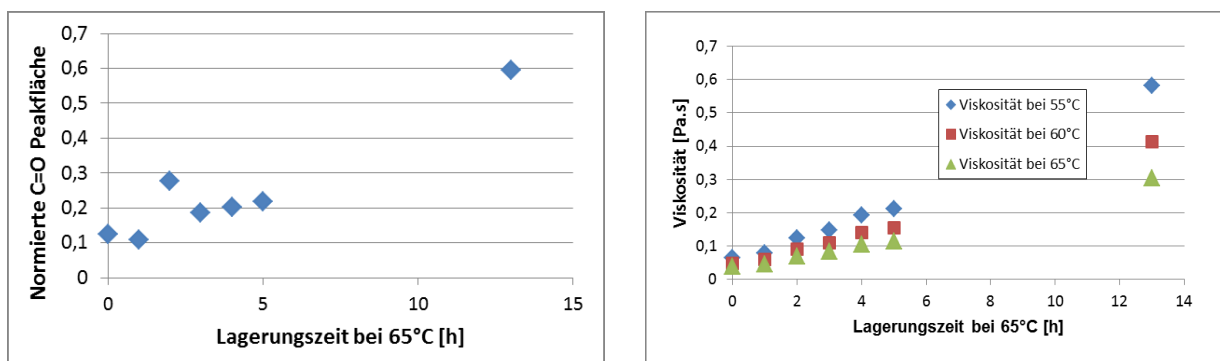


Abbildung 65: Vergleich FTIR-Messungen (links) und Viskositätsverlauf (rechts) gemessen von einer Neuharzmischung auf Glimmerband bei einer Lagerung bei 65°C

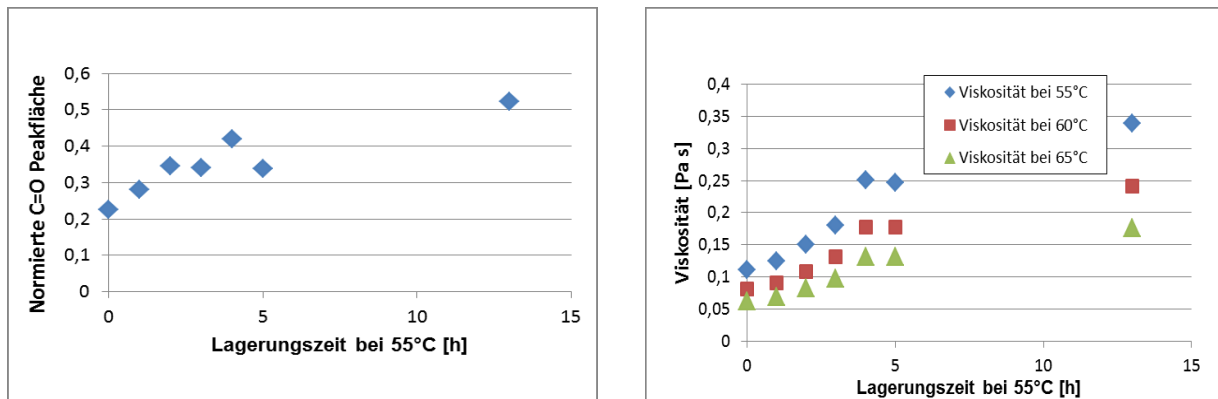


Abbildung 66: Vergleich FTIR-Messungen (links) und Viskositätsverlauf (rechts) gemessen von einer Altharzmischung auf Glimmerband bei einer Lagerung bei 55°C

In weiterer Folge deuten auch die Ergebnisse der Altharzproben auf ein gutes Korrelationsverhalten von FTIR-Untersuchungen und Viskositätsmessungen hin.

In Abbildung 67 bis Abbildung 69 sind die Korrelationen entsprechend den 3 durchgeführten Versuchen „Altharz“ bis „Neuharz2“ dargestellt. Alle drei aufgestellten Korrelationen weisen ein hohes Bestimmtheitsmaß auf, was eine gute Korrelation zwischen Aushärtegrad und Harzviskosität bestätigt. Auch weichen die Bestimmtheitsmaße bei den beiden verschiedenen Harztemperaturen für die Viskositätsmessung nur gering bzw. nicht voneinander ab.

Für die Korrelation des Altharzes wurde die 5 Stunden lang gelagerte Probe als Ausreißer für die Berechnung der Korrelation entfernt.

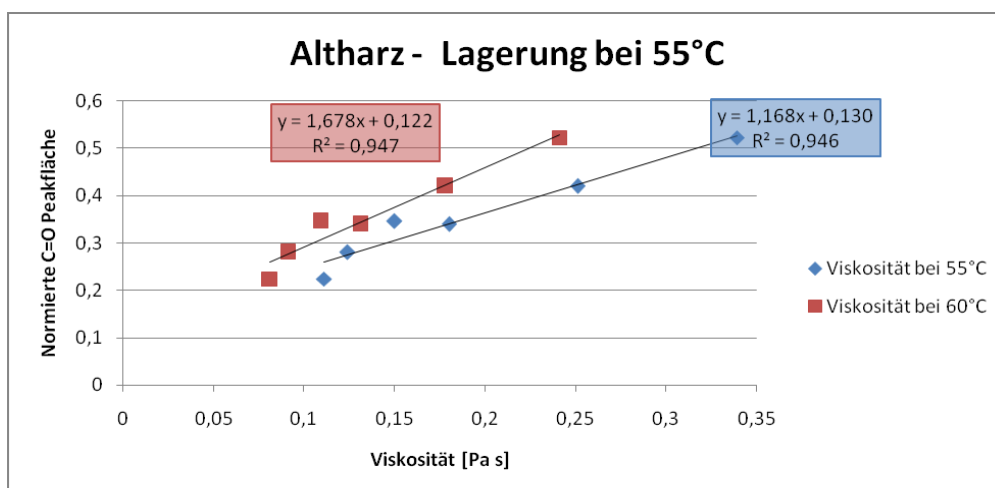


Abbildung 67: Korrelation zwischen Viskosität und Reaktionsfortschritt (Esterbildung) – Altharz – Lagerung bei 55°C

Für die in Abbildung 68 angeführte Korrelation wurde ebenfalls die 5 Stunden lang gelagerte Probe als Ausreißer identifiziert und nicht in die Berechnung der Ausgleichsgerade miteinbezogen.

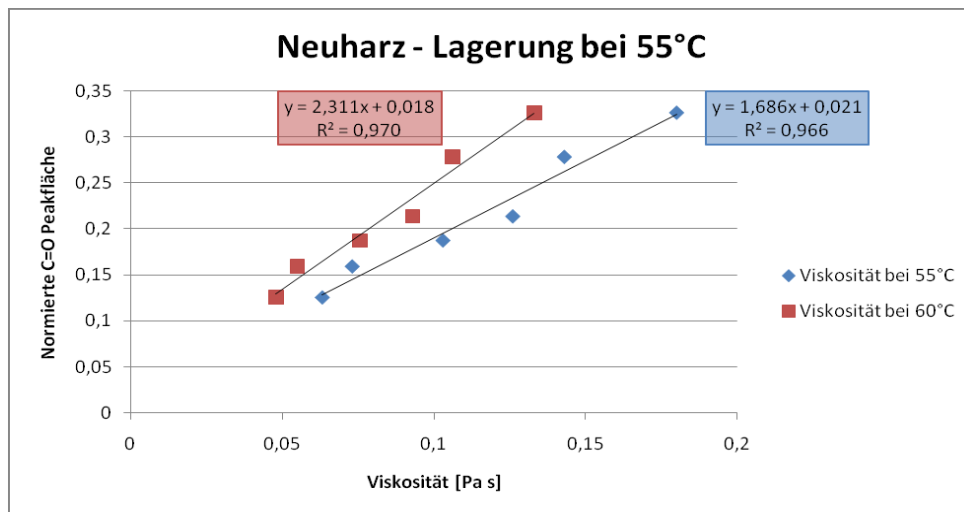


Abbildung 68: Korrelation zwischen Viskosität und Reaktionsfortschritt (Esterbildung) -
Neuharz - Lagerung bei 55°C

Die zwei Stunden lang gelagerte Probe wurde hier nicht in die Berechnung der Korrelation miteinbezogen.

