

# Karakterisering av silikongummi for HVDC subsea-konnektorer

**Vemund Kaurstad Mørk**

Master i energi og miljø

Innlevert: juni 2016

Hovedveileder: Frank Mauseth, ELKRAFT

Medveileder: Øystein Hestad, SINTEF ENERGI

Norges teknisk-naturvitenskapelige universitet  
Institutt for elkraftteknikk



## **Problem description**

The demands towards future oil and gas production include increased recovery and long step-outs. Subsea processing is considered as one of the main issues in achieving these goals. To enable the next generation subsea boosting and processing facilities, high power electrical connectors are strongly needed and considered one of the most critical components. The project work will be a part of a four year research project on subsea connectors run by SINTEF Energy Research and NTNU in cooperation with several international connector manufacturers.

The master project will be mainly experimental. The main purpose of the work is to characterize conductivity of insulation materials that will be used in such connectors. The main task will be to characterize the materials electrical properties such as conductivity and dielectric response in dry and humid condition.



## Forord

Denne masteroppgaven er utført våren 2016 ved NTNU som del av studieprogrammet til Energi og Miljø, og teller som full belastning det siste semesteret av studiet. Oppgaven er knyttet til et overordnet forskingsprosjekt, High Voltage Subsea Connections, utført i samarbeid mellom SINTEF Energi og NTNU.

Jeg vil gjerne rette en takk til mine veiledere, Førsteamanuensis Frank Mauseth og forsker ved SINTEF, Øystein Hestad, for god hjelp under arbeidet med oppgaven. Jeg også rette en stor takk til SINTEF-forskerene Hans Helmer Sæternes og Tørbjørn Andersen Ve for verdifull hjelp med det eksperimentelle arbeidet.

Trondheim, Juni 2016

V.K. Mørk

Vemund Kaurstad Mørk



## Sammendrag

En subseakonnektor brukes til å koble sjøkabler sammen med elektrisk utstyr på havbunnen. En viktig komponent i subseakonnektoren er membranen som skal svipe av vann fra kontakten ved tilkobling til konnektoren. Et egnet materiale til denne membranen er silikongummi. I arbeidet med design av pålitelige subseakonnektorer er det viktig å vite hvordan silikongummis dielektriske og mekaniske egenskaper blir påvirket av vann.

For å kunne undersøke påvirkningen av vann er det essensielt å vite hvor raskt og hvor mye vann silikongummien tar opp. Vannopptaket i tynne silikonskiver nedsenket i vannbad og i fuktig luft (relativt fuktnivå > 97,2%) ble derfor målt ved 30, 60 og 90°C. Den dielektriske responsen ble målt med polarisasjons- og depolarisasjonsstrøm i tidsdomenet for påtrykte elektriske felt mellom 2-14 kV/mm. I frekvensdomenet ble det gjort måling av dielektrisk tapsfaktor,  $\tan(\delta)$ . I både tids- og frekvensdomenet ble den dielektriske responsen målt som funksjon av temperatur (30, 60 og 90°C) og vanninnhold. De mekaniske egenskapene ble målt med en strekktest av prøveobjekt kondisjonert i vannbad på 30, 60 og 90°C.

Følgende konklusjoner kan trekkes fra forsøkene som er utført:

- Vekten reduseres over tid for alle prøver i vannbad og i fuktig luft. Vektreduksjonen øker med temperatur, og ved 60 og 90°C observeres utfelt materie i vannbadet etter ca. 150 døgn.
- Ledningsevnen er sterkt temperaturavhengig og tilnærmet ohmsk for felt opp til 14 kV/mm.
- Det er ingen signifikant forskjell i ledningsevne for tørre og våte prøveobjekt.
- Det bygges opp romladning under målingen av ledningsevne som trolig er forklaring på at toppunktet til polarisasjonsstrømmen blir forsinket ved høye felt og temperaturer.
- Strekkstyrken reduseres tilsynelatende med ~20% for prøver i kondisjonert 63 døgn i vannbad på 90°C, og det er korrelasjon mellom reduksjon av strekkstyrke og vektreduksjon i vannbad.





## Abstract

A subsea connector is used to connect subsea cables and electrical equipment at seabed. A key component in the subsea connector is the membrane used to wipe water of the contact during mating and demating with the connector. A suitable membrane material is silicon rubber (SiR). In the design of reliable connectors it is of interest to study how water content influence the dielectric and mechanic properties of the silicone rubber.

When studying the impact of water it is essential to know how fast and how much water that is absorbed by the silicone rubber. The water uptake in thin silicone rubber sheets was therefore measured as function of temperature. The dielectric response was measured in the time domain with charging and discharging currents, with applied electric stress in the range of 2-14 kV/mm. In the frequency domain the dielectric loss factor,  $\tan(\delta)$ , was measured. The measurements, in both time and frequency domain, was performed as function of temperature (30, 60 and 90°C) and water content. The mechanical properties were studied with a tensile test of samples conditioned in water at 30, 60 and 90°C.

From this work, the following conclusions can be made:

- The weight of all samples used in water uptake measurements decreases with time. The weight reduction is greater at higher temperatures, and at 60 and 90°C it is observed a precipitated matter in the water container after about 150 days.
- The conductivity is strongly temperature dependent and approximately ohmic for applied electric stress in the range of 2-14 kV/mm
- No significant difference in conductivity is measured for dry and wet samples.
- Space charge buildup is present in the charge current measurement and is most likely causing the delay in the peak amplitude that is observed.
- The tensile strength is possibly reduced with ~20% for samples conditioned 63 days i water at 90°C, and correlates with the weight reduction measured for samples in water.



# Innholdsfortegnelse

Problem description . . . . .	i
Forord . . . . .	iii
Sammendrag . . . . .	v
Abstract . . . . .	vii
<b>1 Introduksjon</b>	<b>1</b>
1.1 Bakgrunn . . . . .	1
<b>2 Teori</b>	<b>3</b>
2.1 Silikongummi . . . . .	3
2.2 Fuktopptak . . . . .	3
2.2.1 Løslighetskoeffisient . . . . .	4
2.2.2 Relativ fukt . . . . .	4
2.2.3 Diffusjonskoeffisient . . . . .	5
2.2.4 Temperaturavhengighet . . . . .	7
2.3 Polariseringsmekanismer . . . . .	8
2.4 Ledningsevne . . . . .	9
2.5 Dielektrisk respons . . . . .	10
2.5.1 Dielektrisk respons i tidsdomenet . . . . .	11
2.5.2 Dielektrisk respons i frekvensdomenet . . . . .	13
2.5.3 Temperaturavhengighet . . . . .	15
<b>3 Eksperimentelt</b>	<b>17</b>
3.1 Fremstilling av prøveobjekter . . . . .	17

3.1.1	Blanding av prøvemateriale . . . . .	17
3.1.2	Pressing av prøveobjekter . . . . .	17
3.1.3	Prøveobjekt til måling av fuktopptak . . . . .	19
3.1.4	Prøveobjekt til måling av dielektrisk respons . . . . .	19
3.1.5	Testcelle for dielektrisk respons . . . . .	20
3.2	Målemetoder . . . . .	22
3.2.1	Fuktopptak for prøver i vannbad . . . . .	22
3.2.2	Fuktopptak for prøver i fuktig luft . . . . .	23
3.2.3	Dielektrisk respons i tidsdomenet . . . . .	25
3.2.4	Dielektrisk respons i frekvensdomenet . . . . .	27
3.2.5	Mekaniske egenskaper . . . . .	28
<b>4</b>	<b>Resultat og Diskusjon</b>	<b>31</b>
4.1	Fuktopptaksmålinger . . . . .	31
4.1.1	Fuktopptak for prøver i vannbad . . . . .	32
4.1.2	Fuktopptak for prøver i fuktig luft . . . . .	36
4.1.3	Diffusjonskoeffisient . . . . .	40
4.1.4	Løslighetskoeffisient . . . . .	42
4.2	Dielektrisk respons . . . . .	43
4.2.1	Dielektrisk respons i frekvensdomenet . . . . .	43
4.2.2	Dielektrisk respons i tidsdomenet . . . . .	47
4.3	Mekaniske egenskaper . . . . .	53
<b>5</b>	<b>Konklusjon</b>	<b>57</b>
5.1	Videre arbeid . . . . .	58
<b>A</b>	<b>Fuktnivå for prøver i fuktig luft</b>	<b>59</b>
<b>B</b>	<b>Dielektrisk respons</b>	<b>60</b>
B.1	Datagrunnlag for beregning av ledningsevne i frekvensdomenet . . . . .	60
B.2	Polstrøm ved 3kV, 90°C for prøveobjekt 3 (S3) . . . . .	62
B.3	Ledningsevne som funksjon av felt. Uten prøveobjekt 1 . . . . .	63

B.4 Datagrunnlag for beregning av ledningsevne i tidsdomenet . . . . .	64
<b>C Romladningsmåling</b>	<b>65</b>
<b>D Temperaturavhengig ledningsevne</b>	<b>66</b>
D.1 Tørre prøveobjekt . . . . .	66
D.2 Prøveobjekt i 90%RH . . . . .	67
D.3 Tørre prøveobjekt ekskludert prøveobjekt 1 . . . . .	67
<b>E Datagrunnlag fra strekktest</b>	<b>68</b>
<b>F Datablad: Elastosil LR 3003/60 A/B</b>	<b>70</b>
<b>Referanser</b>	<b>73</b>



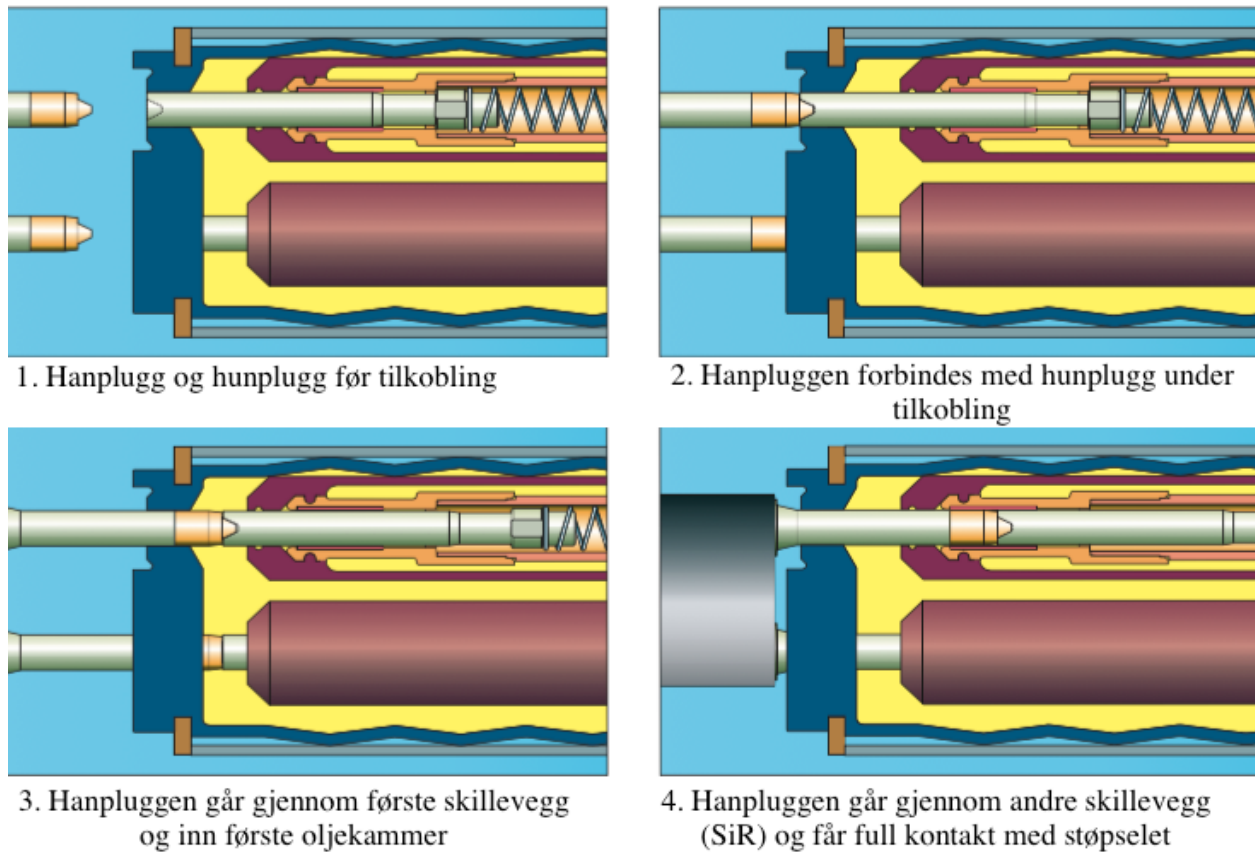
# Kapittel 1

## Introduksjon

### 1.1 Bakgrunn

Overføring av elektrisk kraft over havområder skjer på havbunnen med sjøkabler. Denne overføringen skjer ofte over lange avstander og en konvensjonell HVAC-kabel vil da ha en begrenset overføringslengde grunnet de kapasitive strømmene. En løsning på dette problemet er å benytte HVDC-kabler som ikke har samme begrensning. Av denne grunn kan HVDC-kabler gi energi til elektrisk utstyr som oljepumper og separasjoner på havbunnen langt unna en oljeplattform eller FPSO (Floating Storage and Offloading Vessel). HVDC-kabler kan også brukes til å transportere fornybar energi produsert fra offshore vindparker til strømmettet, eller til å overføre energi mellom land i et stort HVDC-nettverk (super grid). Dette er viktig for forsyningssikkerheten når mer og mer effekt blir levert fra fornybare kilder som sol og vind. Eksempelvis muliggjør sjøkabler at norsk vannkraft kan fungere som et grønt batteri for Europa.

I tilkoblingspunktet mellom det elektriske utstyret på havbunnen og sjøkabelen brukes en subsea-konnektor. Figur 1.1 viser en prinsipiell skisse over hvordan en slik konnektor fungerer. Under tilkobling er det nødvendig med en membran som sviper vann fra hannkontakten som blir tilkoblet. Silikongummi (SiR) er hensiktsmessig å bruke som membran siden den både er en god isolator og et elastisk materiale, som er nødvendig i en tilkobling der noe må fortregnes. Det vil alltid være vann som trenger inn i konnektoren gjennom diffusjon og under tilkobling. Målet med denne oppgaven er av den grunn å undersøke hvordan vann påvirker de elektriske



Figur 1.1: Prinsippskisse av tilkoblingen til en subseakonnektor [Siemens \(2013\)](#).

og mekaniske egenskapene til silikongummien. Dette er viktig informasjon for å kunne designe pålitelige HVDC subsea-konnektorer.

Arbeidet som er utført er hovedsakelig eksperimentelt. Oppgaven inneholder fuktopptaksmålinger for tynne prøveobjekt av silikongummi. Dielektrisk respons har blitt målt i både frekvens- og tidsdomenet som funksjon av temperatur og fuktinnhold, og de mekaniske egenskapene er målt med en strekktest av våte og tørre prøveobjekt.

Det har vært gjort søk i tilgjengelig litteratur etter forsøk som har gjort liknende målinger på silikongummi, men med begrenset resultat. Sammenlikningsverdien på det som er funnet er også begrenset siden innholdet i silikongummien er hemmeligholdt fra leverandøren.



# Kapittel 2

## Teori

### 2.1 Silikongummi

Silikongummi er en polymer bygget opp av lange molekylkjeder som er tverrbundet i et nettverk med kjemiske bindinger mellom molekylene. De kjemiske bindingen blir dannet i en vulkaniseringsprosess, og materialet vil derfor beholde sin form og ikke smelte ved høy temperatur (Ildstad, 2014). Det finnes ingen spesiell orden i molekylenes plassering i forhold til hverandre i denne strukturen og materialet er dermed amorft. Siden silikongummien er amorft, og molekylene i materiale er i konstant bevegelse på grunn av termisk energi, vil det finnes ledig volum mellom molekylene. Dette frie rommet er i silikonet stort nok til å la små molekyll som vann okkupere plassen. Dette er utgangspunktet for vannopptaket i polymerer (Duncan et al., 2005).

### 2.2 Fuktopptak

Vann kan bevege seg gjennom polymerer på to måter. Enten som væske og gass gjennom porer, eller som oppløst vann mellom molekylkjedene i polymerstrukturen. For sistnevnte deles vanntransporten inn i tre deler: absorpsjon, diffusjon og desorpsjon. Absorpsjon beskriver hvordan vannet trekker inn i polymerstrukturen, diffusjon beskriver hvordan vannet transporteres gjennom polymerstrukturen, og desorpsjon beskriver hvordan vannet forsvinner ut av polymeren (Duncan et al., 2005).

### 2.2.1 Løslighetskoeffisient

Absorpsjon foregår ved at vann kondenserer på overflaten av polymeren og trekker inn i det ledige volumet i polymeren. Hvor mye som absorberes avgjøres av partielltrykket til vanndampen ved overflaten av polymeren og konsentrasjonen av oppløst vann rett innenfor overflaten av polymeren. Sammenhengen er gitt ved Henrys lov ([Crank, 1968](#)):

$$C = S \cdot p \quad (2.1)$$

hvor  $C$  er konsentrasjonen av vann i polymeren,  $p$  er damptrykket (partielltrykket) av vannet rundt polymeren og  $S$  er løslighetskoeffisienten. Løslighetskoeffisienten forteller hvor mye vann som blir absorbert av polymeren. I tilfelle der en polymer er mettet med vann kan metningskonsentrasjonen skrives som ([Ildstad, 2014](#)):

$$C_s = S \cdot p_s \quad (2.2)$$

der  $C_s$  er metningskonsentrasjonen, som vil si den maksimale mengden vann polymeren kan ta opp uavhengig av tid, og  $p_s$  er damptrykket ved metning.

Damptrykket ved forskjellige temperaturer kan beregnes ved Clausius-Clapeyrons likning ([Salby L, 1959](#)):

$$\ln\left(\frac{p}{p_0}\right) = \frac{\Delta h}{R} \left(\frac{1}{T_0} - \frac{1}{T}\right) \quad (2.3)$$

der  $p_0$  er et kjent partielltrykk ved en kjent temperatur  $T_0$ .  $\Delta h$  er entalpien som må til for å fordampe vannet og  $R$  er gasskonstanten.

### 2.2.2 Relativ fukt

Polymerer som kondisjoneres i luft som er mettet med vann vil nå samme metningskonsentrasjon som polymerer kondisjonert i vann. Hvis derimot luften ikke er mettet vil konsentrasjonen av vann i polymeren,  $C$ , være lavere enn metningskonsentrasjonen,  $C_s$ . Forholdet mellom

disse gir den relative fuktigheten i polymeren (relative humidity) (Ildstad, 2014) :

$$R_h = \frac{C}{C_s} \cdot 100\% \quad (2.4)$$

der  $R_h$  er den relative fuktigheten. Relativ fuktighet er aktuelt for måling av dielektrisk respons på fuktige prøver hvor man er interessert i å ha samme vannkonsentrasjon i prøven ved ulik temperatur. Den relative fuktprosenten må da endres for hver temperatur for å holde vannkonsentrasjonen lik.

### 2.2.3 Diffusjonskoeffisient

Transporten av vann inne i polymerstrukturen kommer som følge av de termiske bevegelsene til vannmolekylene. De beveger seg i tilfeldig retning i det ledige volumet mellom molekylkjedene, men på grunn av konsentrasjonsforskjeller vil vannet transporteres i en retning (Crank, 1968). Ved lave konsentrasjoner er det antatt at Henrys lov er gjeldene og at det dermed er en lineær sammenheng mellom damptrykket og konsentrasjonen av vann rett innenfor overflaten. Det vil da finnes en konsentrasjonsgradient for vannet inn i polymeren. I kraft av denne gradienten diffunderer vann i henhold til Fick's diffusjonslov (Ildstad, 2014):

$$\frac{\delta C}{\delta t} = D \nabla^2 C \quad (2.5)$$

hvor  $D$  er diffusjonskoeffisienten og angir hastigheten på vannopptaket. Gitt av denne likningen kan vannkonsentrasjonen beregnes som funksjon av tid  $t$  og geometrisk posisjon. (Ildstad, 2014).

#### Beregning av diffusjonskoeffisient

For en tynn film vil vannopptaket hovedsakelig skje over en flate og konsentrasjonsgradienten sees på som 1-dimensjonal (Ildstad, 2014). Om filmen blir plassert i fuktige omgivelser kan det relative masseopptaket i filmen måles med følgende formel (Gong et al., 2013):

$$\Delta m(t) = \frac{m(t) - m_0}{m_0} \quad (2.6)$$

der  $m(t)$  er vekten av prøven etter tiden  $t$  og  $m_0$  er tørrvekten til materialet. Hvis det kun er absorpsjon av vann som forekommer når filmen blir plassert i fuktige omgivelser vil det relative masseopptaket tilsvare vannkonsentrasjonen i filmen. Det er av interesse å lage en modell for dette vannopptaket og om det ikke er interaksjon mellom vannmolekylene og polymeren diffunderer vannet i henhold til Fick's diffusjonslov (likning 2.5). En forenklet formel for vannopptaket,  $C_{FD}$ , kan da skrives som (Ildstad, 2014):

$$C_{FD}(t) = C_s \left( 1 - \exp \left[ -7,3 \left( \frac{Dt}{l^2} \right)^{0,75} \right] \right) \quad (2.7)$$

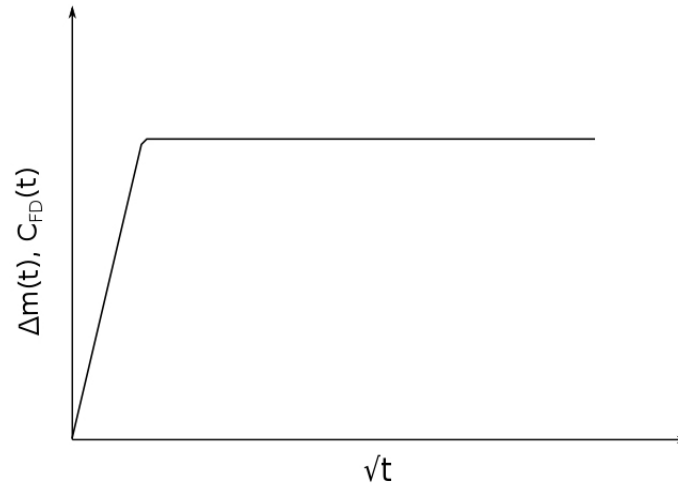
Formelen viser at vannopptaket vil være størst til å begynne med og så avta omvendt eksponentielt med økende tid,  $t$ . Det maksimale vanninnholdet ved metning er gitt ved  $C_s$ . Diffusjonskoeffisienten,  $D$  angir hastigheten på opptaket og  $l$  er tykkelsen på filmen. En tilnærmet verdi for diffusjonskoeffisienten kan finnes ved velge en  $D$  slik at likning 2.7 og likning 2.6 overlapper (Ildstad, 2014). Det vil da si at likning 2.7 er en kurvetilpasning vannopptaket. Det er vanlig å plote vannopptaket som funksjon av redusert tid ( $\sqrt{t}$ ). Dette gjøres fordi en konstant diffusjonskoeffisient vil over kort tid være en rett linje (Ildstad, 2014). En fickisk kurvetilpasning vil ha formen som kurven vist i figur 2.1.

### Langmuir-modell

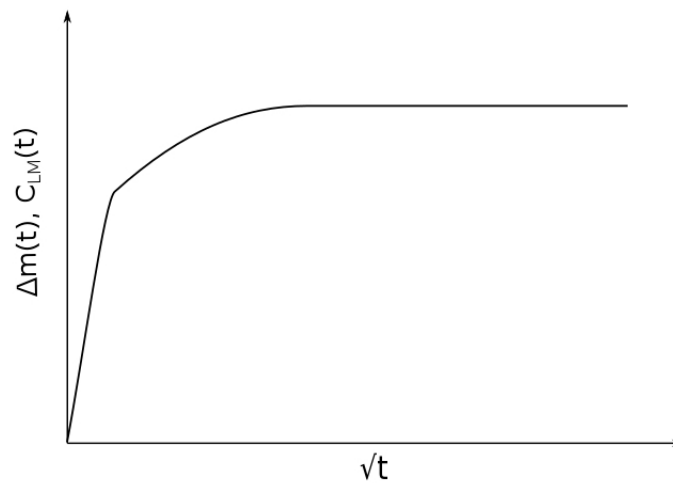
I tilfellet der det er interaksjon mellom de absorberte vannmolekylene og polymeren er ikke vannopptaket lengre Fickisk. En modell som tar hensyn til denne interaksjonen er langmuir-modellen og i følge denne kan vanninnholdet i polymeren,  $C_{LM}(t)$  beskrives med følgende formel (Lutz et al., 2012):

$$C_{LM}(t) = C_s \left( \frac{\beta}{\alpha + \beta} \exp(-\alpha t) \left( \frac{C_{FD}(t)}{C_s} - 1 \right) + \exp(-\beta t) \left( \frac{\beta}{\beta + \alpha} - 1 \right) + 1 \right) \quad (2.8)$$

der  $\alpha$  er bindingskoeffisient og  $\beta$  er ikke-bindingsskoeffisient (de-bounding). I spesialtilfelle der det ikke er interaksjon mellom vannmolekylene og polymeren blir likning 2.8 lik likning 2.7 siden  $\alpha = 0$  og  $\beta = 1$  (Lutz et al., 2012). Denne kurvetilpasningen har formen som vist i figur 2.2.



Figur 2.1: Fickisk kurvetilpasning av vannopptak som funksjon av redusert tid.



Figur 2.2: Langmuir-modellen av vannopptaket som funksjon av redusert tid.

#### 2.2.4 Temperaturavhengig fuktopptak

Generelt vil både absorpsjon og diffusjon i polymerer stige med økt temperatur. Dette kommer hovedsakelig fra den økte bevegelsen i molekylljedene, og det økte partielltrykket til vandampen, ved høyere temperaturer. Økt molekylær bevegelse gir mer ledig volum hvor vannet kan diffundere og høyere vandamptrykk øker absorpsjonen. Temperaturavhenigheten for

løselighets- og diffusjonskoeffisienten kan uttrykkes ved Arrheniusrelasjon (Ildstad, 2014):

$$D = D_0 \exp(-E_D/RT) \quad (2.9)$$

$$S = S_0 \exp(-E_S/RT) \quad (2.10)$$

hvor  $D_0$  og  $S_0$  er løslighets- og diffusjonskoeffisienten ved uendelig temperatur.  $E_D$  er energien som skal til for at et vannmolekyl skal diffundere gjennom materialet,  $E_S$  er energien som skal til for at et vannmolekyl skal absorberes og  $R$  er gasskonstanten. (Ildstad, 2014)

## 2.3 Polariseringsmekanismer

Polariseringsmekanismer beskriver et isolasjonsmateriales evne til å rette seg etter et påtrykt elektrisk felt og deles inn i fire typer mekanismer (Ildstad, 2014):

### 1. Elektronisk polarisering

Når et atom blir plassert i et elektrisk felt vil elektronene som går i bane rundt kjernene i snitt samle seg mer på en side av atomet. Dermed er det ikke lengre symmetri rundt likevektspunktet i atomet og det blir dannet et midlertidig dipolmoment. Dette dipolmomentet er en momentan mekanisme og størrelsen er proporsjonal med feltet. Det betyr at dipolene opphører i det det elektriske feltet forsvinner.

### 2. Ionisk polarisering

Et materiale med ioniske bindinger har en symmetrisk struktur og i utgangspunktet ikke netto dipolmoment, men dersom et elektrisk felt påtrykkes blir de positive og negative ionene dratt i hver sin retning. Resultatet blir da et momentant dipolmoment.

### 3. Orienteringspolarisasjon

Noen molekyler har usymmetrisk plassering av elektroner og danner dermed permanente dipoler. Om et elektrisk felt påtrykkes vil dipolene orientere seg etter feltet. Orienteringstiden avhenger av hvor fritt molekylene kan bevege seg. Om feltendringen er litt raskere enn orienteringstiden klarer ikke dipolene å følge feltet lengre. Dette gir en intern friksjon

i molekylkjeden og aktive tap i materialet. Når feltendringene blir mye raskere enn orienteringstiden rekker ikke dipolene å rette seg etter feltet i det hele tatt og har da ingen aktive tap. Typisk frekvens for dipoltap er derfor mellom  $10^6 - 10^{10} \text{ Hz}$ .

#### 4. Grenseflatepolarisering

I et isolasjonsmateriale kan det være områder hvor det ikke er ideell plassering mellom atomer, molekyler og ioner. Dette skaper urene overflater og om det er frie elektroner i isolasjonsmaterialet vil disse bevege seg mot disse overflatene, og danne et lokalt elektrisk felt. Disse feltene vil skape lokale grenseflatetap.

Av disse 4 polariseringsmekanismene er 1 og 2 regnet som momentane polariseringmekanismer og bidrar ikke til aktive tap. Det gjør derimot polariseringsmekanisme 3 og 4 som er karakterisert som relaksjonsmekanismer og vil bidra til tap.

## 2.4 Ledningsevne

Et ideelt isolasjonsmateriale leder ikke strøm, men dette er umulig da det alltid vil finnes noen frie ladningsbærere i materialet. Ved påtrykk at et elektrisk felt beveger ladningsbærerne seg gjennom materialet som gir en strøm. Strømtettheten avhenger av ledningsevnen til materialet og det påtrkte elektriske feltet, vist med en generalisering av Ohms lov ([Ildstad, 2014](#)):

$$J = \sigma \cdot E \quad (2.11)$$

Ledningsevnen er avhengig av konsentrasjon ladningsbærere som kan bevege seg gjennom materialet, størrelsen på ladningsbærerne og hvor mobile de er ([Ieda, 1984](#)):

$$\sigma = \sum_{i=1}^n n_i q_i \mu_i \quad (2.12)$$

hvor  $n_i$  er konsentrasjon,  $q_i$  størrelsen, og  $\mu_i$  er mobiliteten til ladningsbærerne. Ledningsevnen vil være summen av bidragene fra hver type ladningsbærer.

## 2.5 Dielektrisk respons

Både polariseringsmekanismer og ledningsevnen bidrar til dielektriske tap i et isolasjonsmateriale. Hvor store disse tapene er kan måles med den dielektriske responsen. Den dielektriske responsen forteller hvilke strømmer som oppstår i materialet ved påtrykk av et elektrisk felt. Det er vanlig å måle den dielektriske responsen i både frekvens- og tidsdomenet siden tapene både er tids- og frekvensavhenige. Utgangspunktet for måling av den dielektriske responsen er den elektriske flukstettheten,  $D$ . Den er en funksjon av det påtrykte elektriske feltet og polariseringen til materialet (Helgeson and Gäfvert, 1998):

$$D(t) = \epsilon_0 E(t) + P(t) \quad (2.13)$$

der  $E(t)$  er det elektriske feltet,  $P(t)$  er polariseringen til materialet og  $\epsilon_0$  er permitiviteten for vakuum. Polariseringsmekanismerne kan som forklart i avsnitt 2.3 deles inn i de momentane polariseringsmekanismerne og relaksjonsmekanismerne:  $P(t) = P_{momentan}(t) + P_{relaksjon}(t)$ . Relaksjonsmekanismerne er definert som (Helgeson and Gäfvert, 1998):

$$P_{relaksjon}(t) = \epsilon_0 \int_0^t f(\tau) E(t - \tau) d\tau \quad (2.14)$$

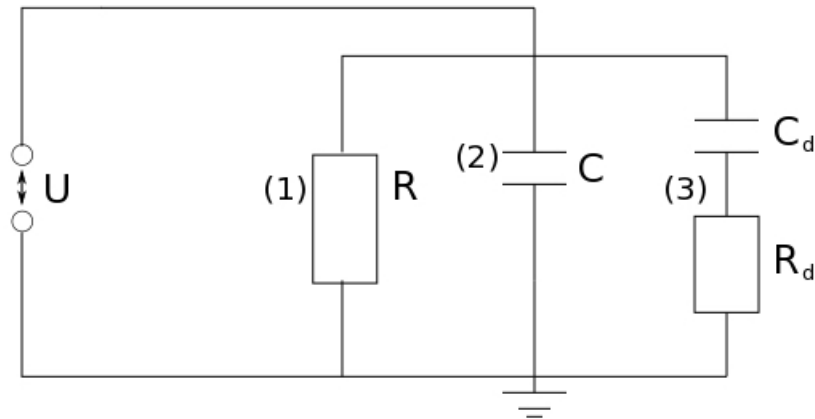
der er  $f(t)$  den dielektriskerespons-funksjonen og har følgende karakteristikk (Helgeson and Gäfvert, 1998):

$$f(t) \equiv 0 \quad \forall \quad t < 0 \quad \text{og} \quad \lim_{t \rightarrow 0} f(t) = 0 \quad (2.15)$$

Teoretisk kan strømmen som oppstår i isolasjonsmaterialet ved et påtrykt elektrisk felt deles inn i tre deler og modelleres som i figur 2.3. Denne figuren viser strømbidragene fra ledningsevnen, de momentane polariseringsmekanismerne og relaksjonsmekanismerne.

Det er kun bidragene fra ledningsevnen og relaksjonsmekanismerne som bidrar til de aktive tapene, og er derfor modellert med motstandene  $R$  og  $R_d$ . Relaksjonsmekanismen bidrar til tap kun i et frekvensområde og har derfor kapasitansen  $C_d$  i sin gren. De tapsfrie strømmene i materialet er modellert med kapasitansen,  $C$ . Totalstrømmen gjennom materialet er frekvensavhengig og vil ved veldig høye frekvenser være tilnærmet kapasitiv, mens ved veldig lave, tilnærmet resistiv. I frekvensområde i mellom bidrar også relaksjonsmekanismerne til tapene.





Figur 2.3: Teoretisk inndeling av strømbidragene under måling av dielektrisk respons (1) Bidrag fra ledningsevne, (2) Bidrag fra momentan polariseringsmekanismer, (3) Bidrag fra relaksjonsmekanismer,  $U$  er spenningen over materialet.

Det er derfor nødvendig å måle den dielektriske responsen i både tids- og frekvensdomenet for å kunne skille mellom de ulike strømbidragene.

### 2.5.1 Dielektrisk respons i tidsdomenet

I tidsdomenet er det strømbidraget fra ledningsevnen som skal undersøkes. Strømtettheten i isolasjonsmaterialet kan i tidsdomenet uttrykkes med følgende formel (Ildstad, 2014):

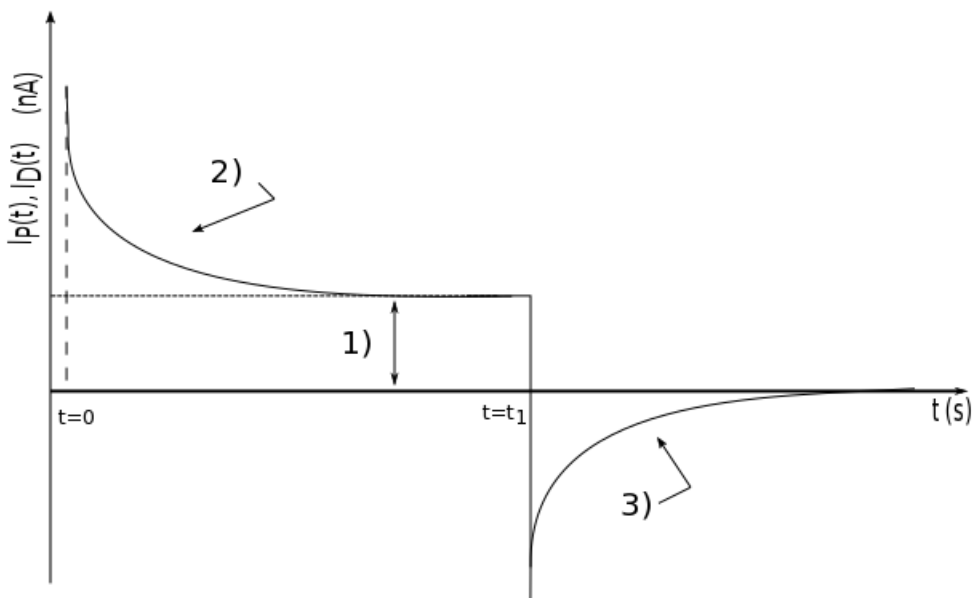
$$J(t) = \sigma E(t) + \frac{d}{dt}D(t) \quad (2.16)$$

der  $J(t)$  er strømtettheten. Ved å sette inn likning 2.13 og 2.14 for den elektriske flukstettheten kan strømtettheten uttrykkes som (Helgeson and Gäfvert, 1998):

$$J(t) = \sigma E(t) + \epsilon_0 \frac{d}{dt} \left( \epsilon_r E(t) + \int_0^t f(\tau) E(t - \tau) d\tau \right) \quad (2.17)$$

der  $\epsilon_r$  er den relative permittiviteten til materialet. Det gis av likning 2.17 at strømtettheten er avhengig av strømbidragene fra både konduktiviteten og relaksjonsmekanismene. Ved å måle strømmen gjennom isolasjonsmateriale ved både opp- og utladning av materialet kan disse bidragene teoretisk skilles ved å anta at strømbidraget fra relaksjonsmekanismen er lik ved begge

tilfeller. (Ildstad, 2014) I praksis gjøres dette ved å først måle strømforløpet til isolasjonsmateriale med en stabil DC-kilde tilkoblet. Polarisasjonsstrømmen ( $I_P(t)$ ) som da måles er summen av ledningsevnestrømmen og polariseringsmekanismene. Deretter blir spenningskilden jordet og en depolarisasjonsstrøm ( $I_D(t)$ ) måles. Depolarisasjonsstrømmen vil kun ha strømbidrag fra polariseringsmekanismer siden det elektriske feltet er lik 0 når spenningskilden er jordet. Videre i oppgaven vil polarisasjonsstrøm og depolarisasjonsstrøm bli omtalt som pol- og depolstrøm. Et typisk strømforløp er vist i figur 2.4.



Figur 2.4: Typisk strømforløp ved måling i tidsdomenet. 1) Ledningsevnestrøm, 2)Polarisasjonsstrøm, 3)Depolarisasjonsstrøm. Ved  $t = t_0$  og  $t = t_1$  blir spenningen henholdsvis skrudd på og av, og bidraget fra de momentane relaksjonsmekanismene vises ved disse øyeblikkene. Figuren er modifisert fra kilden (Hvidsten, 2012).