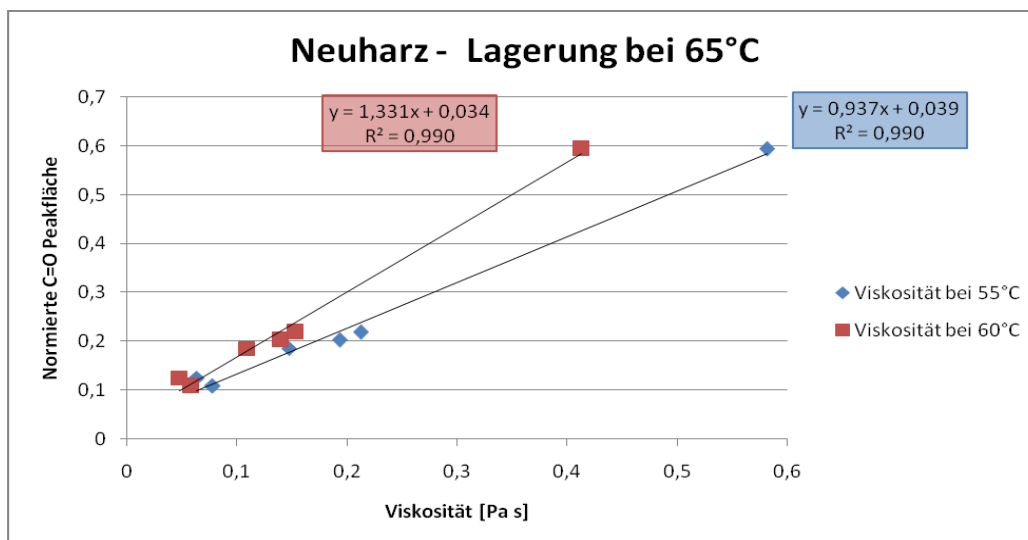


Abbildung 69: Korrelation zwischen Viskosität und Reaktionsfortschritt (Esterbildung) -
Neuharz - Lagerung bei 65°C

Die oben gefundenen Ergebnisse wurden zu einer von Aushärtetemperatur und Harzzustand unabhängigen Korrelation zusammengefügt.

Tabelle 9: Berechnete Kalibrationskurven zur Korrelation von FTIR Untersuchungen (Auswertung der C=O Peakfläche bei 1736cm^{-1}) und Viskositätsmessungen

Harz	Aushärte-Temperatur [°C]	Viskosität gemessen bei [°C]	Gleichung der Ausgleichsgerade	Bestimmtheitsmaß
Altharz	55	55	$y = 1,168x + 0,130$	$R^2 = 0,946$
Neuharz	55	55	$y = 1,686x + 0,021$	$R^2 = 0,966$
Neuharz	65	55	$y = 0,937x + 0,039$	$R^2 = 0,990$
Altharz	55	60	$y = 1,678x + 0,122$	$R^2 = 0,947$
Neuharz	55	60	$y = 2,311x + 0,018$	$R^2 = 0,970$
Neuharz	65	60	$y = 1,331x + 0,034$	$R^2 = 0,990$

Die Gleichungen und Bestimmtheitsmaße in Tabelle 9 zeigen, dass sich gute Korrelationen für die einzelnen Versuche finden ließen. In einem weiteren Schritt wurden alle bisher bestimmten Messpunkte für die entsprechenden Viskositäten bei 55°C , 60°C und 65°C zusammengefasst und es wurde auch in diesem Fall eine sehr gute Korrelation der Ergebnisse erhalten. Hierbei ist aber zu berücksichtigen, dass die Ergebnisse keiner linearen sondern einer polynomischen Ausgleichskurve zweiten Grades angepasst wurden.

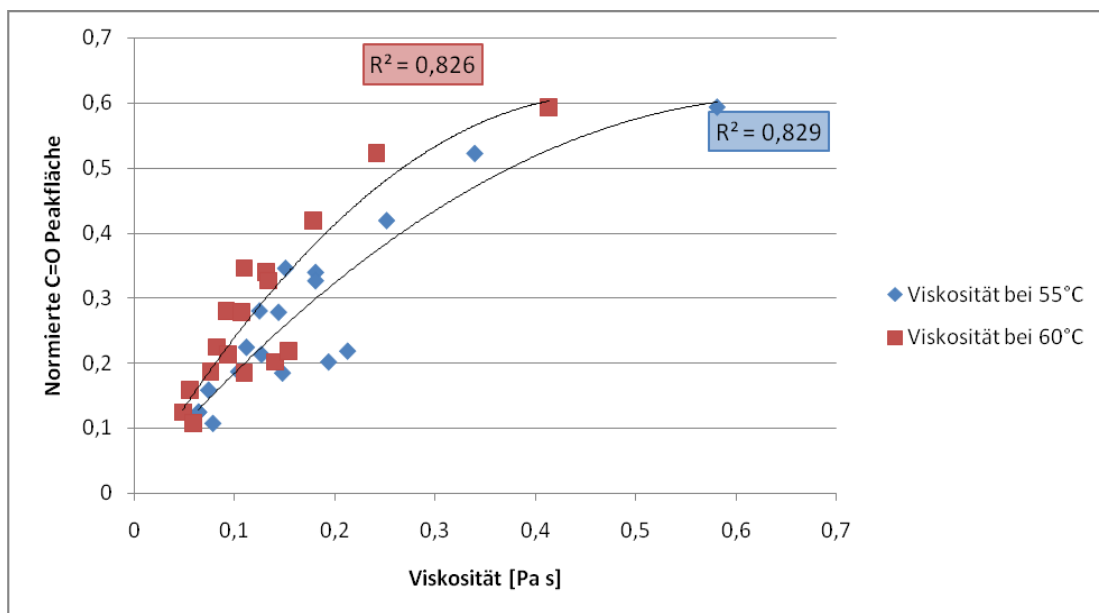


Abbildung 70: Korrelation der Viskosität und des Reaktionsfortschritts (Esterbildung) für alle durchgeführten Viskositätsmessungen und FT-IR-Untersuchungen

4.3.2 Aushärtungskinetik unterschiedlicher AGS-Bandtypen

Der Einsatz mehrerer Wicklungsmaterialien im Aufbau der Isolation hat unterschiedliche Reaktivitäten der verwendeten AGS-, IPS- und Glimmerbänder zur Folge. Sie unterscheiden sich in Oberflächenbeschaffenheit und Beschleunigerkonzentration. Dies führt zu einem unterschiedlichen Reaktionsfortschritt in den einzelnen Lagen, welcher bei der Aushärtung berücksichtigt werden muss.

Es wurden FT-IR-Untersuchungen herangezogen, um die Reaktivität von ausgewählten Bandmaterialien besser abschätzen zu können. Hierbei wurden Harzschichten mit definiertem Flächengewicht zwischen 3 AGS-Bandlagen aufgetragen und diese Verbunde bei 55°C gelagert. Nach ausgewählten Zeiten (1-13h) wurden Harzproben aus den Zwischenschichten entnommen und mittels FT-IR Spektroskopie untersucht. Der Grad der Gelierung bzw. der Reaktivität wird über die Bildung der Esterbande bei ca. 1736 cm⁻¹ verfolgt, die durch die Ringöffnung des Epoxids durch den Anhydrid-Vernetzer entsteht und Rückschlüsse über den Vernetzungsgrad zulässt.

Die Versuche „Reaktivität1“ bis „Reaktivität5“ (siehe Tabelle 7) werden in den folgenden Diagrammen dargestellt. Von jedem AGS-Bandmaterial wurde eine Fünffachbestimmung durchgeführt und der Mittelwert berechnet.

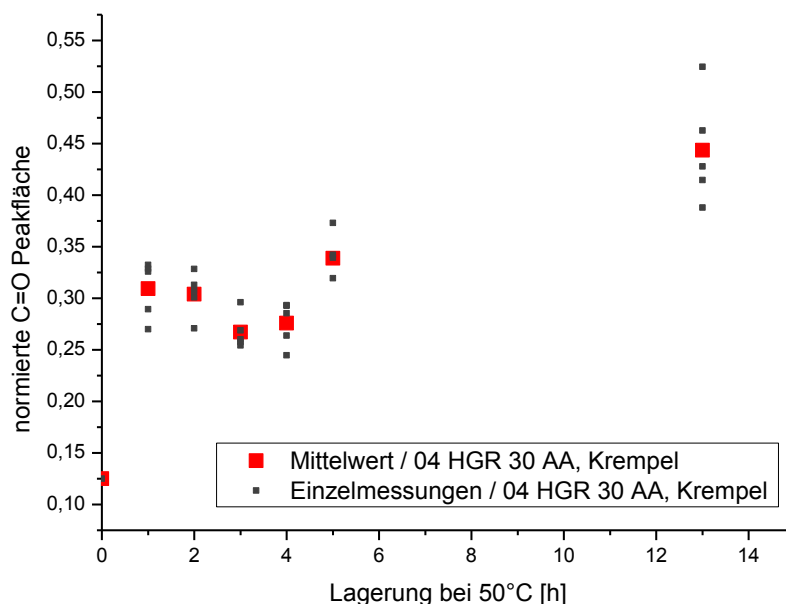


Abbildung 71: Untersuchung der Vernetzungskinetik einer Neuharzmischung (aufgebracht auf einem AGS-Bandmaterial der Type 04 HGR 30 AA, Krempel) mittels FTIR-Spektroskopie

In weiterer Folge wurden die Reaktivitäten der unterschiedlichen Bandmaterialien verglichen und aus den Ergebnissen kann geschlossen werden, dass vor allem die AGS-Bandmaterialien Contafel 2716 von Isovolta und 10GGR 31AA“S“ von Krempel im Vergleich

zu einem Glimmerband (Isola) einen wesentlich höheren Vernetzungsgrad über die Lagerzeit aufweisen. Dies lässt einerseits auf eine höhere Reaktivität bzw. einen höheren Beschleunigergehalt schließen und kann andererseits auch auf eine bessere Löslichkeit des Beschleunigers in das Harz zurückzuführen sein. Hierbei ist zu berücksichtigen, dass der Beschleuniger von verschiedenen Bandherstellern unterschiedlich aufgebracht wird (u.a. direktes Aufwalzen oder Aufbringen mit Hilfe eines Streuharzes) und sich dadurch unterschiedliche Löslichkeiten ergeben können.

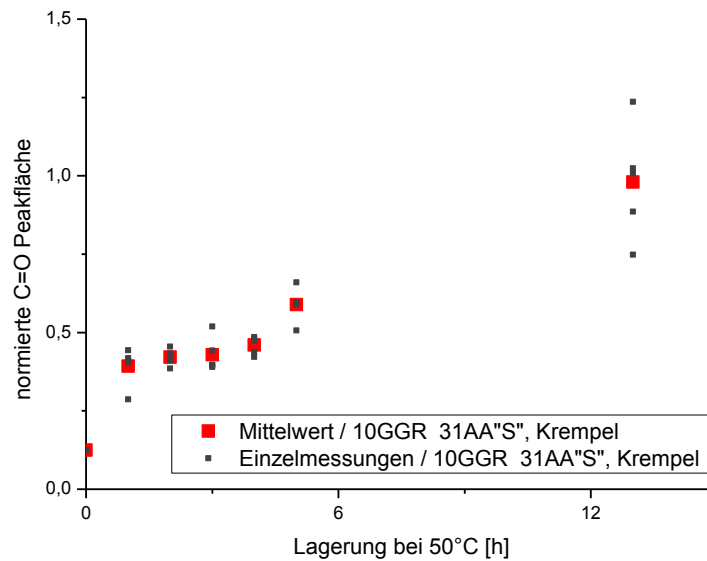


Abbildung 72: Untersuchung der Vernetzungskinetik einer Neuharzmischung (aufgebracht auf einem AGS-Bandmaterial der Type 10 GGR 31 AA'S, Krempel) mittels FTIR-Spektroskopie

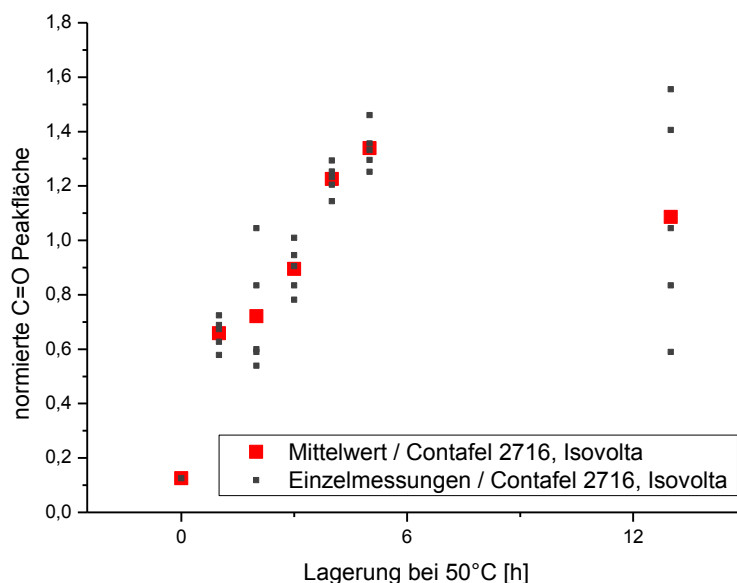


Abbildung 73: Untersuchung der Vernetzungskinetik einer Neuharzmischung (aufgebracht auf einem AGS-Bandmaterial der Type Contafel 2716, Isovolta) mittels FTIR-Spektroskopie

Zusätzlich kann aus den Ergebnissen geschlossen werden, dass die AGS-Bandmaterialien durch unterschiedliche Reaktivitäten gekennzeichnet sind. Folgende Reihung kann bezüglich der Bandreaktivitäten getroffen werden: 04 HGR 30 AA, Krempel < 10GGR 31AA“S“, Krempel < Contafel 2716, Isovolta

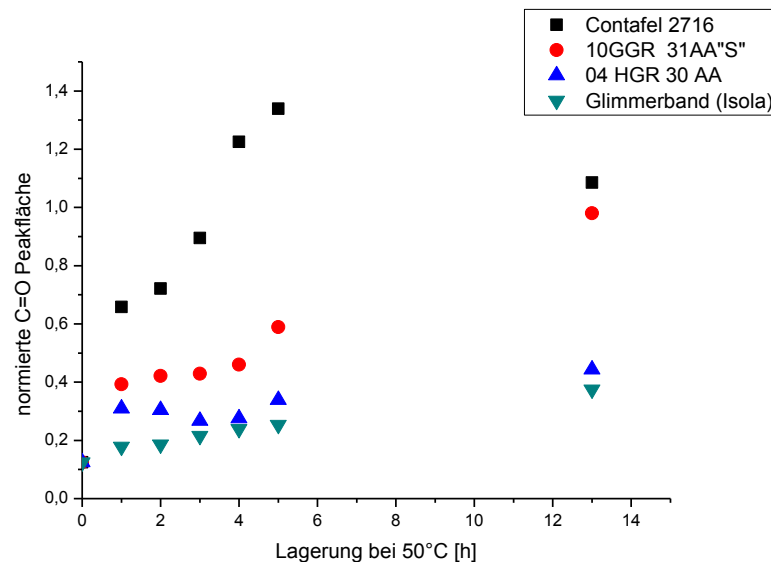
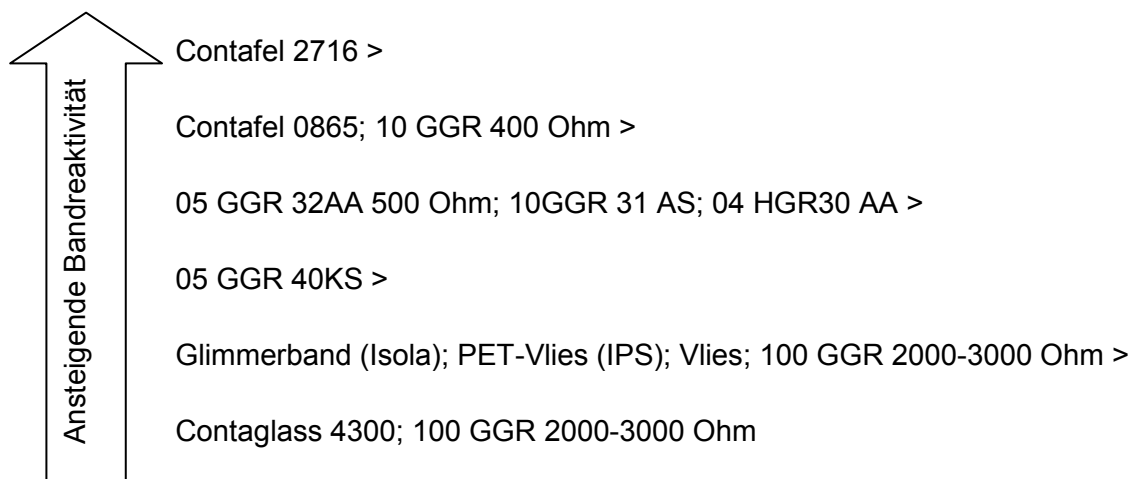