Hensikten med målingen er å skille de to strømbidraget slik at ledningsevnen kan beregnes. Det kan gjøres med følgende formel (Hvidsten, 2012):

$$I_P(t) = U_0 C_0 \left( \frac{\sigma}{\epsilon_0} + f(t) \right) \quad 0 < t < t_1 \quad (2.18)$$

$$I_D(t) = U_0 C_0 (-f(t)) \quad t > t_1 \quad (2.19)$$

her er  $U_0$  anvendt DC-spenning,  $C_0$ ,  $\epsilon_0$  er kapasitans, og permitivitet i vakuum.  $f(t)$  er dielektrisk responsfunksjon som følge av polariseringsmekanismer. Ved å legge sammen likning 2.18 og 2.19 kan konduktiviteten beregnes (Hvidsten, 2012) som:

$$\sigma = \frac{\epsilon_0}{U_0 C_0} (I_P(t) + I_D(t)) \quad (2.20)$$

Kapasitansen til materialet kan uttrykkes som  $C_0 = \frac{\epsilon_0 A}{d}$  der  $d$  og  $A$  er henholdsvis tykkelsen og arealet til isolasjonsmaterialet. Ved å sette inn for kapasitansen kan konduktiviteten beregnes som:

$$\sigma = \frac{d}{U_0 \cdot A} (I_P(t) + I_D(t)) \quad (2.21)$$

## 2.5.2 Dielektrisk respons i frekvensdomenet

Et alternerende elektrisk felt fører til at dipolene i materialet konstant må endre retning (se også orienteringspolarisasjon 2.3). Når frekvensen blir tilstrekkelig høy stater dipolene og henge etter det alternerende feltet og gir et dipoltap. Den elektriske flukstettheten,  $D$ , vil dermed også henge etter det elektriske feltet. Hvor langt etter angis av vinkelen  $\delta_1$ . Denne vinkelen kan uttrykkes som den komplekse permitiviteten,  $\epsilon^*$ . Den elektriske flukstettheten kan med disse betingelsene uttrykkes i frekvensdomenet som (Ildstad, 2014):

$$\vec{D} = \epsilon_0 \vec{E} + \vec{P} = D * e^{-j\delta_1} = \epsilon^* \epsilon_0 E = (\epsilon'_r - j\epsilon''_r) \epsilon_0 \vec{E} \quad (2.22)$$

her er  $\epsilon'_r$  den reelle permitiviteten som er tilnærmet lik den relative permitiviteten til materialet,  $\epsilon_r$ .  $\epsilon''_r$  er den imaginære permitiviteten. Med dette uttrykket for den elektriske flukstettheten kan et uttrykket for tapsstrømmene i frekvensdomenet finnes (Ildstad, 2014):

$$\begin{aligned} \vec{J} &= \sigma \vec{E} + j\omega \vec{D} \\ \vec{J} &= \sigma \vec{E} + j\omega (\epsilon'_r - j\epsilon''_r) \epsilon_0 \vec{E} \\ \vec{J} &= \sigma \vec{E} + j\omega \epsilon'_r \epsilon_0 (1 - \tan(\delta_1)) \vec{E} \\ \vec{J} &= (\omega \epsilon'_r \epsilon_0 \tan(\delta_1) + \sigma) \vec{E} + j\omega \epsilon'_r \epsilon_0 \vec{E} \end{aligned} \quad (2.23)$$

der  $\omega = 2\pi f$  er vinkelfrekvensen og funksjon av frekvensen til spenningskilden. Det vil kun være den reelle delen av strømtettheten som bidrar til aktive tap:

$$\operatorname{Re}\{\vec{J}\} = (\omega\epsilon'_r\epsilon_0 \tan(\delta_1) + \sigma)\vec{E} \quad (2.24)$$

Under måling av dielektrisk respons med AC-spenning er det umulig å skille tapsbidragene fra ledningsevnen og polariseringsmekanismene. Det er derfor vanlig å samle alle tapsstrømme i en felles tapsfaktor,  $\tan(\delta)$  (Ildstad, 2014):

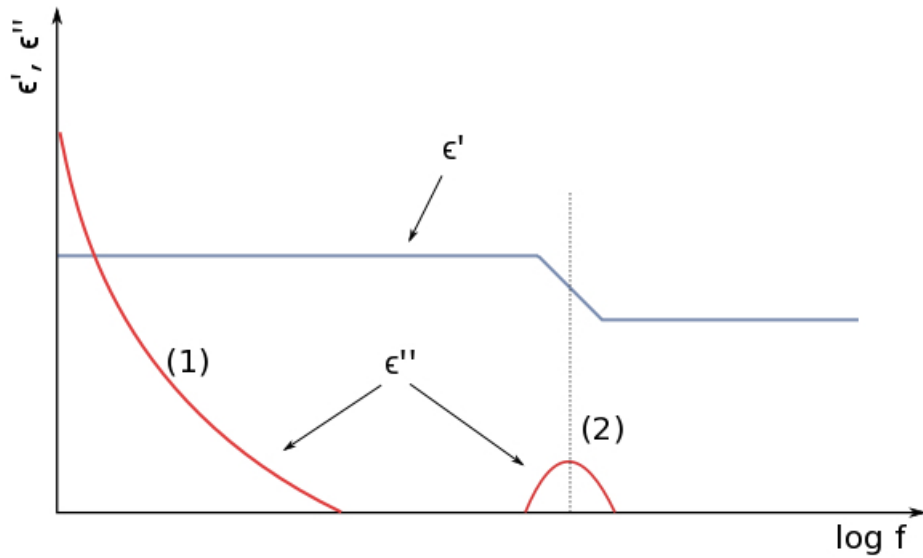
$$\operatorname{Re}\{\vec{J}\} = \omega\epsilon'_r\epsilon_0 \tan(\delta)\vec{E} \quad (2.25)$$

$$\tan(\delta) = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} = \tan(\delta_1) + \frac{\sigma}{\omega\epsilon'_r\epsilon_0} = \frac{\epsilon''}{\epsilon'} + \frac{\sigma}{\omega\epsilon'_r\epsilon_0} \quad (2.26)$$

der  $\tan(\delta_1) = \frac{\epsilon''}{\epsilon'}$  er tapsfaktoren kun forårsaket av relaksjonsmekanismer og  $\frac{\sigma}{\omega\epsilon'_r\epsilon_0}$  gir tapsbidraget fra ledningsevnen til materialet. Ved lave frekvenser er det elektriske feltet over materialet tilnærmet konstant. De kapasitive strømmer og polariseringsmekanismene kan da neglisjeres, og et uttrykk for ledningsevnen kan approksimeres ut fra tapsfaktoren (2.26) (Ildstad, 2014):

$$\sigma \approx \omega\epsilon'_r\epsilon_0 \tan(\delta) \quad (2.27)$$

Likning 2.27 gjelder kun når  $\epsilon''$  nærmer seg området beskrevet som (1) i figur 2.5. Denne figuren viser den komplekse permitiviteten i frekvensdomenet for et materiale med dipoltap og en betydelig ledningsevne.



Figur 2.5: Endring i kompleks permitivitet som funksjon av frekvens ved én relaksjonsmekanisme og en betydelig ledningsevne. (1) Bidrag fra ledningsevne, (2) Bidrag fra relaksjonsmekanismen. Figur er modifisert fra kilde ([Ildstad, 2014](#)).

### 2.5.3 Temperaturavhengighet for dielektriske tap

I virkeligheten er relaksjonsmekanismene i tillegg til frekvens også avhengig av temperatur. Dette er hovedsaklig forårsaket av orienteringspolarisasjonen ([Ildstad, 2014](#)). Ved høyere temperaturer vil dipolene kunne orientere seg etter feltet raskere. Dermed vil tapene fra orienteringspolarisasjonen ved høyere temperatur foregår ved høyere frekvens ([Ildstad, 2014](#)). Ledningsevnen er også ofte sterkt avhengig av temperatur, og der høyere temperatur gir høyere ledningsevne ([Hvidsten, 2012](#)).



# Kapittel 3

## Eksperimentelt

### 3.1 Fremstilling av prøveobjekter

Det ble laget egne prøveobjekter for å utføre det eksperimentelle arbeidet. Prøvene ble utformet ulikt etter hva som skulle måles. Alle testobjektene ble laget med samme materialet og lik herdingsprosess.

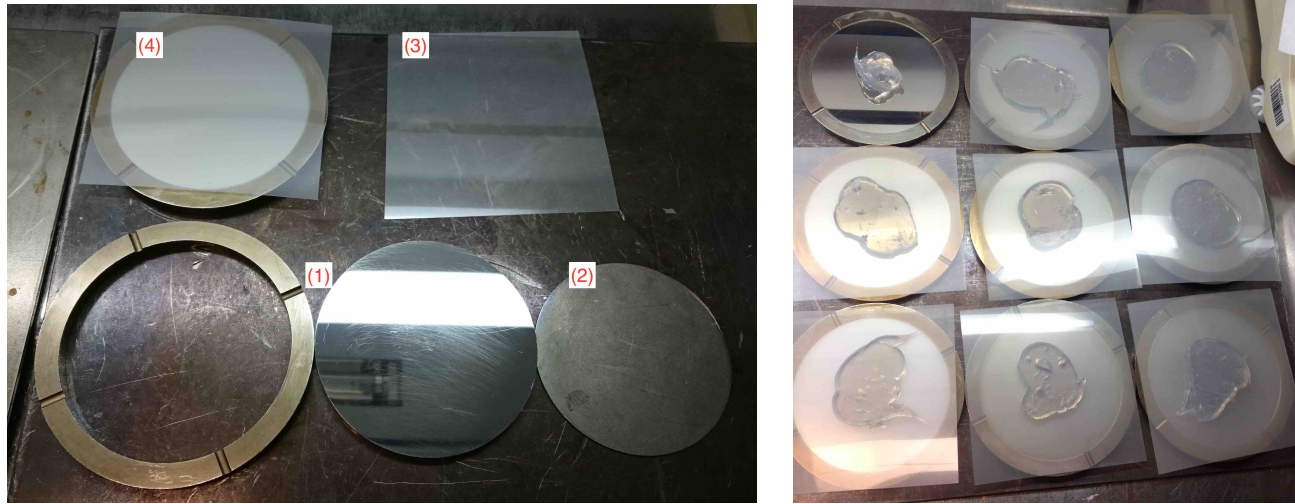
#### 3.1.1 Blanding av prøvemateriale

Prøveobjektene ble laget av silikongummien Elastosil LR 3003/60 A/B. Dette er et tokomponentsmateriale som blandes sammen i et 50:50 forhold. Silikongummien ble blandet sammen i et sterilt engangsplastbeger i et vakuumskap i en time. Under denne perioden sørget en roterende rørepinne for at materialet ble godt blandet, samtidig som vakuomet fjernet uønsket luftinnhold i prøven. Etter blandingen ble silikongummien ført over i en 100ml-sprøyte. I denne prosessen ble flere luftbobler fanget inne i sprøyten sammen med silikonet. Sprøyten sto derfor 3 dager i et kjøleskap på 5°C så luften fikk tid til å sige ut av sprøyten uten at herdingen startet.

#### 3.1.2 Pressing av prøveobjekter

Silikongummien ble sprøytet på en sirkulære støpeformen, vist i figur 3.1, med en radius på 41 mm. Under støpeformene ble det lagt shims (tynne metallplater) for å bestemme tykkelsen på prøvene. Det ble brukt shims med tykkelse 1,5 mm som ga en prøvetykkelse på 0,5 mm.

Over silikongummien ble det lagt en PET-folie som var vasket med isopropanol for å unngå forurensinger. Alle støpeformene ble deretter samlet mellom to metallbrett og lagt i en presse. Pressingen av prøveobjektene ble gjort med en Wabash Genesis hydraulisk presse med innstillinger vist i tabell 3.1. Temperaturen på pressa ble gradvis økt fra romtemperatur for å sikre at materialet hadde fordelt seg utover hele støpeformen før herdingen startet.



Figur 3.1: (1)Støpeform, (2)Shims, (3)PET-folie (4)Støpeform montert sammen. Figur til høyre viser et Brett med prøver før pressing.

Tabell 3.1: Innstillinger på hydraulisk presse ved pressing av prøveobjekter

Prosess	Temperatur[°C]	Trykk[tonn]	Tid [minutter]
Pressing, lavt trykk	165	5	2
Pressing, høyt trykk	165	25	20
Vannkjøling	10	25	10

Etter pressingen ble prøvene tatt ut av støpeformene og etterherdet i varmeskap ved 200 °C i 4 timer og deretter avgasset i vakuumskap nært 0 bar i 3 døgn ved 80 °C.

Det var et stort fokus på å unngå forurensinger under arbeidet med prøvene og alt arbeid som var mulig ble gjort under en "flow benk" som minimerte støvkonsentrasjonen. Alle deler som var i kontakt med silikongummien ble vasket med isopropanol og blåst rent med trykkluftspistol. I tillegg ble det alltid benyttet engangshansker og hårnnett.



### 3.1.3 Prøveobjekt til måling av fuktopptak

Fuktopptaksprøvene ble laget ved å stanse ut sirkler med radius på 11 mm fra de ferdigherdede prøvene beskrevet i 3.1.2. Prøvene ble deretter lagt i et vakuumskap på 25°C og  $\approx 0$  bar til målingen av vannopptaket startet. Tiden i vakuumskapet måtte være minst tre ganger tiden prøvene hadde vært ute av vakuum. Dette ble gjort for å fjerne all luft som prøveobjektene hadde absorbert slik at første veiing av prøven var tørrvekten til materialet. Måleprosedyren for vannopptak er beskrevet i kapittel 3.2.1.

### 3.1.4 Prøveobjekt til måling av dielektrisk respons

Prøvene brukt til måling av dielektrisk respons ble malt med et lag sølvepoxy for å sikre god kontakt mellom silikongummien og elektrodene. Etter påføring av sølvepoxy ble den herdet i 3 timer på 80°C under vakuum. Dette ble gjort to ganger for å kunne male på begge sider av prøven. Herdingen ble gjort i vakuumskap for å unngå at flyktige stoffer fra malingen trakk inn i prøveobjektene. Et bilde av en ferdigmalt prøve er vist i figur 3.2.



(a) Forside av prøveobjekt. (1) Kontaktområde for guard, (2) Kontaktområde for måleelektrode. (b) Bakside av prøveobjekt med påmalt kontaktområde for høyspentelektrode

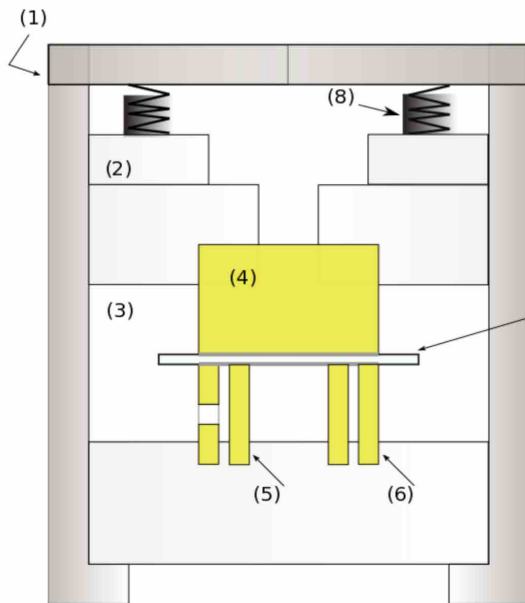
Figur 3.2: For- og bakside av prøveobjekt brukt til måling av dielektrisk respons.

Det ble brukt maskeringer av aluminium under påføringen av maling for å få to adskilte områder

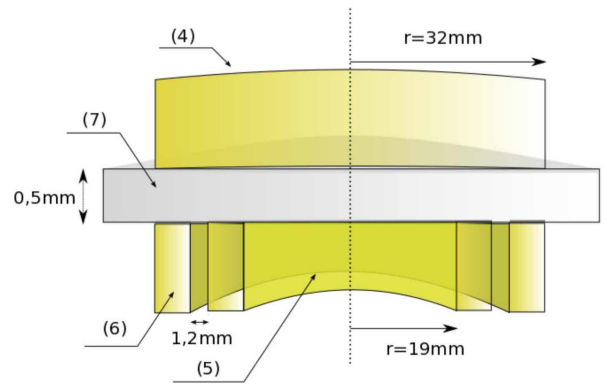
med sølvepoxy på forsiden av prøven, vist i bilde 3.2a. Dette var viktig for å unngå elektrisk kontakt mellom jordelektroden og målelektroden som ble lagt på prøveobjektet under målingen. Elektrodene sammen med prøveobjektet er vist i figur 3.3b. Det ble testet med et multimeter at det var kontakt på de påmalte ledende områdene og ikke kontakt med de isolerende områdene på prøven.

### 3.1.5 Testcelle for dielektrisk respons

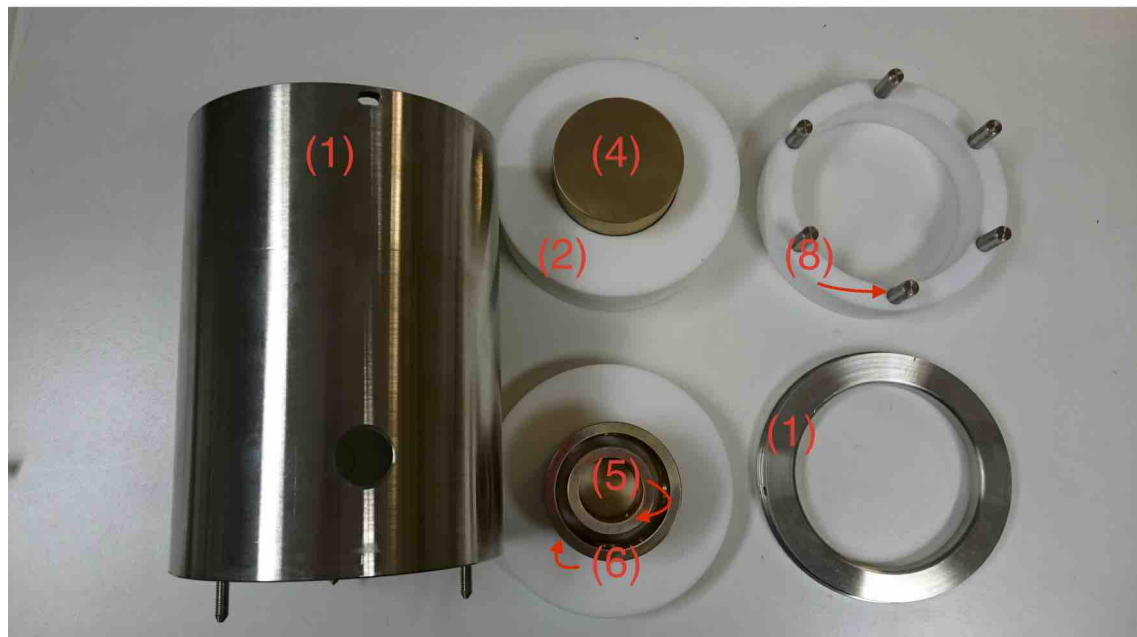
Målingene av dielektrisk respons ble gjennomført med testcellen vist i figur 3.3c. Testcellen sin funksjon var å holde prøveobjektet på plass, sørge for god elektrisk kontakt og at de mekaniske påkjenningene var like slik at forsøkene var reproduserbare. Under forsøk ble det gjort målinger av strømmen mellom høyspenningselektroden og målelektroden. For å unngå krepstrømmene på overflaten av prøveobjektet under målingen ble det brukt en gardelektrode på utsiden av målelektroden som ledet krepstrømmene til jord.



(a) Tverrsnitt av testcellen



(b) Tverrsnitt av prøveobjekt plassert i testcellen



(c) Demontert testcelle

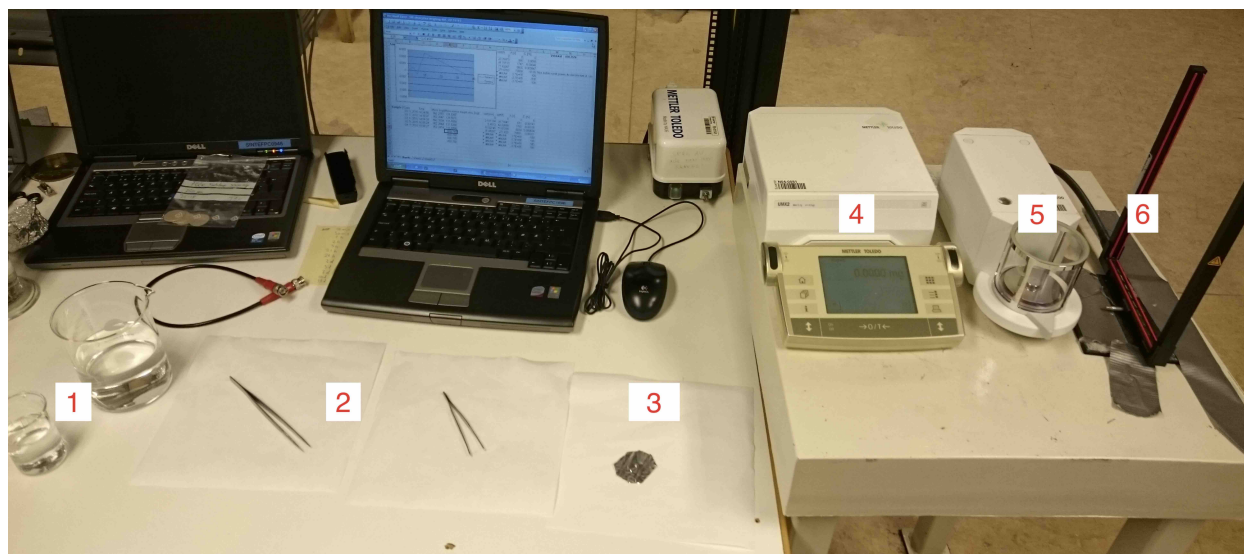
Figur 3.3: Testcelle til dielektriske målinger. (1) Stålsylinder, (2) Teflon, (3) Luft, (4) Høyspentelektrode, (5) Måleelektrode (6) Guard, (7) Prøveobjekt (8) Stabiliseringsfjær.

## 3.2 Målemetoder

### 3.2.1 Fuktopptak for prøver i vannbad

#### Eksperimentelt

Vannopptaket i prøvene ble målt med en gravimetrisk metode (Mass Uptake Measurement). I denne metoden blir testobjektene lagt i et vannbad på ønsket temperatur og så tatt ut og veid med jevne mellomrom for å måle vektendringen. Vannbadet som ble brukt var en sylinder med destillert vann og det ble plassert i varmeskap på 30, 60 og 90°C. For å unngå at vann fordampet eller ble forurenset, ble sylindere dekket med aluminiumsfolie. Prøveobjektet ble holdt på plass i vannbadet av en prøveholder laget av en aluminiumssløyfe. Figur 3.4 viser oppsettet som ble brukt. Prøveobjektene ble flyttet med pinsetter og alle deler i kontakt med prøven var rengjort med isopropanol. Det ble også benyttet engangshandsker for å unngå fett fra fingre.



Figur 3.4: Måleoppsett for absorpsjonsmåling. 1) Glassbeger med isvann og romtemperert vann. 2) Sterilt pinsett og papir. 3) Veieskive. 4) Kontrolldel for vekt 5) Vektkammer 6) Statisk utlader.