Abbildung 74: Untersuchung der Harzgelierung mittels FT-IR Spektroskopie – Zusammenfassung der Ergebnisse der AGS-Bandmaterialien und Vergleich mit Glimmerband (Isola)

Basierend auf diesen Ergebnissen wurde ein Screening der Reaktivität von unterschiedlichen kommerziell verfügbaren AGS-Bandmaterialien durchgeführt und folgende grobe Reihung (von der niedrigsten zur höchsten Reaktivität) konnte für die untersuchten Bandmaterialien vorgenommen werden:



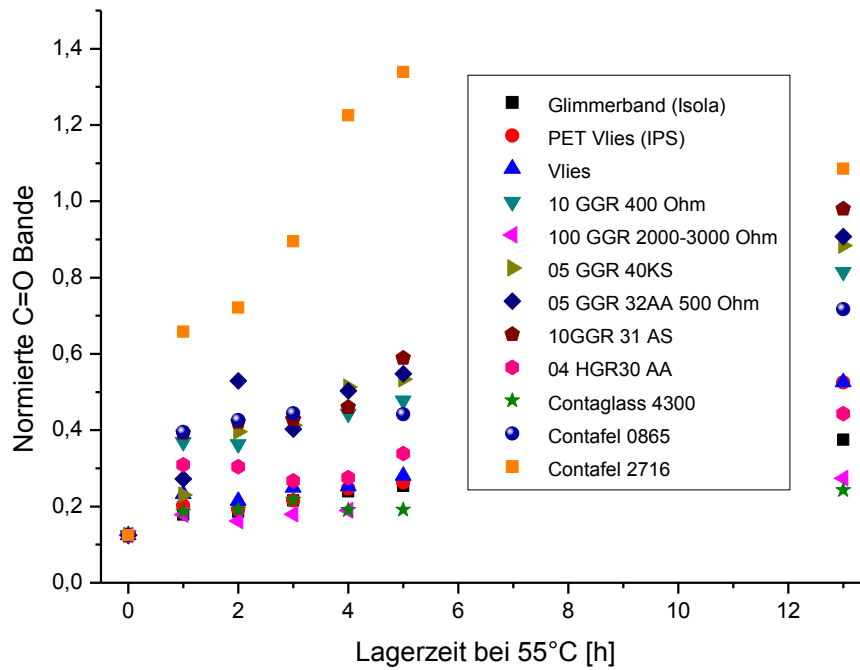


Abbildung 75: Vergleich der Reaktivitäten von ausgewählten AGS-Bandmaterialien – Normierte C=O-Bande bei 1736 cm^{-1} versus Lagerzeit bei 55°C

4.4 Untersuchung von Schlüsselparametern für eine mögliche Bildung von Fehlstellen im Isolationsverbund

4.4.1 Ausschwemmen von Zinknaphthenat

Um ein Ausschwemmen des Beschleunigers im Zuge des VPI-Prozesses zu charakterisieren, wurde ein Frosch (13 Lagen Glimmerband halbüberlappt gewickelt) mit einer perforierten PMMA-Platte eingesetzt, wobei sowohl der Lochdurchmesser als auch der Lochabstand an eine „Standardtrennfolie“ angelehnt wurden. Der Metallfrosch (Begriffserklärung siehe S.37) wurde nach den Standard-VPI-Prozessparametern im Laborautoklav getränkt, wobei durch diesen Versuchsaufbau nur ein Harzeinströmen über die perforierten Löcher in der PMMA-Platte möglich war. Dieser Versuchsaufbau sollte einen verstärkten Harzstrom über die Trennfolienlöcher simulieren und somit mögliche Ausschwemmeffekte des Beschleunigers verstärken. Nach der Tränkung wurde der Frosch nicht gehärtet sondern aufgemacht und an definierten Bereichen (u.a. Harzbereich unter den simulierten Trennfolienlöchern und Überlappungsbereiche von Glimmerbändern) wurden Harzproben für die FT-IR Untersuchungen entnommen (siehe Abbildung 76).

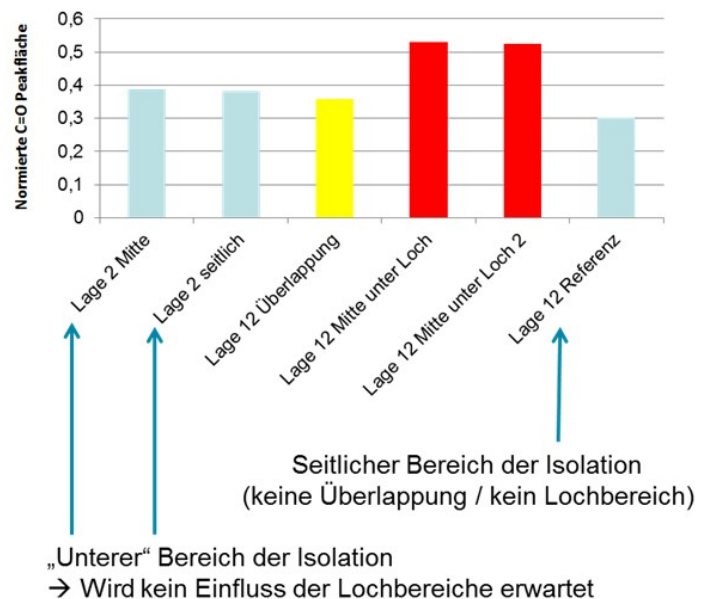
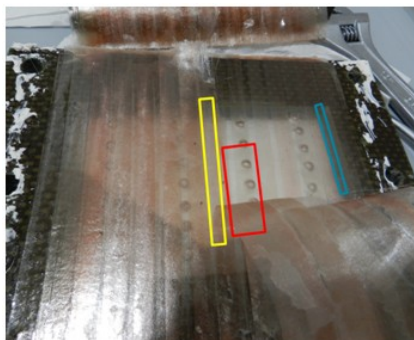


Abbildung 76: Untersuchung zum Ausschwemmen des Beschleunigers Zinknaphthenat

Aus den IR-Untersuchungen kann geschlossen werden, dass die Harzbereiche unter den simulierten Trennfolienlöchern (rot markierte Bereiche) einen höheren Geliergrad (Esterbande ist stärker ausgeprägt) aufweisen im Vergleich zu anderen Bereichen der Isolation (gelb und blau markierte Bereiche). Die Ergebnisse lassen den Schluss zu, dass das Zinknaphthenat während des Tränkprozesses nicht quantitativ aus dem Glimmerband geschwemmt wird und es zu keiner quantitativen Migration des Beschleunigers während der Tränkung kommt, da ein sehr hoher Geliergrad nachgewiesen werden konnte.

4.4.2 Aushärten von harzreichen Stellen

Für diesen Versuch wurde ein gelochter Verbund wie in 3.4.5.1 beschrieben getränkt. Nach einer Aushärtezeit von 4 h Stunden bei 55°C, wurden die Löcher, welche die harzreichen Stellen simulierten, mithilfe von FT-IR-Messungen charakterisiert. Der höchste Aushärtegrad zeigte sich in den nicht gelochten Bereichen (siehe Abbildung 77, „Referenz_Mitte“ und „Referenz_Seite“) während harzreiche Stellen einen wesentlich geringeren Vernetzungsgrad aufwiesen. Dies lässt sich mit der geringeren Beschleunigerkonzentration erklären, da sich der Beschleuniger auf dem Glimmerband befindet und dieses in den harzreichen Stellen abwesend ist. Weiters widerlegt das Ergebnis dieses Versuchs die Annahme der quantitativen Migration des Beschleunigers während der Tränkung, da sonst ein einheitlicherer Gelierungsgrad im gesamten Isolationsverbund nachweisbar sein müsste.

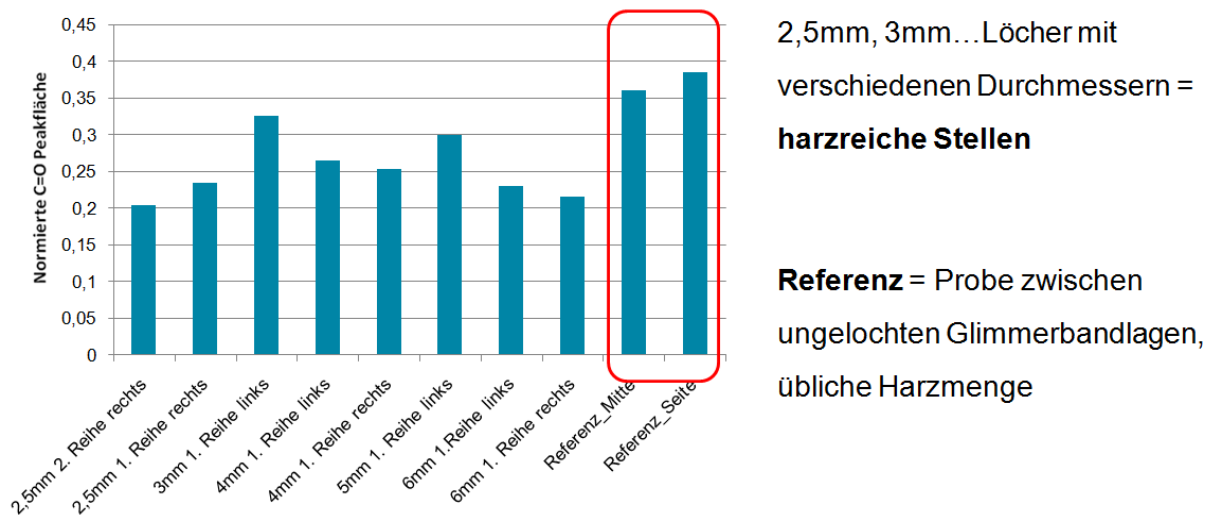


Abbildung 77: FT-IR Untersuchung zur Aushärtung von harzreichen Stellen

Dieser Versuch zeigt wiederum die Wichtigkeit einer fehlerfreien Wicklung auf, das heißt eine konstantes Matrix/Trägermaterial-Verhältnis um durch die gesamte Isolation konstante Eigenschaften gewähren zu können. Ein geringerer Aushärtegrad in harzreichen Stellen ruft andere dielektrische Eigenschaften hervor, welche im schlimmsten Fall zu früherer Alterung und in weiterer Folge zu Fehlermechanismen und Versagen führen können. Wie in 2.1.1 ist die Epoxidharzmatrix ohne Glimmerband nicht durchschlagsfest und das Harz kann unter Hochspannung frühzeitig degradieren.

4.4.3 Ausrinnen des Harzes

Im Rahmen des ersten Versuchs zur Untersuchung des Ausrinns des Tränkeharzes nach der Imprägnierung konnte weder nach 15 min bei Raumtemperatur, noch nach einer Lagerung im Trockenschrank für 5 min bei 155°C eine signifikante Harzmenge in der Auffangwanne beobachtet werden.

In einem zweiten Experiment („Perforierteplatte6“) wurde ein alternativer Versuchsaufbau gewählt, um ein mögliches Harzausrinnen besser verfolgen zu können. Hierbei wurde eine PMMA-Platte perforiert, wobei der Lochdurchmesser und der Lochabstand an eine „Standardtrennfolie“ angelehnt worden sind. Nach der Tränkung wurde der Verbund mit der perforierten PMMA-Platte nach unten zeigend bei 70°C gehärtet. Es wurden beim ausgehärteten Versuchskörper großflächige trockene Stellen beobachtet, was auf ein erhebliches Ausrinnen des Harzes nach der Tränkung hinweist.

Im Zuge weiterer Arbeiten wurde der Versuchsaufbau adaptiert und es wurden Polycarbonatplatten, die eine Formbeständigkeit bis 145°C aufweisen, eingesetzt. Diese Platten wurden analog zu den vorangegangenen Experimenten perforiert und anschließend das Ausrinnen des Tränkhharzes infolge ausgewählter Prozessparameter (u.a. Harzviskosität, Härtungstemperatur, Lagenanzahl und Aufbau) untersucht. Im nachfolgenden Kapitel sind ausgewählte Ergebnisse dieser Untersuchungen zusammengefasst.

Im ersten Schritt wurde ein Isolationsverbund mit dreizehn halbüberlappenden Glimmerbandlagen gewickelt und die Tränkung mit Neuharz durchgeführt. In Abbildung 78 ist die Modellisolation nach der Härtung dargestellt. Es zeigt sich, dass die Polycarbonatoberfläche durch das Harz leicht anquillt und dadurch weiß und undurchsichtig wird. Wie sich in den weiteren Versuchen aber herausgestellt hat, kann man diese angequollene Polycarbonatschicht leicht mit einer Spachtel abkratzen und man erhält wieder eine durchsichtige Platte.

Die optische Begutachtung der gehärteten Modellisolation zeigt sehr deutlich, dass in den Überlappungsbereichen der Modellisolation trockene Stellen erkennbar sind, die auf ein Ausrinnen des Harzes rückschließen lassen. Durch das starke Ausrinnen des Harzes wird sogar die Haftung zwischen den ersten beiden Glimmerbandlagen so drastisch reduziert, dass es zu einer flächigen Delamination beim Ausbau der Isolation aus der Pressvorrichtung kommt (siehe Abbildung 79). Im vorangegangenen Tränkversuch zum „Ausrinnverhalten“ wurde die Modellisolation bei 70°C gehärtet. Es treten zwar bei niedrigeren Härtetemperaturen auch trockene Stellen auf, aber diese sind weniger stark ausgeprägt und es werden auch keine flächigen Delaminationen beobachtet.



Abbildung 78: Modellisolation (13 halbüberlappt gewickelte Glimmerbandlagen) nach der Aushärtung bei 140°C

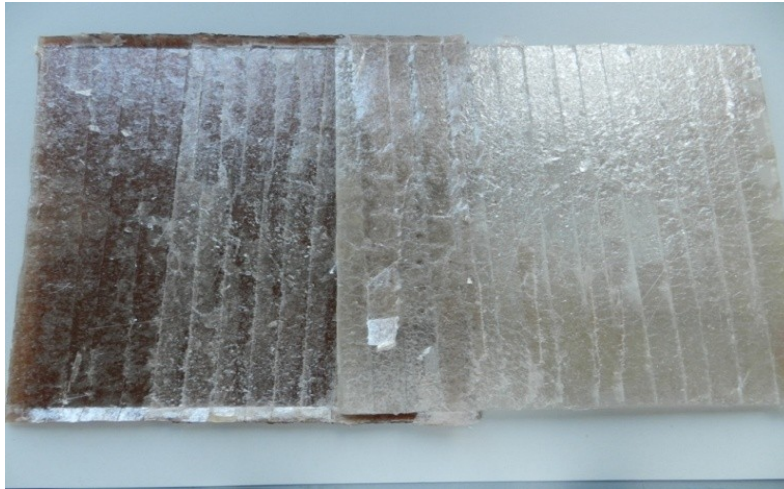


Abbildung 79: Flächige Delamination der Modellisolation (13 halbüberlappt gewickelte Glimmerbandlagen) nach der Aushärtung bei 140°C

Im einem weiteren Experiment wurde ein Isolationsverbund mit zwölf halbüberlappten Glimmerbandlagen und abschließend mit einer leichtüberlappten AGS-Lage (Contafel 2716, Isovolta) gewickelt wobei die Prozessparameter der Tränkung und Härtung nicht verändert worden sind. Auch bei dieser Modellisolation sind ausgedehnte trockene Stellen nach der Härtung nachweisbar (siehe Abbildung 80). Das ausgeronnene Harz ist deutlich an der Oberfläche der PC-Platte neben den gebohrten Lochbereichen zu erkennen. Diese Harztropfen sind ebenfalls ausgehärtet, was auf ein teilweises Ausschwemmen des Beschleunigers hinweist. Es fällt aber auf, dass die Lochbereiche der PC-Platte sehr homogen mit Harz gefüllt sind, während die trockenen Stellen vorwiegend in den Überlappungsbereichen der Glimmerbandlagen zu sehen sind.