Vektendringen ble målt med høypresisjonsvekten Mettler-Toldo UMX2. Denne vekten har en presisjon på  $\pm 0,1 \mu\text{g}$  ved ideelle forhold, men flere faktorer kan påvirke nøyaktigheten av målingen. En faktor som spiller inn er den elektriske ladningen av prøven, men denne faktoren ble minimert ved å føre prøven gjennom en statisk utlader før måling. En annen faktor som spiller

inn er temperaturen på prøven som blir målt. Om prøven holder en annen temperatur enn omgivelsene kan det skape luftstrømmer som påvirker nøyaktigheten til vekta. Denne effekten ble minimert ved momentan nedkjøling av prøven før veiing. Når prøven blir tatt ut av vannbadet vil vann desorbere ut av prøven på grunn av konsentrasjonsforskjellen av fukt i luft og vannbadet. Denne desorpsjonen er vesentlig for materialer med raskt vannopptak. Av denne grunn var det viktig at alle prøver var akkurat like kort tid ute av vannbadet før veiing. I tillegg har silikongummien en svært klebrig overflate og skaper store vibrasjoner i målesensoren når den blir lagt på vekta. For å unngå disse vibrasjonene ble silikonprøvene lagt på en veieskive av aluminium før veiing.

### **Måleprosedyre**

Prøvene ble kondisjonert som beskrevet i avsnitt 3.1.3. Prøvene ble tatt ut av vakuumskapet, ført gjennom den statiske utladeren og veid umiddelbart for å måle tørrvekten. Prøven ble så lagt i vannbad på ønsket temperatur. Ved senere veiing ble prøven først momentan kjølt ned, deretter tørket med ikke-loende papir, lagt på veieskiven, ført gjennom den statiske utladeren og så lagt på vekten. Prøver som lå i vannbad på 60°C og 90°C ble nedkjølt ved å ligge 5 s i vann på 8°C og så 5 s i romtemperert vann før tørking og veiing. Prøver i vannbad på 30°C ble nedkjølt kun med 5 s i romtemperert vann. Etter veiing ble prøvene umiddelbart lagt tilbake i vannbadet.

Hele prosessen fra prøven var blitt nedkjølt til vekten ble registrert var tidsinnstilt til 50 sekunder og der prøven lå på vekta de 10 siste sekundene. Dette var viktig for at vekten skulle innstille en likevekt.

### **3.2.2 Fuktopptak for prøver i fuktig luft**

#### **Eksperimentelt**

Det var mistanke om at fuktopptaket for prøver i vannbad ble påvirket av målemetoden. Det ble derfor også målt fuktopptak i prøver plassert i fuktig luft i stedet for i vannbad. I dette eksperimentet ble prøvene holdt rett over vannoverflaten i en tett beholder (norgesglass). Prøvene ble holdt med en sløyfe av aluminium og norgesglasset sørget for at luftfuktigheten var opp mot

100% og at vannet ikke fordampet. Tre fuktprøver hengende over vannoverflaten i et norgesglass er vist i figur 3.5.



Figur 3.5: Tre prøveobjekt, markert med rød sirkel, i fuktig luft ved  $T = 30^{\circ}\text{C}$ .

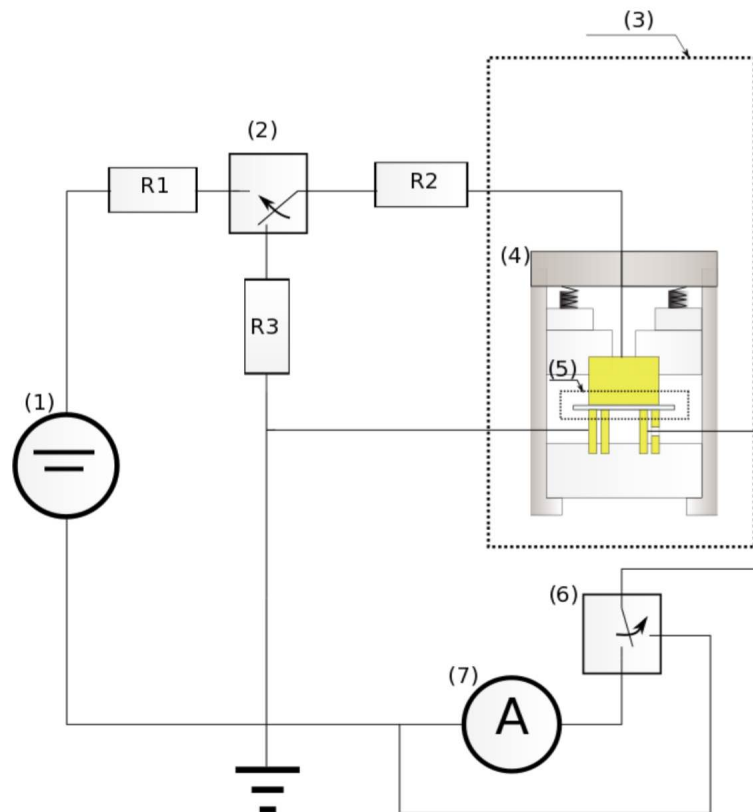
### Måleprosedyre

Måleprosedyren var lik som for fuktopptaket for prøveobjekt plassert i vannbad, beskrevet i 3.2.1, bortsett den momentane nedkjølingen av prøvene før veiing. Prøvene i fuktig luft på 30, 60 og  $90^{\circ}\text{C}$  ble kjølt ned ved å være 10 s i et begerglass med kjølig luft i stedet for i kaldt vann. Begerglasset ble tatt ut av fryseren rett før veiing. Etter den momentane nedkjølingen ble prøven tørket og veid akkurat som for prøvene i vannbad.

### 3.2.3 Dielektrisk respons i tidsdomenet

#### Ekspérimentelt oppsett

Ledningsevnen til prøveobjektene ble beregnet med måling av polarisasjons- og depolarisasjonsstrøm (PDC). Under denne målingen er det svært små strømmer på nano- og piconivå som går gjennom materialet og derfor viktig med sensitive måleinstrumenter og en ultrastabil DC-kilde. Strømmen gjennom prøven ble målt med målekretsen vist i figur 3.6. Ved måling av polstrøm var



Figur 3.6: Skjematisk skisse av målekretsen for PDC-målingen. (1) Ultrastabil HVDC-spenningskilde, (2) Høyspennings-Relé, (3) Klimaskap og Faradaybur, (4) Testcelle også vist i figur 3.3, (5) Prøveobjekt, (6) Kortslutnings-Relé, (7) Picoammeter,  $R1 = 50M\Omega$ ,  $R2 = 50k\Omega$  og  $R3 = 10k\Omega$

spenningskilden tilkoblet elektroden i kontakt med prøveobjektet. Strømmen gikk da gjennom prøveobjektet og inn i måleelektroden på undersiden av prøven. Denne strømmen ble målt med et picoammeter. For å unngå krepstrømmer på overflaten av prøven var det tilkoblet en guard

på utsiden av måleelektroden. Etter måling av polstrøm ble spenningskilden koblet til jord med et høyspennings-relé og en depolstrøm ble målt på samme måte. Både i det spenningskilden ble koblet til og fra ble picoammeteret kortsluttet for å beskytte det mot høye strømtransienter.

Prøveobjektet ble fastmontert i testcellen som er beskrevet i delkapittel 3.1.5. Testcellen hadde tre tilkoblingspunkt. Ett til jordkabelen, ett til målkabelen og ett til høyspentkabelen. Testcellen var plassert i et Faradaybur for å unngå forstyrrelser fra eksterne kilder. For å kunne regulere temperatur og fuktnivå ble oppsettet plassert i et klimaskap. Det ble gjort måling for temperaturene 30, 60 og 90°C, og for to fuktnivåer. Ett hvor fuktregulatoren var skrudd av og prøvene hadde dermed samme fuktnivå som omgivelsene. Disse prøvene er videre omtalt som de tørre prøvene. Klimaskapet regulerte det relative fuktnivået (RH) og prøvene videre omtalt som de våte prøvene hadde et relativt fuktnivå på 90%. Relativt fuktnivå er forklart i avsnitt 2.2.2. Tiden det tok før de våte prøvene var mettet med vann ble sett ut fra fuktopptaksmålingene i fuktig luft.

For hver temperatur ble det målt strøm for spenningsnivåene: 1, 2, 3, 4, 5, 6 og 7 kV. Det tilsvarte et elektrisk felt over prøven, som var 0,5 mm tykk, på: 2, 4, 6, 8, 10, 12 og 14 kV/mm. Strømmen gjennom prøveobjektet ble logget av en datamaskin tre ganger i sekundet over en måleperiode som besto av 900 s støymåling, 3600 s polstrøm-måling og 36000 s depolstrøm-måling. Utladningstiden var ti ganger så stor som ladeperioden for å sikre at det ikke var restspenning igjen i prøveobjektet før en ny måling. Ved to måleserier på tørre prøveobjekt ble polstrømsmålingen økt til 10800 s (3 timer).

### **Måleprosedyre**

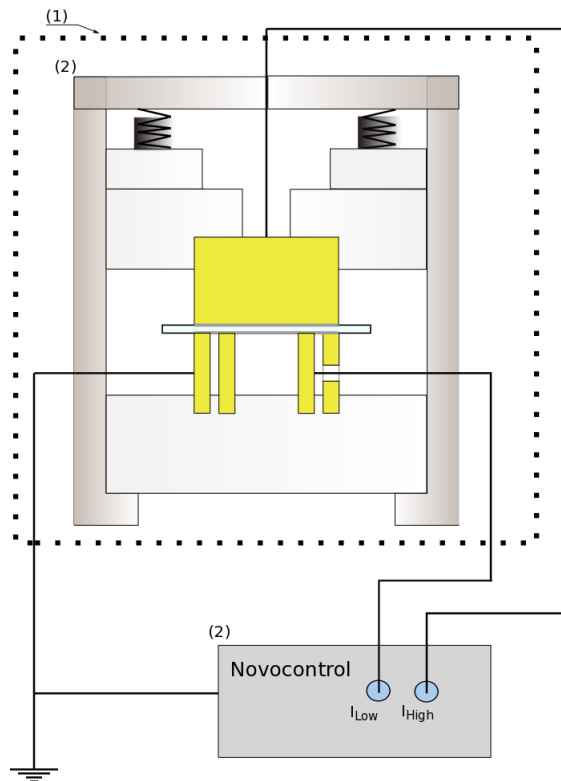
Den dielektriske responsen i både tids- og frekvensdomenet ble målt for de samme prøveobjektene etter tur på hver temperatur og en felles måleprosedyre er presentert i delkapittel 3.2.4.



### 3.2.4 Dielektrisk respons i frekvensdomenet

#### Ekspérimentelt oppsett

Den dielektriske responsen i frekvensdomenet ble målt med måleutstyr fra Novocontrol. Under måling ble det påtrykt en vekselspanning på  $1 V_{RMS}$  og strøm- og spenningsrespons ble analysert av måleinstrumentet. I dette forsøket ble det målt kompleks permittivitet ( $\epsilon^*$ ) og tapsfaktor ( $\tan(\delta)$ ) for frekvenser mellom  $1 \text{ mHz} - 10 \text{ MHz}$ . En skjematisk skisse av målekretsen er vist i figur 3.7.



Figur 3.7: Måleoppsett for dielektrisk respons i frekvensdomenet. (1) Klimaskap (2) Testcelle, (3) Novocontrol

Testcellen hadde tre tilkoblinger under målingen. Høyspentelektroden var koblet til  $I_{High}$  på måleinstrumentet og målelektroden var tilkoblet  $I_{Low}$ . Garderen var tilkoblet jord. Testcellen var plassert i et klimaskap for å kunne regulere temperatur og fuktivitet. Den dielektriske responsen i frekvensdomenet ble målt for samme temperaturer og fuktivitet som for PDC-målingen.

### Måleprosedyre for måling av dielektrisk respons i tids- og frekvensdomenet

Det ble først gjort måling av de tørre prøvene. Prøveobjektet ble da montert i testcella og så plassert i klimaskapet på 30°C. Etter monteringen ble det kontrollert med et multimeter at det ikke var elektrisk kontakt mellom jord- og målelektroden siden det ville ha ledet strømmen til jord utenom picoammeteret. Deretter ble målekretsen vist i figur 3.7, for måling av dielektrisk respons i frekvensdomenet, tilkoblet. Etter tilkobling sto måleoppsettet i ro i 16 timer før målingen startet. Dette ble gjort for å fjerne støy i målekretsen og for å sikre at prøveobjektet holdt ønsket temperatur. Etter målingen ble måleoppsettet koblet om til PDC-målingen (skjematisk skisse vist i figur 3.6). Omkoblingen tok ca. 1 minutt og temperaturen innstilte seg raskt tilbake til ønsket temperatur. Før PDC-målingen startet måtte måleoppsettet stå i 16 timer av samme grunn som tidligere. Da PDC-målingen var ferdig ble temperaturen økt til 60°C og måleprosedyren gjentatt, og deretter gjentatt ved 90°C.

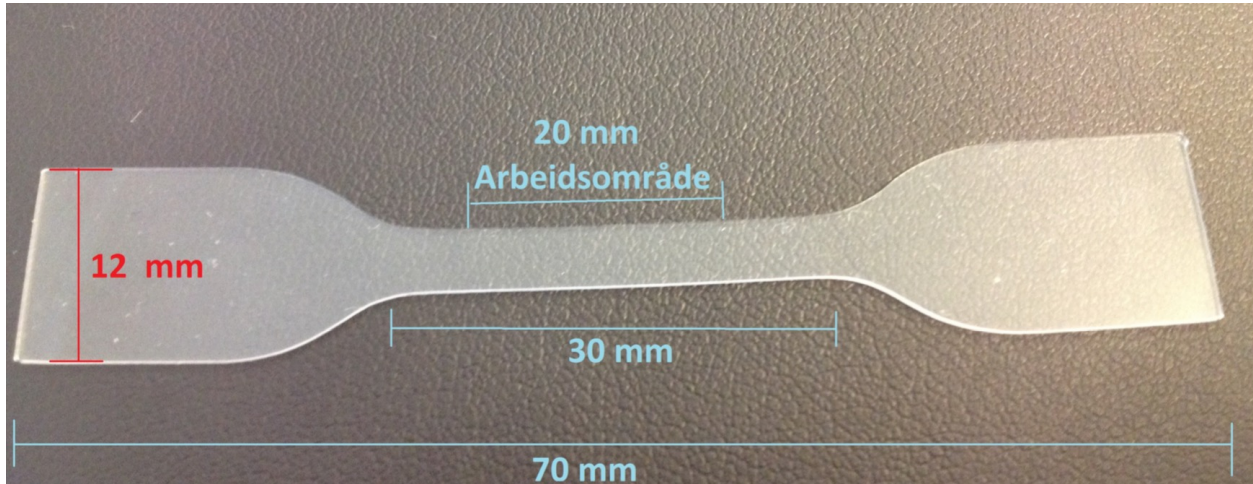
Ved måling på de våte prøvene ble prøveobjektet og testcellen kondisjonert i klimaskapet før de ble montert sammen, for å sikre at prøven var mettet med vann. Kondisjoneringstiden som ble benyttet var 8 dager for 30°C, 6 dager for 60°C og 4 dager for 90°C. Etter kondisjoneringen ble målingene gjennomført som for de tørre prøvene, men det ble benyttet ulike prøveobjekt på hver temperatur. For å unngå at vann kondenserte i klimaskapet når døren ble åpnet under omkobling, ble det relative fuktnivået alltid senket til 40% 30 minutter før omkoblingen. Etter omkobling ble det relative fuktnivået satt tilbake til 90%.

### 3.2.5 Mekaniske egenskaper

#### Eksperimentelt

De mekaniske egenskapene ble undersøkt ved å sammenlikne strekktester av tørre prøveobjekt og prøveobjekt som hadde ligget, med økende tid, i vannbad på 30, 60 og 90°C. Prøveobjektene til strekktesten ble stanset ut av silikongummien støpt og avgasset etter metode beskrevet i delkapittel 3.1.2, men med en prøvetykkelse på 1 mm i stedet for 0,5 mm. Et slikt prøveobjekt er vist i figur 3.8. Under strekktesten ble prøveobjektet festet i en strekkbenk og strekt til prøven revnet i arbeidsområdet. Strekkraften og forlengelsen ved brudd ble målt ved hjelp av en

datamaskin tilkoblet strekkbenken. Ved hver måling ble 5 prøveobjekt strukket. Strekktesten ble utført for prøver kondisjonert 7, 28 og 63 dager i vannbad på 30 og 60°C. For prøver kondisjonert i vannbad på 90°C ble det gjort måling etter 7, 23, 41 og 63 dager.



Figur 3.8: Prøveobjekt brukt til strekktest

### Måleprosedyre

De tørre prøveobjektene ble strukket først for å ha en referanse for de våte prøvene. Forlengelsen under strekkingen ble målt med laser og det ble derfor satt på en tynn stripe reflekterende teip på hver side av arbeidsområdet. Umiddelbart etter strekkingen av de tørre prøvene ble prøveobjektene til senere strekking lagt i vannbad i varmeskap på 30, 60 og 90°C. Neste strekktest ble utført en uke senere og 5 prøver ble strukket fra hvert vannbad. Rett før strekktesten ble prøvene tatt ut av vannbadet i varmeskapet og tørket med ikke-loende papir. Denne prosedyren ble gjentatt for de senere målingene.



# Kapittel 4

## Resultat og Diskusjon

Denne oppgaven har som formål å måle fuktopptaket i silikongummien Elastosil LR 3003/60 A/B og undersøke om fukt påvirker den dielektriske responsen og de mekaniske egenskapene til silikongummien. Resultatene fra målingene som er gjort vil, med tilhørende diskusjon, bli presentert i følgende rekkefølge:

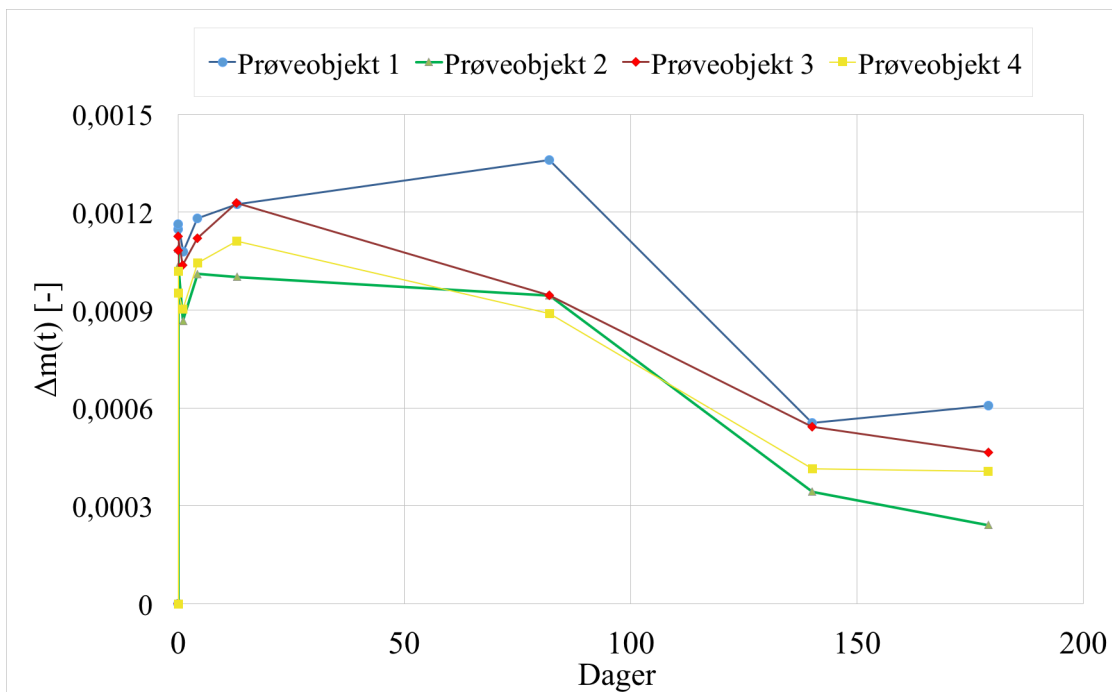
- Fuktopptak for prøveobjekt i vannbad og i fuktig luft
- Dielektrisk respons i frekvens- og tidsdomenet
- Strekktest av silikongummien

### 4.1 Fuktopptaksmålinger

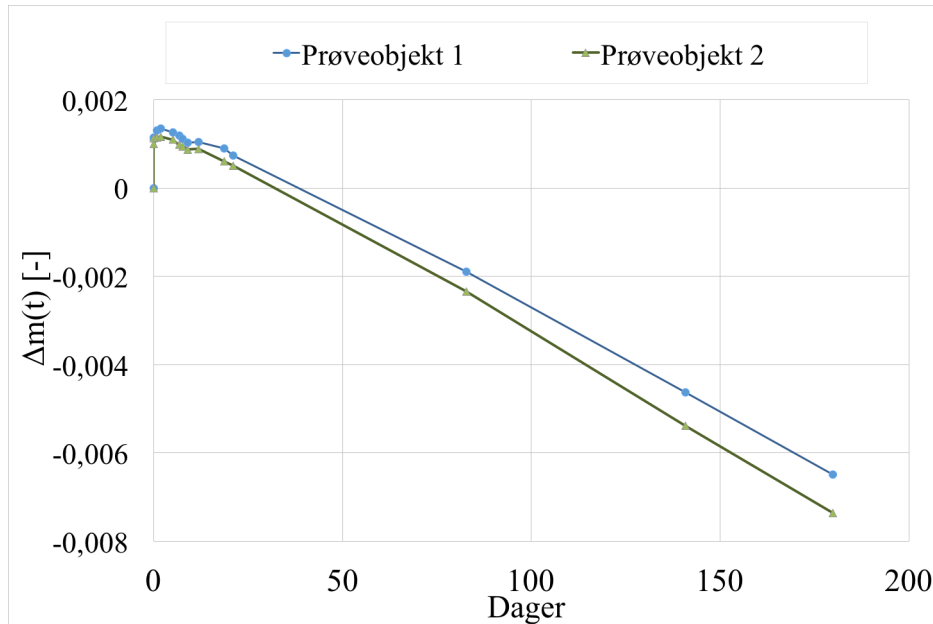
Dette delkapittelet viser først alle fuktopptakskurver og observasjoner som er gjort av fuktopptaket for prøver lagt i vannbad. Deretter vises fuktopptaket for prøver plassert i fuktig luft. Diffusjonskoeffisient og løslighetskoeffisient er kun beregnet for prøveobjektene i fuktig luft og blir presentert etter fuktopptakskurvene. Det ble ikke gjort hyppige nok målinger til å kunne beregne disse koeffisientene for prøvene i vannbad. Hovedfokuset for prøvene plassert vannbad var derfor å undersøke hvordan fuktopptaket utviklet seg etter lang tid.