Abbildung 80: Modellisolation (12 halbüberlappt gewickelte Glimmerbandlagen und 1 AGS-Lage) nach der Aushärtung bei 140°C

Im Zuge des dritten Versuchs wurde ein Isolationsverbund mit zwölf halbüberlappten Glimmerbandlagen, 1 Lage leicht überlappt PET-Vlies (Krempel) und 1 Lage leicht überlappt Hybrid-AGS (04 HGR 30 AA, Krempel) hergestellt, wobei sowohl Tränkung und Härtung analog zu den vorangegangenen Arbeiten durchgeführt worden sind. Die Ergebnisse zeigen, dass deutlich weniger Harz ausrinnt, wenn ein zweilagiger AGS-Aufbau gewählt wird. Weiters kann man bei der optischen Beurteilung des gehärteten Isolationsverbunds erkennen, dass die Überlappungsbereiche der letzten AGS-Lage keine sichtbaren weißen Stellen aufweisen, außer wenn die Überlappung direkt ein Trennfolienloch kreuzt (siehe Abbildung 81). Vereinzelt können auch weiße nicht durchtränkte Stellen im äußeren Bereich der simulierten Trennfolienlöcher beobachtet werden.



Abbildung 81: Modellisolation (11 halbüberlappt gewickelte Glimmerbandlagen und 2 AGS-Lagen) nach der Aushärtung bei 140°C

Die weiteren Arbeiten zur Thematik des „Harzausrinnens“ waren nicht mehr Bestandteil der vorliegenden Arbeit, aber zusammenfassend wurden nachfolgende Schlüsselfaktoren ermittelt, die ein Ausrinnen des Harzes im Zuge der Härtung verringern bzw. verhindern:

(i) **Höhere Viskosität des Tränkarz**

Altharz zeigt bessere Performance als Neuharz

(ii) **Höhere Reaktivität des AGS-Bandes**

AGS-Bandtypen mit höherer Reaktivität zeigen geringere Neigung für ein Ausrinnen des Tränkarzes

(iii) **Mehrlagiger AGS-Aufbau**

Mehrlagiger AGS-Aufbau weist bessere Performance auf als einlagiger

(iv) **Verlängerte Imprägnierzeit**

(v) **Niedrigere Aushärtetemperaturen**

Temperaturprofil bei Aushärtung (3 bzw. 1,5 h bei 70°C und anschließende Erhöhung auf 140°C) führt zu einem geringeren Ausrinnen des Harzes

(vi) **Höherer Verpressungsgrad**

Eine höhere Lagenzahl und ein damit verbundener höherer Verpressungsgrad können das Ausrinnen des Tränkhharzes verringern

5 Zusammenfassung

Wesentliche Einflussgrößen auf die Tränkqualität

Für diese vorliegende Arbeit wurden im Wesentlichen drei Ansätze zur Charakterisierung des Harzeindringverhaltens in den Isolationsverbund von Statorstäben durchgeführt. Der erste Teil widmete sich den wesentlichen Einflussgrößen auf die Tränkqualität, wofür bei Versuchen Harztemperatur, Harzalter (Alt-/Neuharz), Endvakuum und die Rückführung auf Normaldruck mittels Druckrampe variiert wurden. Der Verbund wurde anschließend lagenweise auf trockene nicht durchtränkte Stellen untersucht. Es zeigte sich, dass die Viskosität, die sich mit variierender Harztemperatur und mit dem Alter des Harzes änderte, großen Einfluss auf das Eindringvermögen des Harzes in den Verbund hat. So wurde mit hoch viskosem Altharz nur eine geringe Imprägnierung des Isolationsverbunds erreicht, während mit nieder viskosem Neuharz eine sehr effiziente Imprägnierung erzielt werden konnte und nur wenige trockene Stellen erkennbar waren. Weiters konnte beobachtet werden, dass sich das Harz bevorzugt parallel zur Wicklungsrichtung der Glimmerbänder ausbreitete und dabei eine sägezahnartige Fließfront ausbildete. Das Harz strömte bevorzugt entlang der Bandüberlappungen, was wahrscheinlich durch erhöhte Kapillarkräfte hervorgerufen wurde. Die trockenen Stellen ergaben sich meist in der Mitte des Verbundes.

Wurde die Viskosität durch Variation der Harztemperatur verändert, zeigte sich nur in den ersten isobaren Schritten der Druckrampe ein besseres oder schlechteres Eindringverhalten, nicht aber eine unterschiedliche Tränkqualität in Form von weniger trockenen, nicht durchtränkten Stellen. Nachdem die Dichtheit des Trockenschanks und ein Vakuum von $<0,01\text{mbar}$ erreicht werden konnten, waren nach der Tränkung keine trockene Stellen in den Glimmerbandlagen nachzuweisen. Somit stellte sich heraus, dass ein möglichst niedriges Endvakuum einen entscheidenden Prozessparameter für die Herstellung eines vollständig durchtränkten Verbunds darstellt.

In den darauffolgenden Versuchen wurde der Versuchskörperaufbau variiert, um unterschiedliche, während der Tränkung aufkommende Phänomene gezielt hervorzurufen und besser untersuchen zu können. So wurden harzreiche Stellen, welche sich durch Falten im Glimmerband ergeben können, mit gestanzten Löchern in den Glimmerbandlagen simuliert. Während der Tränkung kam es zur Bildung von Gasbläschen, die in den harzreichen Löchern „aufgefangen“ wurden. Um den Grund für die Entstehung dieser Luftbläschen zu finden, wurden der Einfluss der Harzentgasungszeit, der Aushärtetemperatur (um einen möglichen Unterschied von Lage und Anzahl der Gasbläschen vor und nach der Aushärtung beobachten zu können) und des Endvakuums untersucht. So bewirkt eine höhere Aushärtetemperatur eine wesentliche Reduzierung der Anzahl der Gasbläschen nach der Härtung. Es wird vermutet, dass es bei einer höheren Aushärtetemperatur zum Lösen der Gasbläschen in die Harzmatrix kommt, da sich die Anzahl der Blasen im Vergleich zum nicht gehärteten Isolationsverbund nach der Aushärtung im Trockenschrank reduzierte. Eine ausreichende Harzentgasungszeit und ein niedriges

Endvakuum von <1 mbar konnten jedoch eine Gasbläschenbildung gleich im Vorfeld verhindern.

Als dritte Versuchsreihe wurde in der vorliegenden Arbeit der Einfluss der Trennfolie untersucht. Nach ersten Versuchen wurde ein Versuchskörper mit perforierter PMMA-Platte festgelegt, deren Löchern, mit jenen der in der Andritz Hydro verwendeten „Standardtrennfolie“ in Größe und Abstand übereinstimmen. Es wurde ein Versuchsaufbau gewählt, der nur die Tränkung über die Löcher der Sichtfensterplatte erlaubt. Bei den Versuchen „perforierteplatte1“ bis „perforierteplatte3“ wurden die Permeationswiderstände verschiedener Isolationsverbunde relativ zueinander untersucht und es zeigte sich, dass ein Glimmerlagenaufbau die höchste Durchlässigkeit gegenüber der Harzmatrix während der Tränkung aufweist (siehe Abbildung 60). Das Harz konnte jedoch nur einige Lagen tief eindringen. Der Versuch wurde im Laborautoklaven wiederholt, wo mit identen Tränkungsparameter (0,2 mbar und 55°C Harztemperatur) wie in der großtechnischen Imprägnieranlage von Andritz Hydro getränkt wurde. Mit Ausnahme einer kleinen nicht durchtränkten Stelle, konnte der Verbund nur über die simulierten Trennfolienlöcher imprägniert werden. Dies bedeutet, dass der Permeationswiderstand des Glimmerbands für die großtechnische Tränkung kein Hindernis darstellt.

Alternative Charakterisierungsmethoden zur quantitativen Bestimmung des Geliervorgangs

In einem zweiten Schritt wurde der Geliervorgang bzw. die Vorvernetzung des Epoxidharzes im Detail untersucht, wobei eine Korrelation zwischen FTIR-Untersuchungen (Auswertung der Peakfläche der charakteristischen Esterbande bei 1736 cm^{-1}) und Viskositätsmessungen erstellt wurde. Neben Harzproben mit bekannter Viskosität, die von Andritz Hydro zur Verfügung gestellt worden sind, wurden in drei Versuchen die Viskosität und der Reaktionsgrad von dünnen Harzschichten auf Glimmerbandmaterialien nach definierten Lagerungszeiten und –temperaturen gemessen. Die für jeden einzelnen Versuch gefundene Korrelation zwischen normierter C=O-Peakfläche und Viskosität wies ein hohes Bestimmtheitsmaß auf. Es wurde des weiteren eine Korrelation aller Ergebnisse aufgestellt.

Zusätzlich wurde die Reaktivität von unterschiedlichen AGS- und IPS-Bandtypen in den Aushärtungsversuchen „Reaktivität1“ bis „Reaktivität11“ bestimmt und mit Glimmerbandmaterialien verglichen. Es wurden auch in diesen Untersuchungen dünne Harzschichten auf die Bandmaterialien aufgebracht und der Vorvernetzungsgrad nach definierten Reaktionszeiten mittels FTIR-Spektroskopie untersucht. Diese Methode ermöglicht ein einfaches und schnelles Screening der Reaktivitäten von unterschiedlichen Bandmaterialien. Die Ergebnisse dieser Versuche zeigen die Komplexität der Isolationsherstellung auf, da abhängig vom Bandmaterial, das Harz unterschiedlich aushärtet. Oberstes Ziel bei der Herstellung von Isolationsverbunden ist aber die Gleichmäßigkeit innerhalb des Materials um gleiche, in diesem Fall isolierende Eigenschaften gewährleisten zu können. Somit müssen Glimmerband, AGS und IPS in ihrer

Reaktivität aufeinander abgestimmt sein um eine gleichmäßige Aushärtung erzielen zu können.

Untersuchung von Schlüsselparametern für eine mögliche Bildung von Fehlstellen im Isolationsverbund

Wie bereits erwähnt, ist es ein wesentliches Ziel bei der Herstellung von Isolationsverbundmaterialien, Fehlstellen (wie harzreiche oder nicht vollständige ausgehärtete Bereiche) und somit frühzeitiges Versagen der Isolation zu vermeiden. Im Rahmen der Arbeit wurden daher unterschiedliche Prozessparameter im Detail untersucht, um Fehlstellen im Isolationsverbund zu reduzieren. Im ersten Schritt wurde das für die Harzhärtungsreaktion als Beschleuniger wirkende Zinknaphthenat untersucht, welches sich auf dem jeweiligen Bandmaterial befindet. Um eine mögliche quantitative Ausschwenne des Beschleunigers während der Tränkung zu untersuchen, wurde Harzproben an definierten Stellen (Bereiche unter Löchern der perforierten Sichtfensterplatte) des Isolationsverbundes entnommen und mit Referenzproben des Verbunds verglichen, wo kein Ausschwenne des Beschleunigers erwartet wurde. Die Untersuchung mittels FT-IR-Analyse zeigte, dass die Vorvernetzung in den Bereichen unter den simulierten Trennfolienlöchern weiter vorangeschritten war als in den übrigen Bereichen. Dies widerlegte die vermutete quantitative Migration (=Ausschwenne) des Beschleunigers während der Tränkung.

Des Weiteren wurde die Vorvernetzung des Tränklarzes in harzreichen Stellen im Verbund untersucht. Die harzreichen Stellen wiesen einen geringeren Aushärtegrad als die übrigen Stellen im Verbund auf, was sich durch die geringere Beschleunigermenge erklären lässt. Harzreiche Stellen sind somit zu vermeiden, da diese einen niedrigeren Aushärtegrad des Harzes zur Folge haben.

Im letzten Schritt wurde ein mögliches Ausrinnen des Harzes nach Tränkung bzw. während der Härtung bei erhöhter Temperatur untersucht. In einem ersten Schritt wurde der getränkte Verbund bei RT 15 min und bei 155°C 5 min senkrecht gelagert, wobei aber keine signifikante wieder ausgetretene Harzmenge entdeckt werden konnte. Als zweiter Versuch wurde der Versuchskörper mit perforierter Sichtfensterplatte bei 70°C einige Stunden mit den Löchern nach unten gelagert bevor er in der üblichen Position ausgehärtet wurde. Im gehärteten Isolationsverbund konnten ausgedehnte harzfreie Stellen identifiziert werden, welche ein mögliches Austreten des Harzes nach der Tränkung bestätigte. Basierend auf diesem Ergebnis wurde der Einfluss von ausgewählten Prozessparametern untersucht, die das Ausrinnen des Tränklarzes verhindern. Aus den Ergebnissen kann geschlossen werden, dass eine höhere Viskosität des Tränklarzes, eine höhere Reaktivität des AGS-Bandes, ein mehrlagiger AGS-Aufbau, eine verlängerte Imprägnierzeit, niedrigere Aushärtetemperaturen sowie ein höherer Verpressungsgrad ein unerwünschtes Ausrinnen des Tränklarzes wesentlich verringern können.

Insgesamt zeigten die Versuche, dass es sich bei der Herstellung der Hauptisolation von Statorstäbe um einen sehr komplexen Prozess handelt und viele Einflussgrößen berücksichtigt werden müssen, um die von den Kunden erwartete Qualität erzeugen zu können.

6 References

- [1] G. Destouni and H. Frank, "Renewable Energy," *AMBIO*, vol. 39, no. S1, pp. 18–21, 2010.
 - [2] G. Ardizzon, G. Cavazzini, G. Pavesi, "A new generation of small hydro and pumped-hydro power plants: Advances and future challenges," *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, vol. 31, pp. 746–761, 2014.
 - [3] Bernardo Rangoni, "A contribution on electricity storage: The case of hydro-pumped storage appraisal and commissioning in Italy and Spain," *Utilities Policy*, vol. 23, pp. 31–39, 2012.
 - [4] CIGRE Study Committee SC11, "Hydrogenerator Failures – Results of the Survey," 2003.
 - [5] Manfred Beyer, *Epoxidharze in der Elektrotechnik: Grundlagen, Verarbeitungsanlagen, Anwendungen und neue Erkenntnisse*. Grafenau/ Württ: Expert Verlag, 1983.
 - [6] W. Kaiser, *Kunststoffchemie für Ingenieure: Von der Synthese bis zur Anwendung*, 3rd ed. München: Hanser, 2011.
 - [7] Helmut Weiss, "Vorlesung zu Elektrotechnik 1: Vorlesungsbegleitende Unterlagen," Leoben, 2011.
 - [8] *Hydrogenerator Prinzip*. Available: http://upload.wikimedia.org/wikipedia/commons/7/7e/Water_turbine-de.png (2014, Jul. 02).
 - [9] Stadt Mannheim, *Der Roebelstab von Ludwig Roebel (1878 - 1934)*. Available: <https://www.mannheim.de/wirtschaft-entwickeln/roebelstab-ludwig-roebel-1878-1934> (2014, Apr. 11).
 - [10] Thomas Brügger, "Einfluss starker Lastwechseldynamik auf das Alterungsverhalten der Isolierung grosser Hydrogeneratoren," Dissertation, ETH Zürich, Zürich, 2011.
 - [11] D. C. Macdonald, "Circulating-current loss within Roebel-bar stator windings in hydroelectric alternators," in *Proceedings of the Institution of Electrical Engineers*, pp. 689–697.
 - [12] Johann Haldemann, "Transpositions in Stator Bars of Large Turbogenerators," *IEEE Transaction on Energy Conversion*, vol. 19, no. 3, pp. 553–560, 2004.
 - [13] Florian Senn, "Untersuchung elektrisch halbleitender Materialien für den Einsatz in Glimmschutzsystemen rotierender Hochspannungsmaschinen," Dissertation, Institut für Hochspannungstechnik und Systemmanagement, Technische Universität Graz, Graz, 2010.
 - [14] Herbert Fink, "Hochspannungstechnik und Isolationssysteme elektrischer Maschinen: Grundsätzlicher Isolationsaufbau," Weiz.
 - [15] J. E. Neal, A. G. Whitman, "The Role of Backing Materials in Micapaper-Based Insulations for HV Rotating Machines," *IEEE Electrical Insulation Magazine*, vol. 2, no. 4, pp. 30–34, 1986.
 - [16] Thomas Farr, "Zum Schädigungsmechanismus von Mica-Isoliersystemen," Dissertation, ETH Zürich, Zürich, 2004.
-