### 4.1.1 Fuktopptak for prøver i vannbad

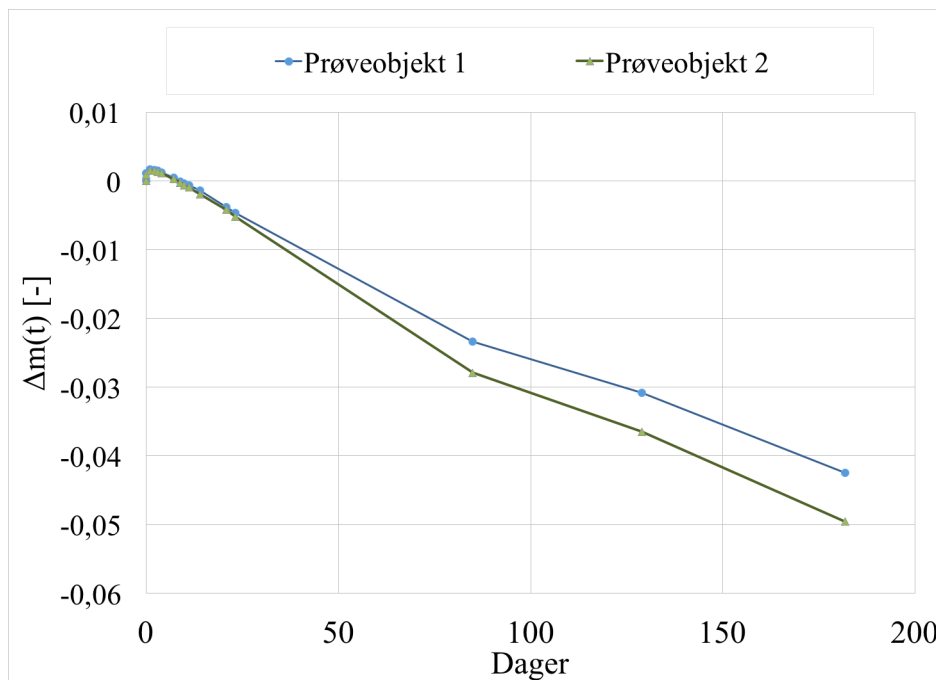
Målingene ble gjort etter metode beskrevet i delkapittel 3.2.1. Figur 4.1 viser fuktopptaket for 4 prøver som har ligget i vannbad på 30°C. Ut fra figuren ser det ut til at prøvene når en metningskonsentrasjon på ca. 0,11% etter kort tid før vekten sakte reduseres. Samme utvikling kan sees for opptakskurvene for prøver i vannbad på 60 og 90°C (figur 4.2 og 4.3). Disse figurene viser samme utvikling men hvor vektreduksjonen går raskere ved høyere temperatur. Maksimal metningskonsentrasjonen ved 60°C var ca. 0,13% og ved 90°C ca. 0,15% for de to prøvene. Vektreduksjonen ser ut til å være tilnærmet lineær etter nådd metningskonsentrasjon og når ingen likevekt etter målperioden på 180 dager for de tre temperaturene. Vektreduksjon over tid for prøver i vannbad er også observert i en forskningsartikkel med lik målemetode og tilnærmet lik silikongummi (Tokoro et al., 1998). Deres måling var gjort på prøveobjekt med diameter = 30 mm og bredde = 2 mm (kontra diameter = 22 mm og bredde = 0,5 mm i dette forsøket), og vektreduksjonen er i samme størrelsesorden de 2,5 døgnene målingen i forskningsartikkelen varer.



Figur 4.1: Relativt masseopptak for prøver i vannbad på 30°C



Figur 4.2: Relativt masseopptak for prøver i vannbad på 60°C

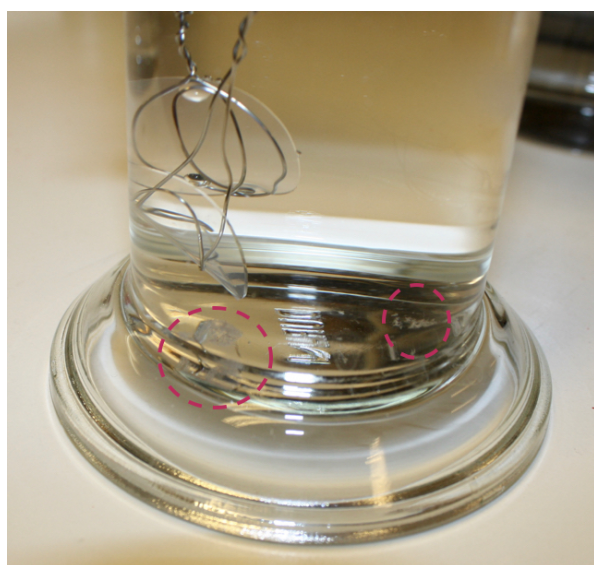


Figur 4.3: Relativt masseopptak for prøver i vannbad på 90°C

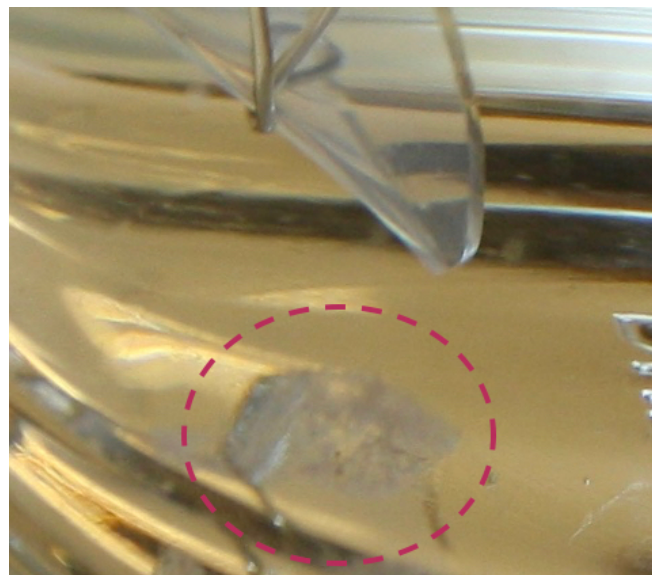
### Utfelling av materie i vannbad

Hva som forsvinner ut av prøven er uklart. Det er tilsynelatende ikke vann som forsvinner siden masseopptaket er lavere enn tørrvekten ved både 60 og 90°C. Ved siste måling av fuktopptaket

for prøvene i vannbad på 90°C ble det observert noe som liknet utfelt materie i vannet. Observasjonen er vist i figur 4.4. På grunn av den blanke fargen til stoffet er det mest sannsynlig ikke støv som har samlet seg over tid. Det ble også observert antydninger til utfelt materie i vannbadet på 60°C men ingenting i vannbadet på 30°C. Dette taler også for at det ikke er støv, i og med at prøvene har hatt like lang kondisjoneringstid og samme støveksposering. Med en tørrvekt på 309,46 mg og 307,56 mg, for de to prøveobjektene på 90°C, tilsvarer en reduksjon, etter 180 dager på ca -5% og -4,3%, en vektreduksjon fra tørrvekt på henholdsvis 15,5 og 13,3 mg. Massen som var forsvunnet fra prøveobjektene i vannbadet på 90°C er tilsammen 28,8 mg og det burde være observerbart så lenge stoffet ikke er løst opp i vannet. Fra produsenten er det oppgitt at ved høye temperaturer ( $T > 200^\circ\text{C}$ ) kan fukt føre til splittelse i Si-O (silisium-oksygen) bindingene i polymerkjeden (Chemie). Hvis dette også skjer ved lavere temperaturer er vektreduksjonen trolig forårsaket av utdiffusjon av silisium.



(a) Ukjent materiale i bunnen av vannbadet



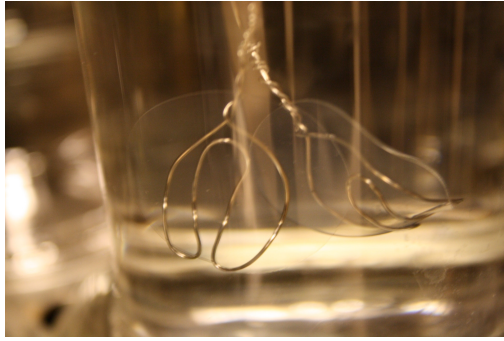
(b) Nærbilde av materie

Figur 4.4: Observasjon av utfelt materie i vannbadet på 90°C

### **Bobler på overflaten prøver i vannbad**

Det ble observert dannelse av små bobler på overflaten av prøveobjektene rett etter de ble lagt tilbake i vannbadet etter veiing. Dette ble observert for alle prøveobjekter ved alle temperaturer, men utviklingen var størst ved de høyeste temperaturene. Utviklingen er vist i figur 4.5





(a) Fuktprøver i 90°C vannbad rett før veiing



(b) Fuktprøver i 90°C vannbad umiddelbart etter veiing



(c) Fuktprøver i 90°C vannbad 30 s etter veiing

Figur 4.5: Utvikling av bobler på overflaten av prøveobjekt ved 90°C

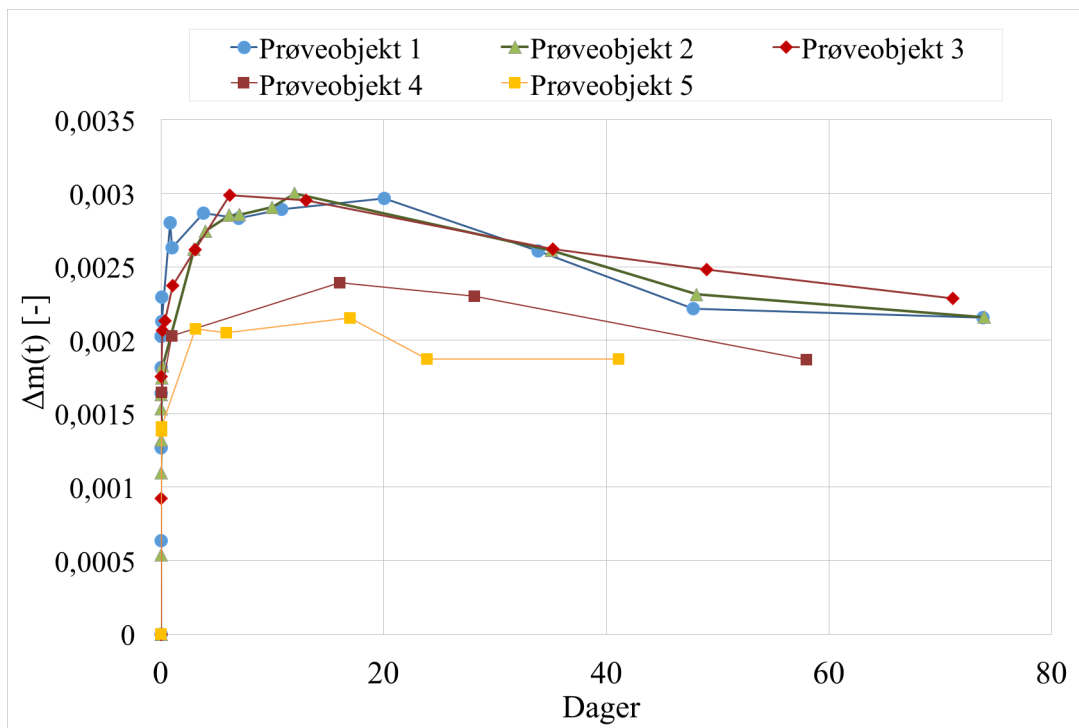
hvor figur 4.5a viser to prøveobjekt i vannbad på 90°C rett før veiing. Det er på dette bildet ingen antydninger til bobler på prøven. Figur 4.5b viser prøvene rett etter de har blitt lagt tilbake i vannbadet etter veiing. Her kan man observere små bobler på overflaten av materialet som raskt vokser seg større. Det er viktig å understreke at det ikke var noen bobler på prøveobjektene i det de ble lagt ned vannbadet, og at boblene kun kommer fra materialet. Figur 4.5c viser bobledannelsen 30 s etter bildet 4.5b er tatt. Dette bildet viser at flere bobler har blitt dannet og at størrelsen på de eksisterende har blitt større. Etter lang tid ( $t > 2$  h) løsnet boblene fra overflaten til prøveobjektet.

Bobbedannelsen var størst for prøvene som lå i vannbad på 90°C men også observerbare ved de andre temperaturene. Mest sannsynlig er boblene luft, som blir absorbert under veiing og som desorberer ut i vannbadet. Hvordan denne luftabsorpsjonen spiller inn på måleresultatene er uklart. Om det går lang tid mellom hver måling er det mulig boblene har liten betydning siden

tiden med bobler er liten i forhold til tiden uten. Derimot når vektendringen må registreres hyppigere, som i starten av fuktopptaksperioden, blir tiden med bobler stor i forhold til tiden uten og kan dermed spille inn på måleresultatene.

#### 4.1.2 Fuktopptak for prøver i fuktig luft

Fuktopptaket ble også målt ved å ha prøveobjekt i fuktig luft i stedet for vann. Metoden for målingen er beskrevet i delkapittel 3.2.2. Denne målemetoden ble benyttet for å sammenligne resultatene med prøvene i vannbad, på grunn av bobledannelsen og vektreduksjonen som ble observert.

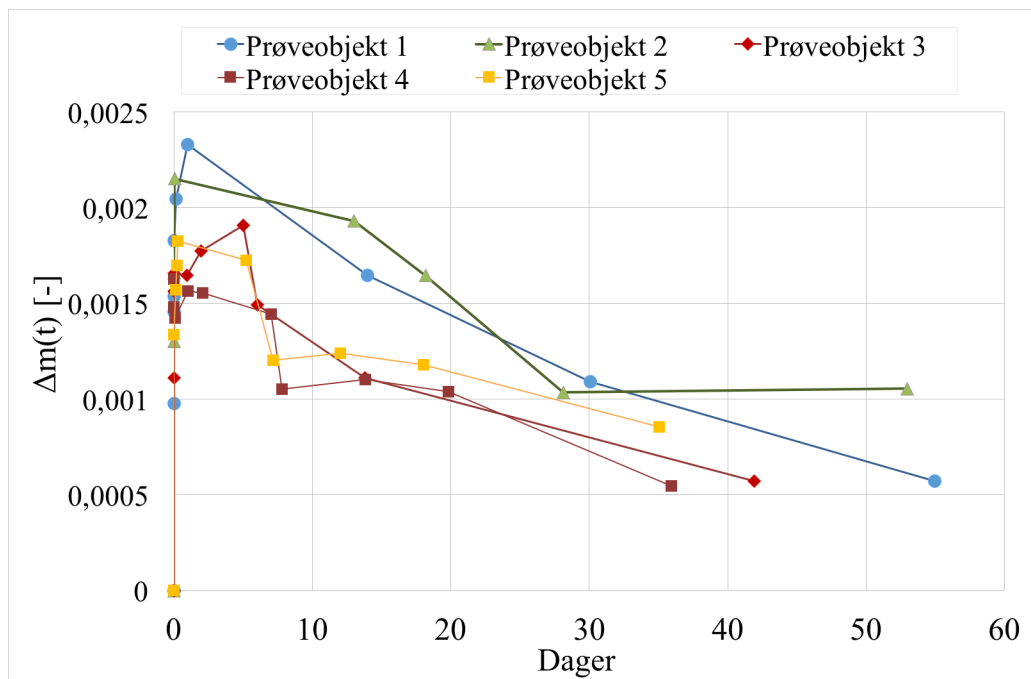


Figur 4.6: Relativt masseopptak for prøver i fukt luft på 30°C

Figur 4.6 viser fuktopptaket for fem prøver plassert i fuktig luft på 30°C. Opptaket til de fem prøvene viser et svært raskt og lineært opptak frem til vektendringen på ca 0,2%. Deretter følger en slakere opptakskurve før et maksimalt metningsnivå på ~0,22-0,32% blir nådd. Dette metningsnivået er omtrent det dobbelte av hva som ble målt for prøvene i vannbad på samme temperatur. Om det er målemetoden eller materiale som er årsaken til denne forskjellen er ukjent. Det kan komme av at prøvene er støpt samtidig, og målingen på prøvene i vannbadet startet kort

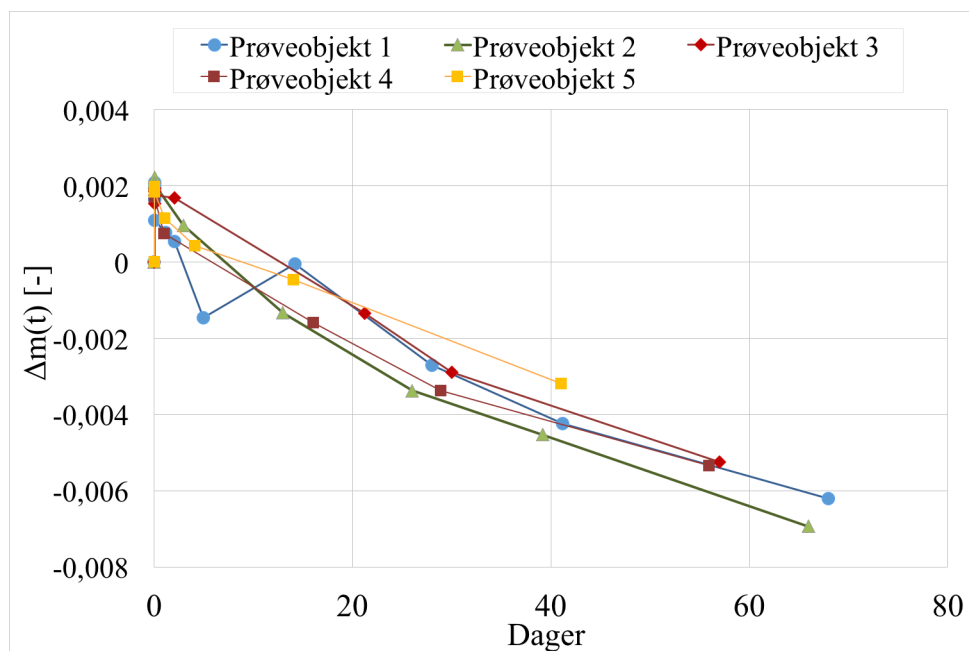
tid etter støpingen, mens prøvene i fuktig luft har ligget i lufttett pose og aldri i ca 4 måneder før målingen startet. At vannopptaket øker for aldri silikongummi er vist i en forskningsartikkel med tilnærmet lik målemetoden som dette forsøket (Gong et al., 2013). I deres forsøk økte fuktopptaket fra 0,11 til 0,23% fra ny til aldri silikongummi ved 20°C. Spørsmålet er om 4 måneder i lufttett pose ved romtemperatur kvalifiserer som aldri silikongummi.