- [17] Ruben Vogelsang, "Time to Breakdown of High-Voltage Winding Insulations with Respect to Microscopic Properties and Manufacturing Qualities," Dissertation, ETH Zürich, Zürich, 2004.
- [18] S. W. Bailey, "Micas," *Review in Mineralogy*, no. 13, p. 123, 1984.
- [19] Hugo Strunz, Ernest H. Nickel, Ed, *Strunz Mineralogical Tables*, 9th ed. Stuttgart: Schweizerbart, 2001.
- [20] A. J. Shields, I. J. Kemp, "Degradation and breakdown of mica under partial discharge stressing," *Science, Measurement and Technology, IEE Proceedings*, no. 3, pp. 105–109, 2000.
- [21] Donald A. Bolon, "Epoxy Chemistry for Electrical Insulation," *IEEE Electrical Insulation Magazine*, vol. 11, no. 4, pp. 10–18, 1995.
- [22] F. Weyrauch, H. Stadtfeld, and C. Kissinger, "Harzinjektionsverfahren," in *Handbuch Verbundwerkstoffe*, pp. 271–293.
- [23] H. Schaumberg, Ed, *Werkstoffe und Bauelemente der Elektrotechnik: Polymere: Kapitel 18 - S.615-642*. Stuttgart: B. G. Teubner, 1997.
- [24] M. Tari, R. Brütsch, K. Yoshida, S. Sekito, J. Allison, A. Lutz, "HTC Insulation Technology Drives Rapid Progress of Indirect-Cooled Turbo Generator Unit Capacity," in *Power Engineering Society Summer Meeting*, pp. 1427–1432.
- [25] V. Sihvo, *Insulation system in an integrated motor compressor*. Lappeenranta: Lappeenranta teknillinen yliopisto / Lappeenranta University of Technology, 2010.
- [26] Gottfried W. Ehrenstein, Sonja Pongratz, *Beständigkeit von Kunststoffen*. München: Hanser, 2007.
- [27] *I.E.C. STANDARD 60505: Evaluation and Qualification of Electrical Insulation System*.
- [28] Pascal Leuchtman, *Einführung in die elektromagnetische Feldtheorie*. München: Pearson Studium, 2005.
- [29] Keith J. Laidler, Ed, *Chemical kinetics*, 1977.
- [30] J. K. Nelson, Y. J. Kim, "Assessment of deterioration in epoxy/mica machine insulation," *IEEE Transaction on Electrical Insulation*, vol. 27, no. 5, pp. 1026–1039, 1992.
- [31] Rudolf Brütsch, Makoto Tari, Klaus Fröhlich, Tilman Weiers, Ruben Vogelsang, "Insulation failure mechanisms of power generators," *IEEE Electrical Insulation Magazine*, vol. 24, no. 4, pp. 17–25, 2008.
- [32] A. Futukawa, S. Yamasaki, A. Murakaami, T. Kawakami, "Interaction mechanism between conductor and ground insulation of stator windings," *IEEE Transaction on Electrical Insulation*, no. 2, pp. 143–151, 1983.
- [33] D. M. Hepburn, I. J. Kemp, A. J. Shields, J. Cooper, "Degradation of epoxy resin by partial discharges," *Science, Measurement and Technology, IEE Proceedings*, no. 3, pp. 97–104, 2000.
- [34] C. Hudon, R. Bartnikas, M. R. Wertheimer, "Surface conductivity of epoxy specimens subjected to partial discharges," *Conference Record of the IEEE International Symposium on Electrical Insulation*, pp. 153–155, 1990.
- [35] D. L. Evans, "IEEE Working Group report of problems with hydrogenerator thermoset stator windings Part I – Analysis of survey," *Power Apparatus and Systems, IEEE*
-

- Transactions on*, vol. PAS-100, no. 7, pp. 3284–3291,
<http://ieeexplore.ieee.org/stamp/stamp.jsp?tp=&arnumber=4111005&isnumber=4110988>, 1981.
- [36] W. Zwicknagl, “Zum Dauerverhalten der Hochspannungsisolationen umlaufender elektrischer Maschinen,” *Journal für Elektrotechnik und Maschinenbau*, vol. 98, no. 6, pp. 221–233, 1998.
- [37] Ralf Bomba, Ulich Gross, Jorg Kaiser, “VGB data base generator damage cases,” *VGB PowerTech*, vol. 85, no. 11, pp. 87–92, 2005.
- [38] A. Wichmann, P. Grunewald, J. Weidner, “Betriebliche Einflussgrößen auf die elektrische Lebensdauer von Hochspannungsisolierungen in Turbogeneratoren,” *ETG Fachberichte*, vol. 16, pp. 44–48, 1985.
- [39] K. Kimura, Y. Kaneda, “Breakdown voltage and SEM observation on mica insulation systems after thermal aging and mechanical fatigue,” in *Proc. 7th Int. Symp. on High Voltage Engineering*, pp. 151–154.
- [40] Ralf Schledjewski, “Verarbeitung von Verbundwerkstoffen I,” Leoben, 2013.
- [41] *Reaktionsharze, Reaktionsmittel und Reaktionsharzmassen; Prüfverfahren*, 16945:1989-03, 1989.
- [42] C. B. Arends, *Polymer toughening*. New York: Marcel Dekker, 1996.
- [43] J. I. Kroschwitz, *High performance polymers and composites*. New York: Wiley, 1991.
- [44] C. A. May, *Epoxy resins: Chemistry and technology*, 2nd ed. New York: M. Dekker, 1988.
- [45] Joseph Khouri, “Polymerization kinetics of thermosets wie epoxide-functionalized polyhedral oligomeric silsesquioxane,” Department of Material Science and Engineering, McMaster University, Hamilton, 2012.
- [46] Simon Bickerton, Suresh G. Advani, “Characterization and modeling of race-tracking in liquidcomposite molding processes,” *Composites Science and Technology*, vol. 59, no. 15, pp. 2215–2229, 1999.
- [47] P. Mitschang, H. Stadtfeld, T. Stöven, F. Weyrauch, M. Latriille, M. Louis, M. Neitzel, G. Beresheim and F. Weyrauch, M. Latriille, M. Louis, M. Neitzel, G. Beresheim, “Grundlagen der Verarbeitungsprozesse,” in *Handbuch Verbundwerkstoffe*, pp. 155–227.
- [48] Jacob Bear, *Dynamics of fluids in porous media*. New York: Dover, 1988.
- [49] G. R. Langecker, “Vorlesungsunterlagen aus Rheologie II,” Leoben, 2007.
- [50] M. B. Roller, “Characterization of the time-temperature-viscosity behavior of curing B-staged epoxy resin,” *Polymer Engineering & Science*, vol. 15, no. 6, pp. 406–414, 1975.
- [51] Garschke, C, Parlevliet, P. P, Weimer, C, Fox, B. L, “Cure kinetics and viscosity modelling of a high-performance epoxy resin film,” *Polymer Testing*, vol. 32, no. 1, pp. 150–157, 2013.
- [52] Kiuna, N, Lawrence, C. J, Fontana, Q. P. V, Lee, P. D, Selerland, T, Spelt, P. D. M, “A model for resin viscosity during cure in the resin transfer moulding process,” *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 33, no. 11, pp. 1497–1503, 2002.
-

- [53] G. Mußbacher, *Wicklungsfertigung / Qualitätskontrolle des Tränkhharzes für die Vakuum-Tränkung: Prüfvorschrift*.
- [54] GESTIS Stoffdatenbank, *2,2-Bis(4-(glycidylloxy)phenyl)propan*. Available: [http://gestis.itrust.de/nxt/gateway.dll/gestis_de/016470.xml?f=templates\\$fn=default.htm](http://gestis.itrust.de/nxt/gateway.dll/gestis_de/016470.xml?f=templates$fn=default.htm) \$3.0 (2014, Jul. 07).
- [55] Royal Society of Chemistry, *Methylhexahydrophthalic Anhydride*. Available: <http://www.chemspider.com/Chemical-Structure.78373.html> (2014, Sep. 24).
-