Etter metningsnivået var nådd for prøvene på 30°C skjedde det en langsom vektreduksjon, lik som for prøvene i vannbad. Fuktopptaket ved 60 og 90°C for fem prøver er vist i figur 4.7 og 4.8. Opptakskurvene for disse prøvene likner til å begynne med på opptaket ved 30°C, med et raskt lineært opptak, men mangler deretter en slakere opptakskurve frem mot en høyere metningskonsentrasjon slik som ved 30°C. Grafene viser også at vektreduksjonen øker med temperatur.



Figur 4.7: Relativt masseopptak for prøver i fukt luft på 60°C

Den høyeste målte fukt konsentrasjonen er ved 60°C mellom 0,15-0,25% og ved 90°C mellom 0,10-0,20%. Dette stemmer ikke med hva som er forventet ut i fra teorien om at vannopptaket vil øke med høyere temperatur. Ved høyere temperatur er det et større fritt volum vannet kan diffundere inn i, på grunn av større termiske bevegelser, og muliggjør da et større vannopp-

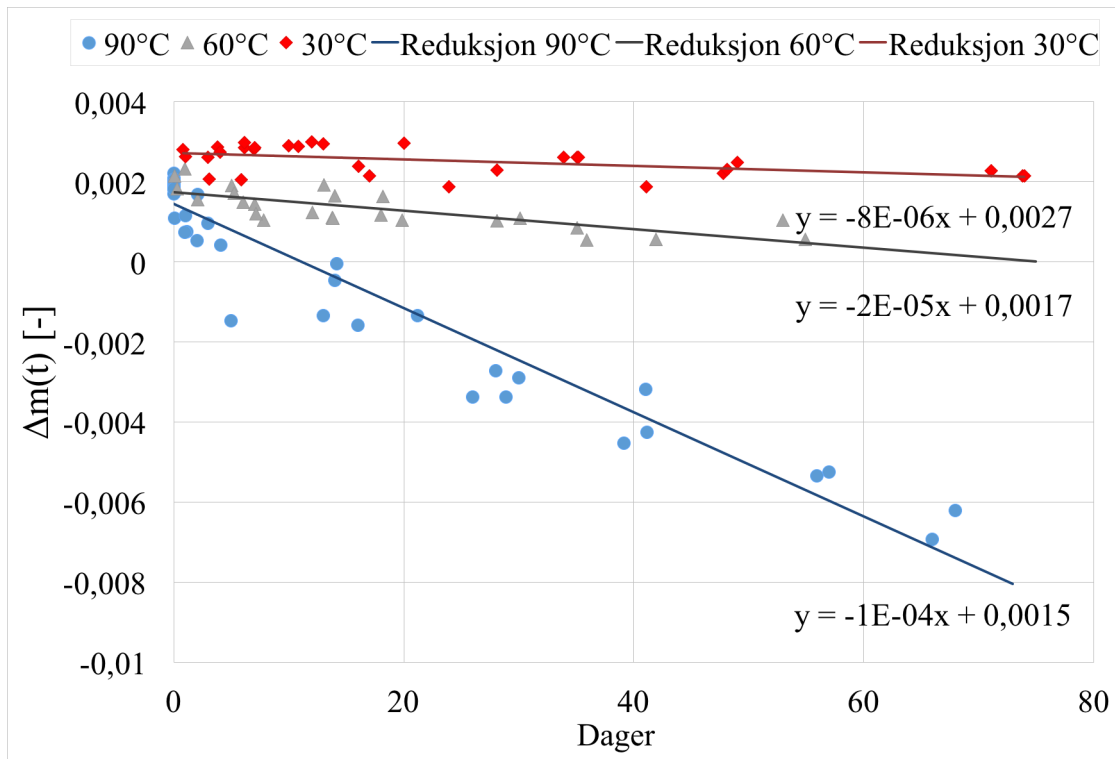


Figur 4.8: Relativt masseopptak for prøver i fukt luft på 90°C

tak. At metningskonsentrasjonen blir lavere ved høyere temperatur kan muligens forklares med vektreduksjonen som observeres. Siden vektreduksjonen er raskere ved høyere temperatur vil den "spise opp" den målte masseendringen raskere, og dermed redusere den målte maksimale vannkonsentrasjonen. Det er av denne grunn vanskelig å avgjøre hvordan vannopptaket til silikongummien egentlig er.

Ut fra målingene ser det ut som vektreduksjonen er tilnærmet lineær for de tre temperaturene. Figur 4.9 viser en lineær regresjon av opptaket etter metningskonsentrasjonen er nådd for alle prøveobjektene ved de tre temperaturene. Om vektreduksjonen er lineær eller følger en eksponentiell utvikling i begynnelsen av fuktopptaket er uvisst, men det er åpenbart at det to ulike prosesser som spiller inn på det relative masseopptaket; opptaket av vann og vektreduksjonen som følge av utfelling av ukjent materie.

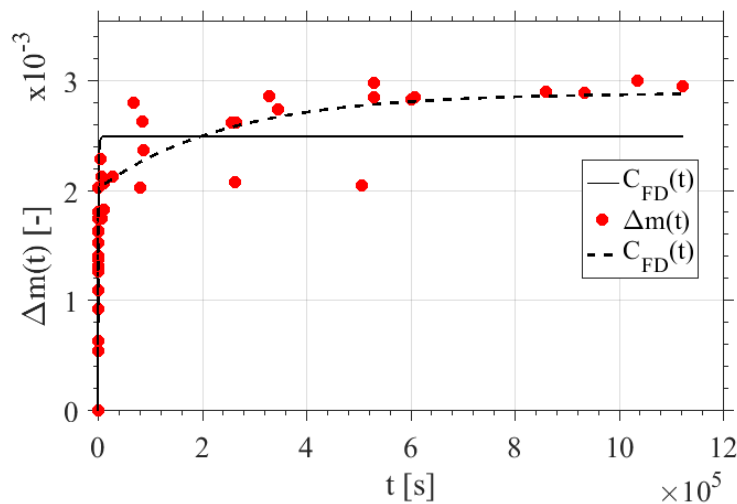
Fuktnivået i norgesglasset hvor prøveobjektene hang ble målt med en fuktsensor og målingen er lagt ved i vedlegg A. Under målingen var det ikke mulig å fullstendig lukke lokket på grunn av målekabelens størrelse, så fuktnivået antas å være enda høyere enn fuktnivået på ~ 97,2%RH som målingen viste.



Figur 4.9: Lineær regresjon av massereduksjonen ved 30, 60 og 90°C

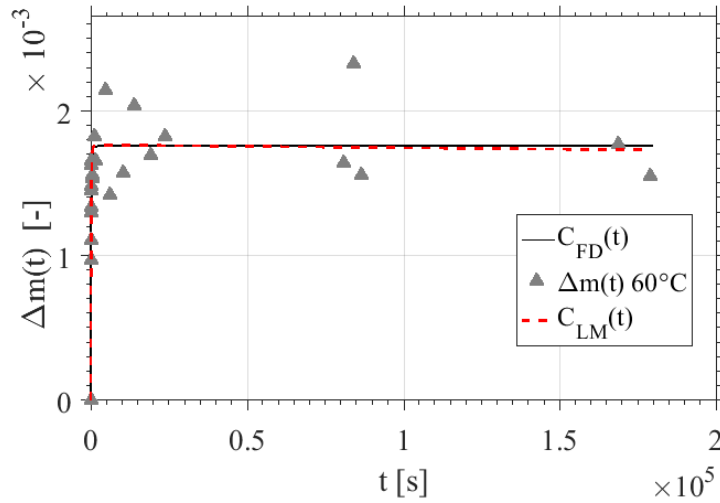
### 4.1.3 Diffusjonskoeffisient

Diffusjonskoeffisienten er beregnet ved å kurvetilpasse det relative masseopptaket som er målt med modellen for fickisk opptak og langmuir-modellen. Siden masseopptaket ikke har stabilisert seg på et bestemt nivå er kurvetilpasningen kun gjort på grunnlag av tiden frem til den maksimale mentningskonsentrasjon er nådd for hver temperatur. Figur 4.10 viser både fickisk- og langmuirsk-kurvetilpasning av opptaket i fuktig luft ved 30°C. Ut fra målingen ser det ut til at opptaket ved 30°C stemmer best overens med langmuir-modellen. Derimot for figur 4.11 og 4.12 som viser kurvetilpasningene ved 60 og 90°C, er det liten forskjell mellom langmuir-modellen og den fickiske modellen.

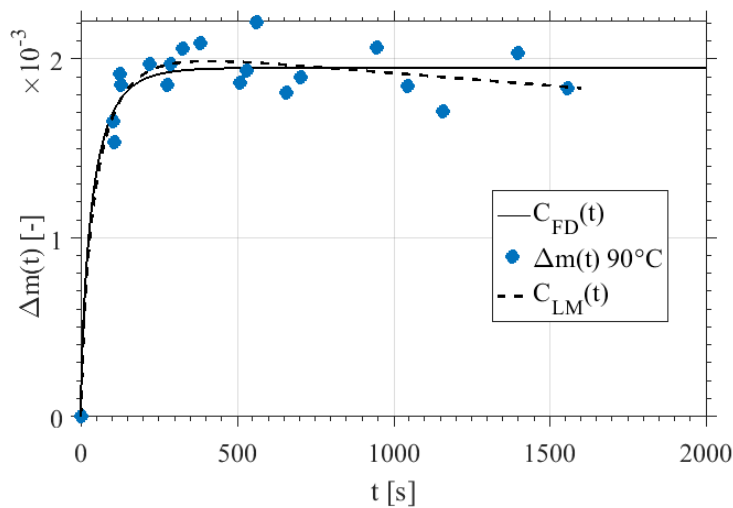


Figur 4.10: Kurvetilpasning av fuktopptak frem til metning ved 30°C, der  $C_{FD}(t)$  er den fickiske modellen og  $C_{LM}(t)$  er langmuir-modellen

Siden vektreduksjonen tilsynelatende er tregere ved lavere temperatur, og dermed har lavere påvirkning på masseopptaket, kan det hende at formen på fuktopptakeskurven ved 30°C er den mest riktige formen for opptaket også for prøvene på 60 og 90°C. I så fall er det langmuirmodellen som er den beste kurvetilpasningen for vannopptaket i silikongummi. Det betyr fra teorien at det er interaksjon mellom de absorberte vannmolekylene og polymeren. Diffusjonskoeffisienten for de to kurvetilpasningene er vist i tabell 4.1.



Figur 4.11: Kurvetilpassing av fuktopptak frem til metning ved 60°C, der  $C_{FD}(t)$  er den fickiske modellen og  $C_{LM}(t)$  er langmuir-modellen



Figur 4.12: Kurvetilpassing av fuktopptak frem til metning ved 90°C, der  $C_{FD}(t)$  er den fickiske modellen og  $C_{LM}(t)$  er langmuir-modellen

Tabell 4.1: Beregnet diffusjonskoeffisient for silikongummi ved 30, 60 og 90°C.  $D_{FD}$  er diffusjonskoeffisienten med den fickiske modellen og  $D_{LM}$  diffusjonskoeffisienten ved langmuir-modellen

Temperatur [°C]	30	60	90
$D_{FD}[\frac{cm^2}{s}]$	6,36E-8	4,34E-7	1,1165E-6
$D_{LM}[\frac{cm^2}{s}]$	1,21E-7	4,25E-7	8,96E-7

En forskningsartikkel på fuktopptak for lignende silikongummi viser at langmuir-modellen stemmer best med deres måleresultat (Lutz et al., 2012). Deres måling er gjort ved 20°C i fuktig luft og måler en diffusjonskoeffisient på  $D_{LM} = (9 \pm 3) \cdot 10^{-7} [m^2/s]$ . Det stemmer godt med diffusjonskonstanten målt i denne oppgaven. En annen måling av diffusjonskoeffisienten for lignende silikongummi har beregnet den til å være mellom  $D_{FD} = (5,28 - 5,9) \cdot 10^{-7} cm^2/s$  (Gong et al., 2013), men deres fuktopptak stemte best med den fickiske modellen. Kurvetilpasningen i denne oppgaven er gjort av Sintef-forsker Torbjørn Andersen Ve basert på formlene for fickisk opptak og langmuirmodellen (2.7 og 2.8).

#### 4.1.4 Løslighetskoeffisient

Løslighetskoeffisienten er regnet ut med samme innsevrede datagrunnlag som for diffusjonskoeffisienten siden vektreduksjonen gjør at masseopptaket aldri stabiliserer seg. Gjennomsnittlig løslighetskoeffisient, S, er med denne begrensingen, beregnet ved formel for prøvene i fuktig luft i tabell 4.2.

Tabell 4.2: Beregnet løslighetskoeffisient for silikongummi ved 30, 60 og 90°C.

Temperatur [°C]	30	60	90
$C_s \left[ \frac{g}{cm^3} \right]$	0,339	0,286	0,226
$p_s [Pa]$	4239,6	19865	80100
$S \left[ \frac{g}{cm^3 \cdot Pa} \right]$	8,000E-05	1,440E-05	2,821E-06

Fuktkonsentrasjonen ved metning,  $C_s$ , er her uttrykt som konsentrasjon vann per volum [ $g/cm^3$ ] og ikke som vektandel [-] slik som tidligere i oppgaven. Fuktkonsentrasjon per volum er funnet ved å multiplisere  $C_s$  [-] med tettheten til silikongummien 1,13 [ $g/cm^3$ ]. Tettheten til materialet er oppgitt i databladet for silikongummien (vedlegg F).

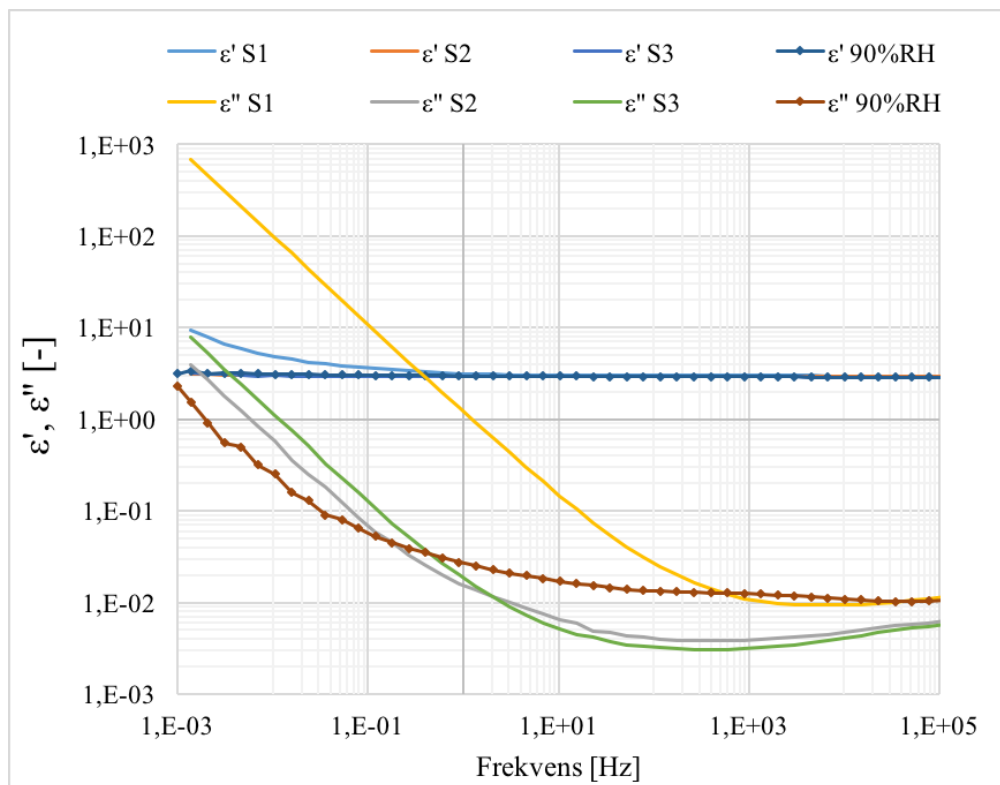


## 4.2 Dielektrisk respons

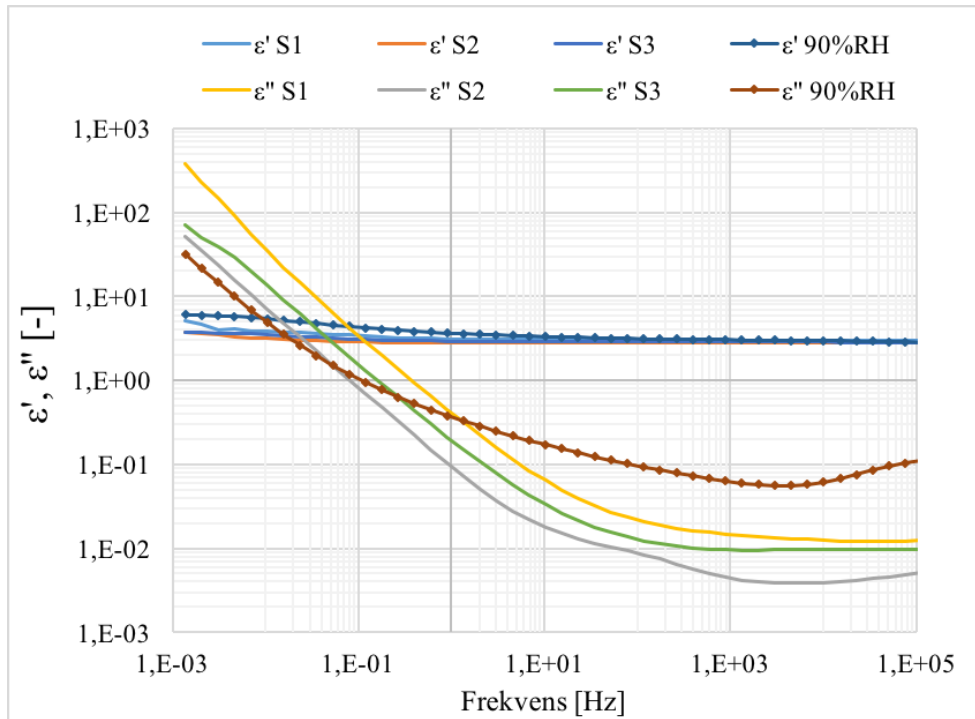
Den dielektriske responsen ble målt i både frekvens- og tidsdomenet med de samme prøvene, tre tørre prøveobjekt (S1,S2,S3) og et med relativ fuktighet på 90%RH. Ved måling av den fuktige prøven (90%RH) ble det bestemt å bruke nye prøveobjekt ved hver temperatur siden den målte metningskonsentrasjonen ble redusert med økende temperatur. Det betyr at et prøveobjekt mettet på 30°C ville blitt overmettet og felt ut vann om temperaturen hadde blitt økt til 60 eller 90 °C. Tiden det tok å mette de våte prøvene med vann var vanskelig å fastslå på grunn av vektreduksjonen. For å være på den sikre siden ble kondisjoneringstiden satt til 8 dager ved 30°C, 6 dager ved 60°C og 4 dager ved 90°C.

### 4.2.1 Dielektrisk respons i frekvensdomenet

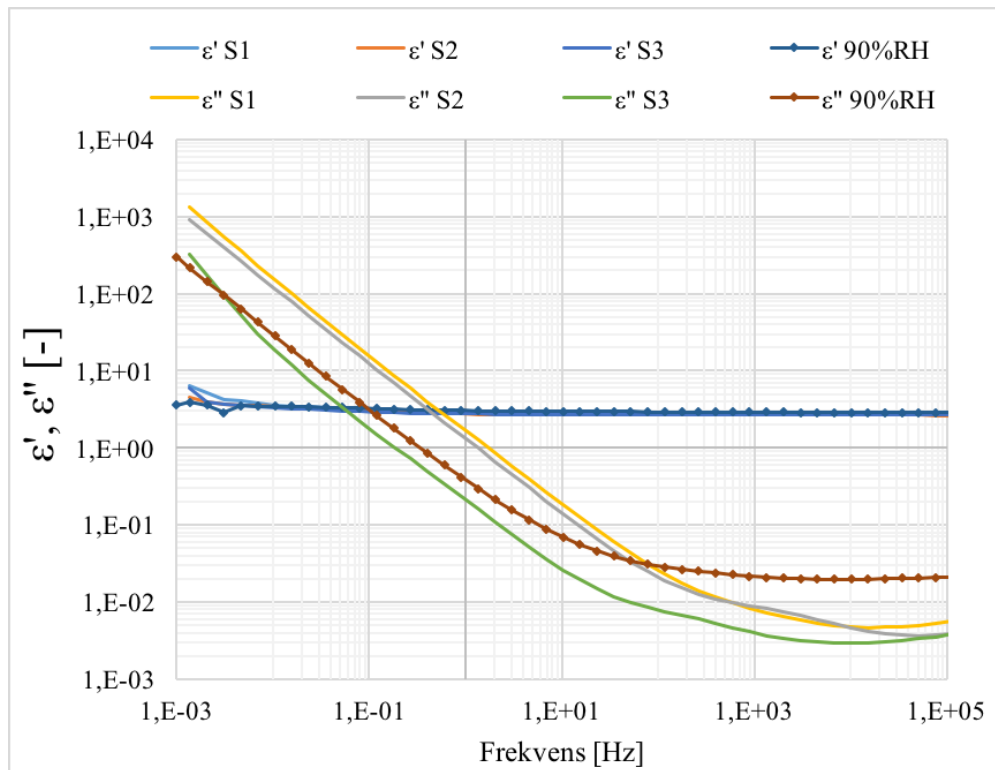
Figur 4.13, 4.14 og 4.15 viser den målte komplekse permitiviteten for de fire prøvene ved 30, 60 og 90°C. Målemetoden er beskrevet i delkapittel 3.2.4.



Figur 4.13: Kompleks permitivitet målt ved 30°C



Figur 4.14: Kompleks permitivitet målt ved 60°C



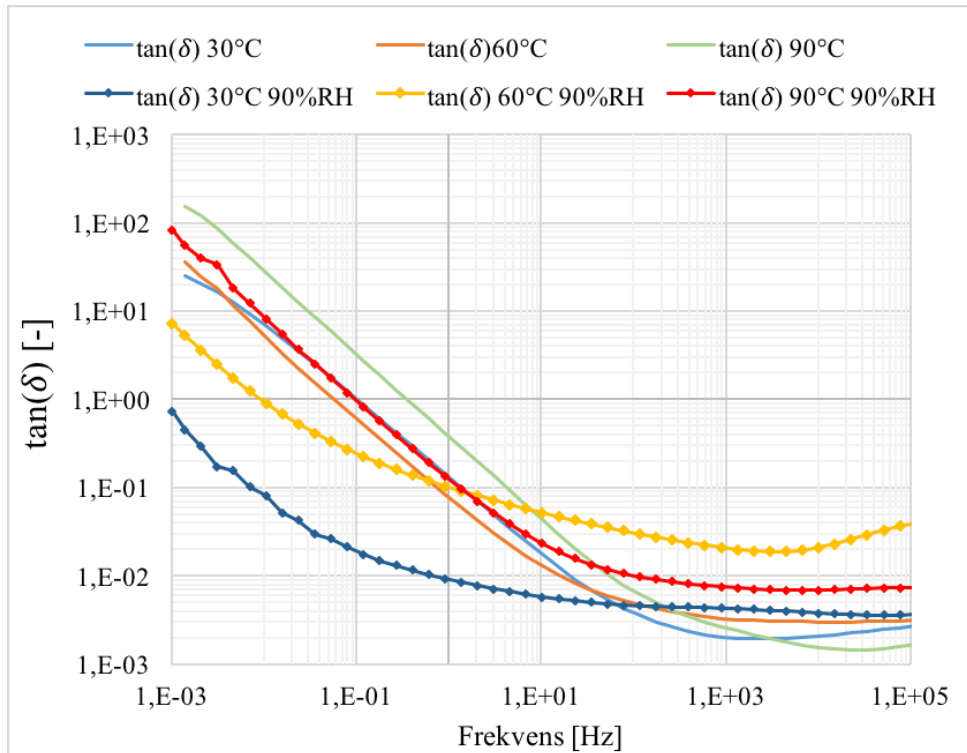
Figur 4.15: Kompleks permitivitet målt ved 90°C

Ut fra grafene er det ingen tegn til relaksjonsmekanismer i noen av prøveobjektene, men et stort bidrag fra ledningsevnen ved lavere frekvenser. Den reelle permitiviteten,  $\epsilon'$ , holder seg rimelig konstant lik 2,8 men øker litt ved de laveste frekvensene for alle temperaturer. Dette stemmer med databladet for silikongummien (Vedlegg F) som gir den dielektriske konstanten ved 50 Hz  $\epsilon_r = 2,8$ . Det synes også fra grafene at den imaginære permitiviteten,  $\epsilon''$ , for de våte prøvene ligger litt høyere enn de tørre prøvene ved høye frekvenser, men ved lavere frekvenser, når ledningsevner dominerer ligger  $\epsilon''$  likt med eller lavere enn de tørre prøvene. Ved målingen på 30°C skiller prøveobjekt 1 (S1) seg ut med et mye større tapsbidrag fra ledningsevnen enn de andre prøveobjektene. Dette viser at det kan være stor variasjon i tapene mellom prøveobjektene, eller at prøveobjekt 1 var defekt. Relaksjonsmekanismer er avhengige av både temperatur og felt, og den påtrykte spenningen under denne målingen er gjort med  $V_{RMS} = 1V$  derfor er det uvisst om materiale har relaksjonsmekanismer ved høyere påtrykt spenning.

En feilkilde som ble oppdaget under målingen var måleproben som var koblet til høyspenningselektroden i testcellen. Måleproben hadde dårlig kontakt med målekabelen og løsnet fra målekabelen etter måling på den fuktige prøven (90%RH) ved 60°C. Det kan dermed hende at denne målingen og den tidligere målingen (30°C, 90%RH) ble påvirket av den dårlige kontakten.

### **Beregning av ledningsevne i frekvensdomenet**

Gjennomsnittet av tapsfaktoren for de tørre prøvene sammen med tapsfaktoren til de våte prøvene er vist i figur 4.16. Det vises av figuren at tapene fra ledningsevnen blir forskyvøvet mot høyre og dermed øker ved økende temperatur. Dette stemmer med teorien om at ledningsevnen øker med temperatur. Ved å anta at det kun er ledningsevnen som bidrar til tapene i frekvensområdet 0,01 - 10 Hz kan likning 2.27 benyttes til å estimere konduktiviteten. Tabell 4.3 viser snittet av ledningsevnen mellom 0,01 - 10 Hz ved de tre temperaturene for de våte prøvene og snittet av de tre tørre prøvene.



Figur 4.16: Gjennomsnitt av tapsfaktor for de tre tørre prøvene, og tapsfaktoren for de våte prøvene ved hver temperatur

Tabell 4.3: Ledningsevne beregnet ut fra tapsfaktor

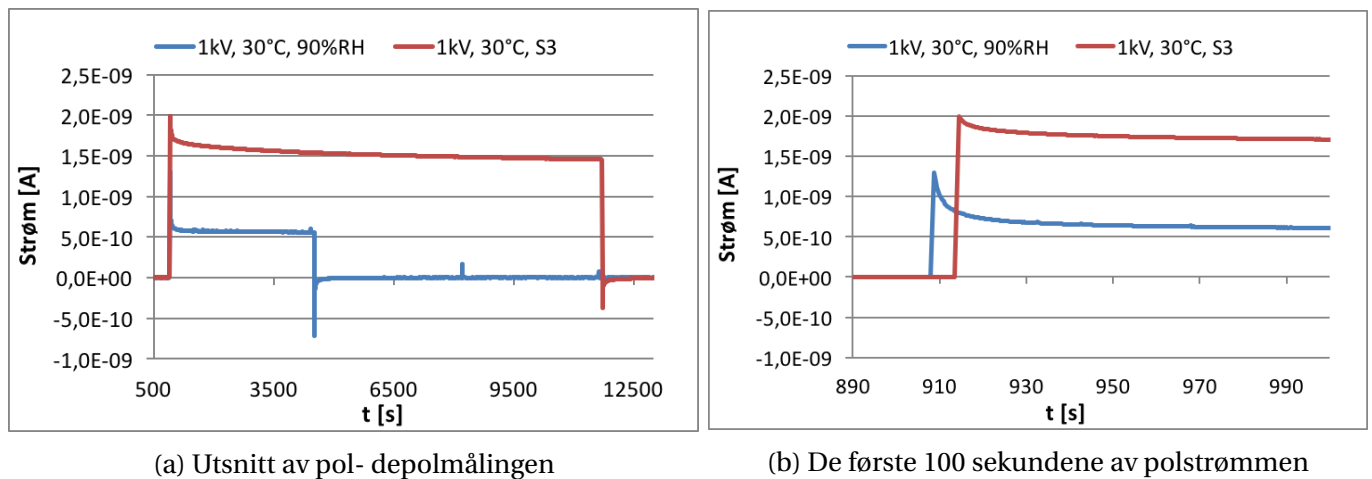
Temperatur [°C]	$\sigma_{tørr}$ [S/m]	$\sigma_{våt}$ [S/m]
30	3,31E-11	1,96E-12
60	1,68E-11	2,32E-11
90	5,82E-11	2,16E-11

Tabellen viser at ledningsevnen varierer lite for de tre temperaturene og det er ingen klar forskjell mellom den våte og de tørre prøvene, bortsett fra ved 30°C. Ved å utelukke bidraget for prøveobjekt 1 ved 30°C, som lå betydelig høyere enn alle andre målinger på 30°C, fra beregningen blir ledningsevnen ved 30°C  $\sigma_{tørr}^{S_2 S_3} = 1,10E - 12$ . I dette tilfelle kan man se at ledningsevnen øker med temperaturen for de tørre prøvene. Som nevnt tidligere var det trolig dårlig kontakt ved målingen av den fuktige prøven på 30 og 60°C og tapsfaktoren kan ha blitt påvirket av dette. Datagrunnlaget for beregningen av ledningsevnen er vist i vedlegg B.1.

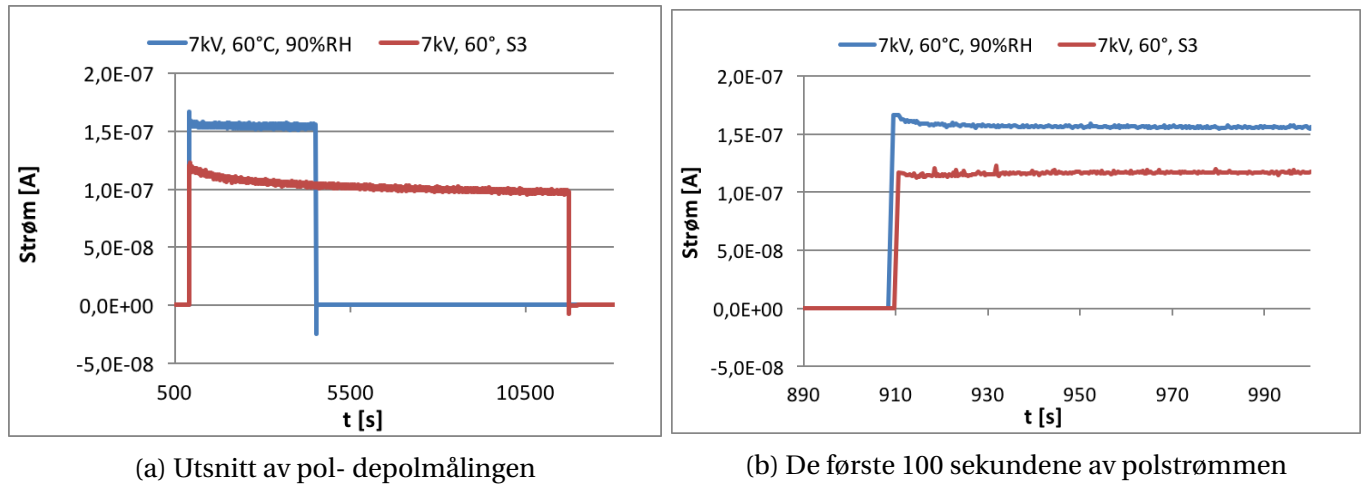
### 4.2.2 Dielektrisk respons i tidsdomenet

Den dielektriske responsen i tidsdomenet ble funnet ved å måle pol- og depolstrøm. Målemetoden er beskrevet i delkapittel 3.2.3. Det målte strømforløpet som funksjon av påtrykt spenning ved 30, 60 og 90°C er vist i figur 4.17, 4.18 og 4.19. Disse figurene sammenlikner strømforløpet mellom de våte prøvene og den tørre prøven, S3. Målingen av polstrøm varte i 3 timer i stedet for 1 time for prøveobjekt 2 og 3 (S2, S3). Dette ble gjort for å undersøke ved hvilken verdi polstrømmen nådde et stabilt nivå.

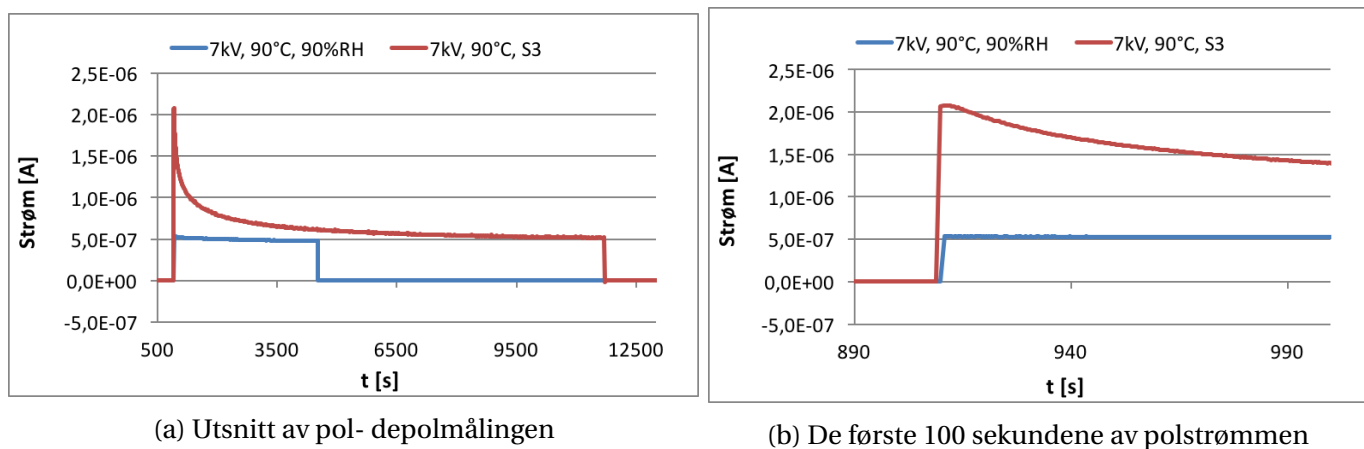
I figur 4.17 ser man at den dielektriske responsfunksjonen,  $f(t)$  (forklart i likning 2.18), er tilnærmet lik for både opp- og utladning, og stemmer dermed godt med teorien om at det kun er bidraget fra ledningsevnen som skiller pol- og depolstrøm. Dette endrer seg for både den tørre og den våte prøven med økt polstrøm, men på ulik måte.



Figur 4.17: Pol- og depolstrøm ved 30°C med 1kV påtrykt spenning over prøveobjektet. Figuren viser den våte prøven i blått og det tørre prøveobjektet (S3) i rødt.



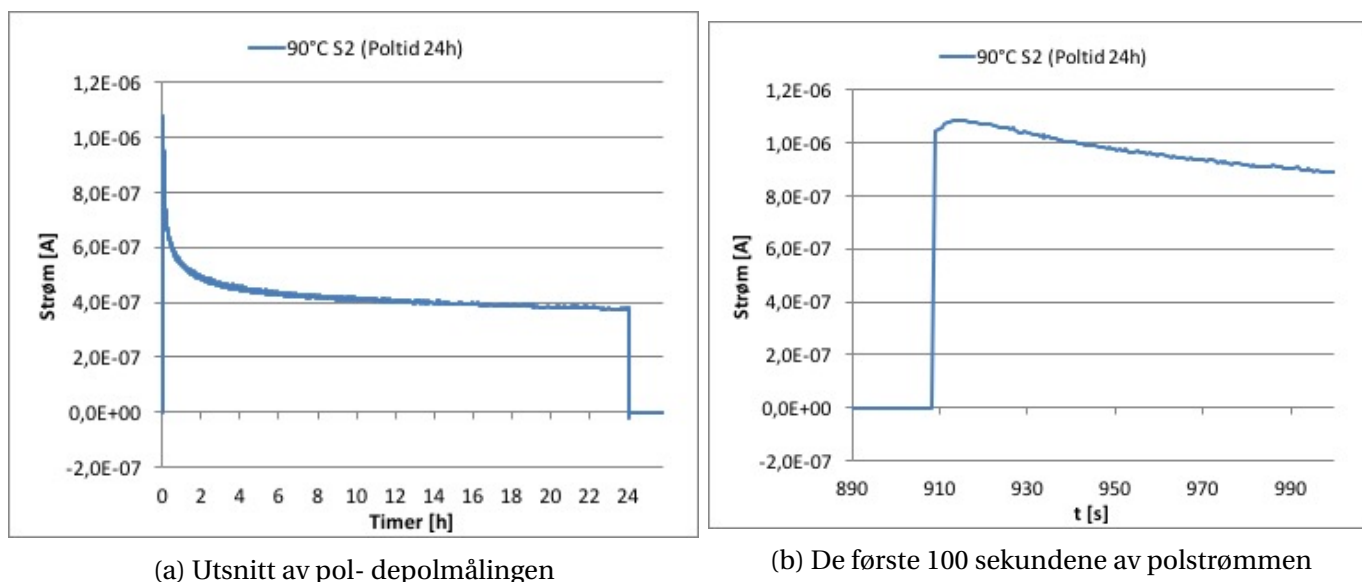
Figur 4.18: Pol- og depolstrøm ved 60°C med 7kV påtrykt spenning over prøveobjektet. Figuren viser den våte prøven i blått og det tørre prøveobjektet (S3) i rødt.



Figur 4.19: Pol- og depolstrøm ved 90°C med 7kV påtrykt spenning over prøveobjektet. Figuren viser den våte prøven i blått og det tørre prøveobjektet (S3) i rødt.

Ved 60°C og 7 kV påtrykt spenning (figur 4.18) er den dielektriske responsfunksjonen betydelig større for polstrømmen enn for depolstrømmen. Derimot for den våte prøven er  $f(t)$  tilnærmet lik, selv om den relativt til ledningsevnestrømmen er mindre enn ved 30°C. Enda tydeligere er det ved 90°C og 7kV påtrykt spenning (figur 4.19), der  $f(t)$  bidrar betydelig til polstrømmen for den tørre prøven og depolstrømmen er neglisjerbar. Det våte prøveobjektet har ved denne strømmen ingen målbar dielektrisk responsfunksjon og når en konstant strøm forårsaket av ledningsevnen umiddelbart.

En mulig forklaring på den ulike polstrømmen for den våte og den tørre prøven kan komme av vektreduksjonen som ble målt under fuktopptaket. Hvis det er rester av lavmolekylære stoffer i silikongummien etter støpingen og som ikke forsvinner under avgassing, kan disse stoffene bidra til en økning i den dielektriske responsfunksjonen under oppladningen. Disse stoffene ser ut til å forsvinne ut materialet når silikongummien kondisjoneres i fuktige luft, og raskere ved høyere temperatur. Dermed minker også den dielektriske responsfunksjonen ved høyere temperatur for de våte prøvene.



Figur 4.20: Pol- depolstrøm ved 90°C med 7kV påtrykt spenning over prøveobjektet. Polstrømmen ble målt i 24 timer og depolstrømmen i 10 timer.

Ut fra målingene som ble gjort ble det observert at polstrømmen ikke alltid nådde et stabilt nivå etter én times polstrømsmåling. Det ble derfor utført en måling på prøveobjekt 2 (S2) men poltid på 24 timer ved 90°C og 7kV (figur 4.20). Figuren viser at polstrømmen når et kvasi-stabilt nivå etter  $\approx 10$  timer, og forskjellen i strøm mellom dette nivået og etter 1 time er ca. 30%.

Et annet fenomen som oppstår ved høye strømmer for de tørre prøvene er vist i figur 4.20b. I dette tilfelle stiger polstrømmen, noen sekunder, til et toppunkt før strømmen reduseres til det kvasi-stabile nivået. Dette fenomenet var både felt og temperaturavhengig. Toppunktet ble observert etter kortere poltid ved høyere temperatur, og strømmen som ga toppunktet ved en temperatur var for lavt for å gi det ved en høyere temperatur. Dette er vist i figur 4.18 og 4.19 der

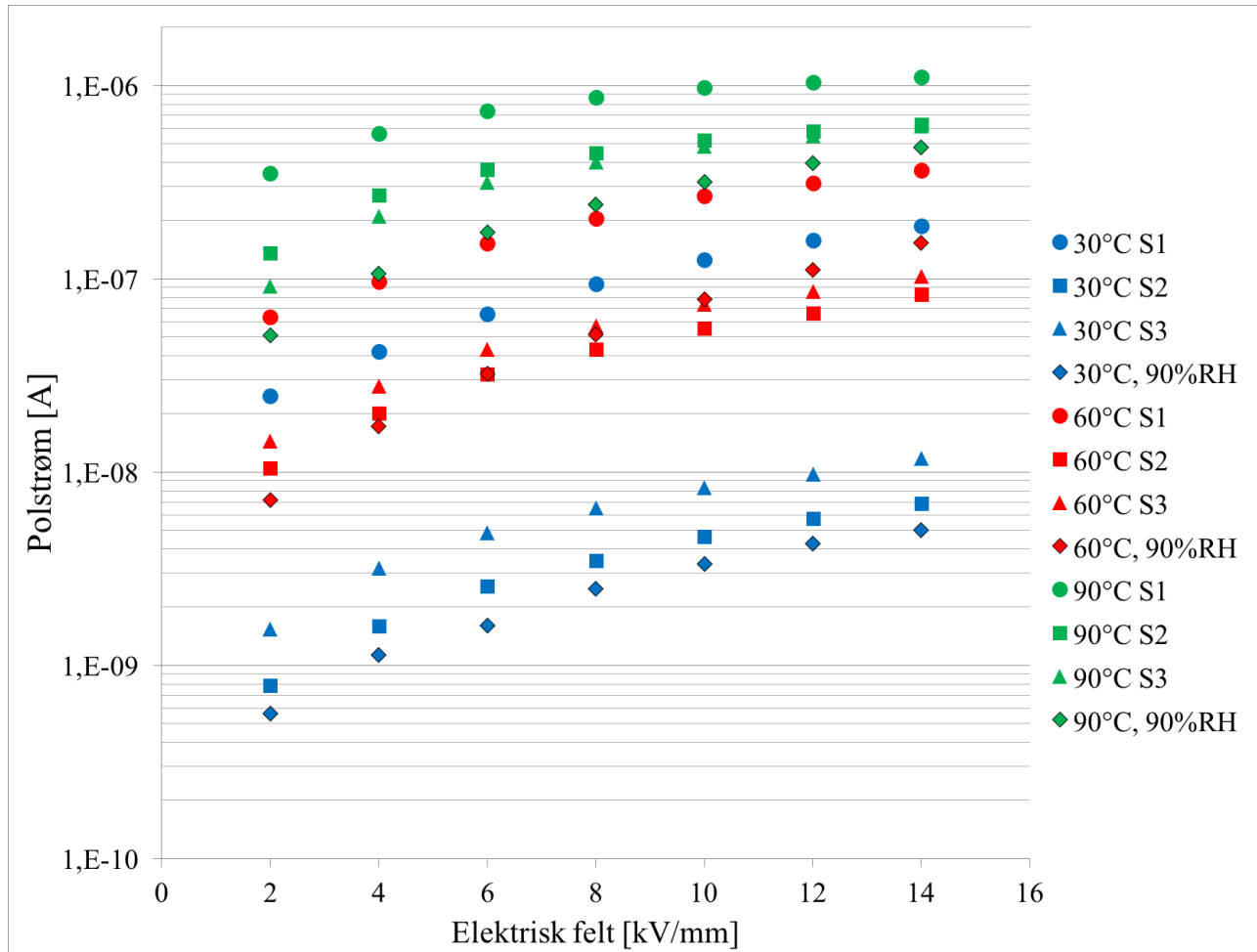
strømmen ved 60°C (7 kV) får et toppunkt etter 70-90s fra spenningskilden er tilkoblet, mens ved 90°C (7 kV) kommer toppunktet etter 5 s. Strømmen som ga toppunktet ved 60°C for S3 var  $I \approx 1,2E - 7 [A]$ , mens ved 90°C må det en strøm lik  $I \approx 7,4E - 7 [A]$  til for å få et forsikede toppunktet. Denne strømmen ble målt ved 3 kV påtrykt spenning og toppunktet ble observert etter ca 2 s.

Fenomenet er mest trolig forårsaket av romladningsoppbygging. Måling av romladning for denne silikongummien er utført av Sintef-forsker Øystein Hestad er lagt ved i vedlegg C. Målingene viser at det bygges opp romladning som fører til en reduksjon av feltet inne i prøven på ~10%. Denne målingen er gjort ved 7 kV og ved romtemperatur. Det var kun prøveobjekt 1 (S1) som hadde et svakt forsinket toppunkt i nærheten av disse forholdene. Det bør derfor gjøres flere målinger av romladningen ved høyere temperaturer for å kunne forklare fenomenet nærmere. Uansett viser målingen at det finnes romladning i prøveobjektet som er utgangspunkt for diskusjonen. Fenomenet er også observert for liknende måling på PEX-kabler (Hestad et al., 2012), og for feltstyrende belegg for kabelskjøter (Enoksen and Hvidsten, 2015). Begge artikler forklarer fenomenet med romladning.

### **Beregning av ledningsevne i tidsdomenet**

Ledningsevnen er beregnet ut fra likning 2.20. Polstrømmen som er benyttet i beregning er gj.snittet av polstrømmen for de siste 15 minuttene av den første timen. Ved dette tidspunktet er depolstrømmen neglisjerbar og blir satt til 0 i utregning av ledningsevnen. Polstrømmen er vist for alle prøveobjektene ved 30, 60 og 90°C som funksjon av det elektriske feltet i figur 4.21. Prøveobjekt 1 i figuren skiller seg ut med en større polstrøm ved alle temperaturer, spesielt ved 30°C. Denne forskjellen er større enn forskjellen mellom de våte (90%RH) og de tørre prøvene (S1,S2,S3), og som sagt tidligere kan prøven ha vært defekt. I snitt ligger polstrømmen til de våte prøven litt lavere enn de tørre. Dette kan forklares ved at de tørre prøvene brukte lengre tid å nå en et kvasistabilt nivå og derfor har en høyere strøm etter en time (forklart for figur 4.20).

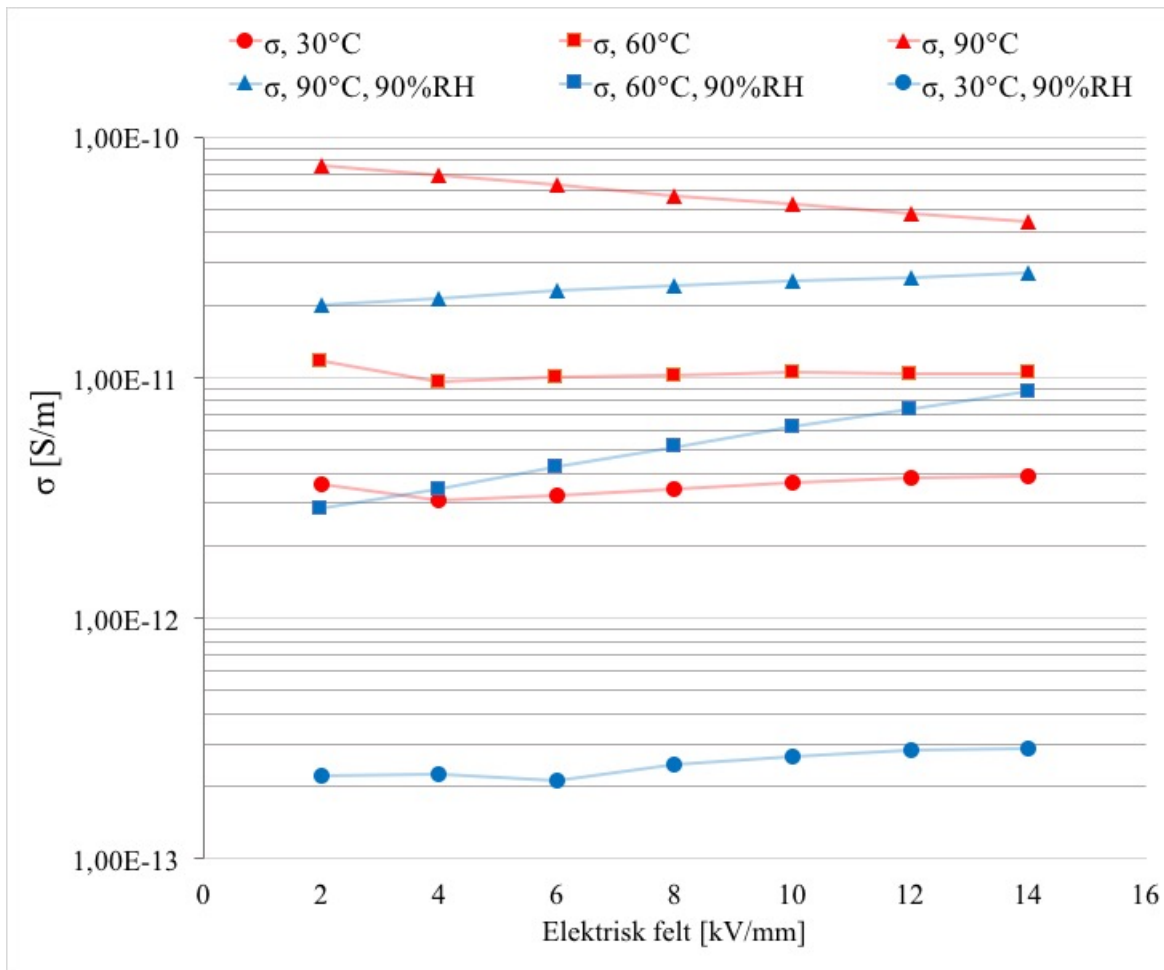




Figur 4.21: Gjennomsnittlig polstrøm fra de siste 15 minuttene av den første timen av polstrømsmålingen

Beregnet ledningsevnen som funksjon av felt er vist i figur 4.22. I denne figuren vises ledningsevnen for snittet av de tørre prøvene, og ledningsevnen for de våte prøvene. Ut i fra figuren ser man at ledningsevnen for de tørre prøvene er tilnærmet konstant ved hver temperatur, altså ohmsk, med økende felt. Ledningsevnen for de våte prøvene er også tilnærmet konstante med økning i feltet, med unntak av prøven ved 60°C der det er en svak eksponentiell vekst. Fra målingene vises det at ledningsevnen er sterkt temperaturavhengig og øker tilsynelatende eksponentielt med temperaturen (figur vist i vedlegg D).

Forskjellen i ledningsevne ved lik temperatur mellom de våte og tørre prøvene kommer av forskjellen i polstrømmen. Denne forskjellen kommer som sagt av at de tørre prøvene ikke har nådd den kvasi-stabile ledningsevnestrømmen etter en time. I tillegg trekker prøveobjekt 1 (S1) opp snit-



Figur 4.22: Beregnet konduktivitet  $\sigma$ . De røde punktene er snittet av de tre tørre prøvene og de blå er den våte prøven

tet av polstrømmen for de tørre prøvene betydelig. Ved å ekskludere denne prøven fra målingen er det omtrent ingen forskjell i ledningsevnen for de tørre og våte prøvene (figur vist i vedlegg B.3).

Siden ledningsevnen ser ut til å være ohmsk kan ledningsevnen gis som gjennomsnittet av ledningsevnene ved hver temperatur, gitt i tabell 4.4.

Tabell 4.4: Gjennomsnitt av målt ledningsevne ved hver temperatur

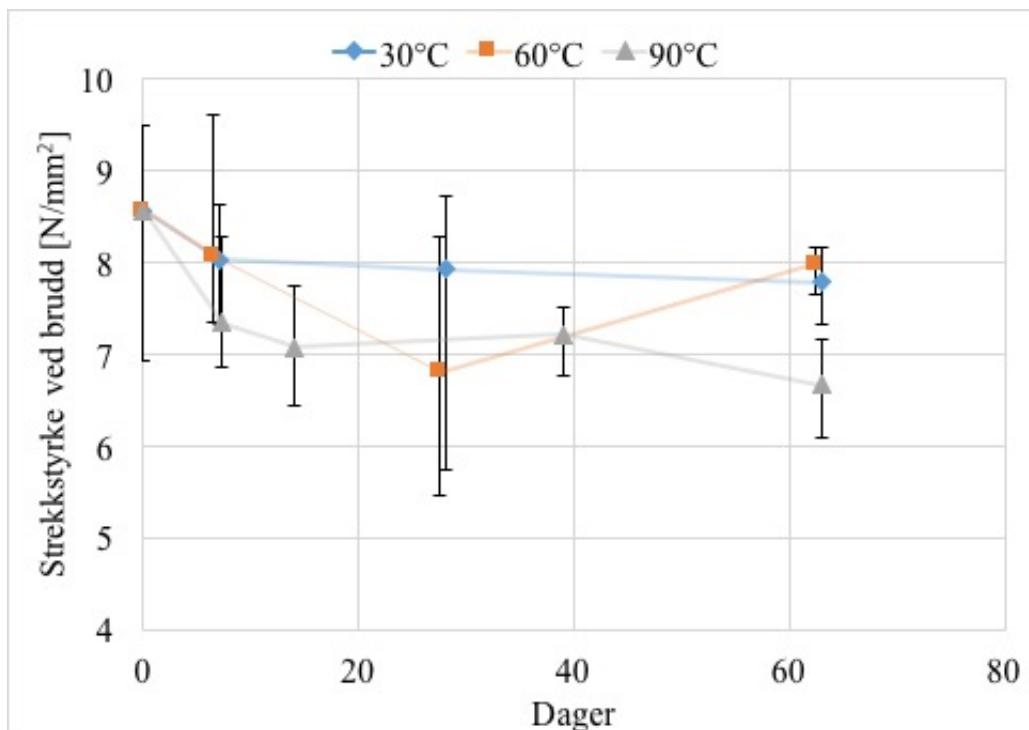
Temperatur [°C]	$\sigma_{tørr}$ [S/m]	$\sigma_{våt}$ [S/m]	$\sigma_{tørr}^{S2,S3}$ [S/m]
30	3,54E-12	2,49E-13	4,98E-13
60	1,04E-11	5,43E-12	5,03E-12
90	5,87E-11	2,39E-11	4,19E-11

Tabellen viser ledningsevnen for snittet for alle de tørre prøvene (S1, S2, S3), ledningsevnen for de våte prøvene og ledningsevnen for snittet av kun S2 og S3. Vi ser at  $\sigma_{v\grave{a}t}$  er en faktor  $k_1 \approx 2,5 - 14$  mindre enn  $\sigma_{t\ddot{o}rr}$ , og en faktor  $k_2 \approx 0 - 2$  mindre enn  $\sigma_{t\ddot{o}rr}^{S2,S3}$ . Datagrunnlaget for beregning av ledningsevnen er vedlagt i vedlegg B.4. Sammenlignet med ledningsevnen målt i frekvensdomenet ( tabell 4.3) er ledningsevnene i samme størrelsesorden. Ledningsevnen for materialet er oppgitt i databladet (vedlegg F) til å være  $\sigma = \frac{1}{\rho} = \frac{1}{5E13} = 2E - 12 [S/m]$ . Dette er også i samme størrelsesorden som målingene i denne oppgaven og det taler for at målemetoden er riktig, men det er ukjent ved hvilke forhold ledningsevnen i databladet er målt ved.

Ut fra tilsvarende ledningsevne måling i tidsdomenet på PEX-kabler ble ledningsevnen for prøveobjekt med 90%RH målt til å være en faktor mellom 1,8-3,4 større enn ledningsevnen til et prøveobjekt med 10%RH (Ve et al., 2012). En grunn til at man ikke ser tilsvarende sammenheng på silikongummi kan være at ledningsevnen i utgangspunktet er veldig høy sammenlignet med PEX-kabelen. I PEX-kabelen var den største ledningsevnen. målt ved ved 80°C,  $\sigma_{90\%RH} \approx 2E - 13$  og minste, målt ved 40°C,  $\sigma_{10\%RH} \approx 5E - 17$ . Ledningsevnen for silikongummien er altså en faktor mellom 500 - 4000 større enn for PEX-kabelen. Det er også en mulighet at de våte prøvene ikke har blitt mettet med vann, men dette er lite trolig på grunn av endringen av formen til polstrømmen for de våte prøvene.

### 4.3 Mekaniske egenskaper

De mekaniske egenskapene ble undersøkt med en strekktest hvor prøveobjektets strekkstyrke og forlengelse ble målt som funksjon av kondisjoneringstid i vannbad på 30, 60 og 90°C. Målemetoden er beskrevet i delkapittel 3.2.5. Figur 4.23 viser strekkstyrken ved brudd [ $N/mm^2$ ] som er bruddkraften [ $N$ ] dividert med arealet [ $m^2$ ] av arbeidsområdet til prøven (tykkelse · bredde =  $1mm \cdot 4mm$ ). Referansemålingen er gjort på tørr silikongummi og er vist i figuren som målingen gjort ved '0-dager'. Neste måling er gjort en uke senere og prøvene har da vært kondisjonert i vannbad på 30, 60 og 90°C. Ved dette målepunktet er strekkstyrken redusert med ~7% for prøveobjektene kondisjonert i vannbad på 30 og 60°C, og ~14% for prøvene i vannbad på 90°C. Prøvene i vannbad på 30 og 60°C holder seg i gjennomsnitt omtrent på dette nivået etter lengre



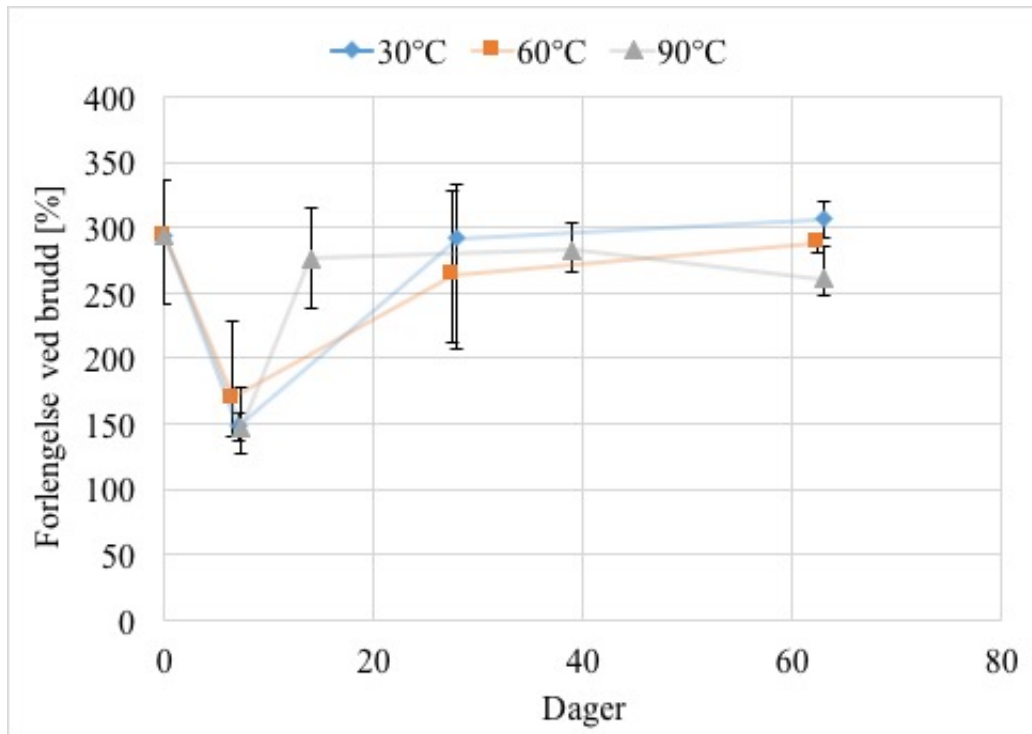
Figur 4.23: Mekanisk stress over prøveobjektet ved brudd for prøver kondisjonert i vannbad på 30, 60 og 90°C. Hvert punkt viser gjennomsnittet av 5 målinger og feil-linjene viser forskjellen fra den største til minste målte verdien i måleserien. Datagrunnlaget er vedlagt [E](#)

tid i vannbadet, men det er usikkerhet rundt måling. Spesielt målingen gjort etter 30 dager varierer mye. Prøvene kondisjonert i vannbad på 90°C reduserer strekkstyrken med ~20% i snitt etter 63 dager. Over samme tidsperiode viste vannopptaksmålingen på 90°C for prøver i vannbad at det relative opptaket reduseres med ~1 % (se figur 4.3). En reduksjon av både strekkstyrken og vekten kan tyde på at kryssbindingene i silikongummien brytes ned i vannbadet. En årsak til at strekkstyrken ved 60°C ikke reduseres mer i forhold til 30°C kan være at vekttapet ved 60 og 30°C er relativt lite i forhold til på 90°C etter 63 dager. Ved 60°C er vektreduksjonen målt til å være ~0,01% etter 63 og tilnærmet ~0,001% ved 30°C.

Trender i målingen er vanskelig å si noe sikkert om siden det spriker mye mellom laveste og høyeste strekkstyrke ved flere målepunkt. Det er med andre ord ikke nok med 5 prøveobjekter per måling for å kunne bestemme strekkstyrken for silikongummien som funksjon av kondisjoneringstid på ulik temperatur.

Det ble også målt forlengelse av prøveobjektet ved brudd som funksjon av kondisjoneringstid.

Resultatene fra denne målingen er vist i figur 4.24. Denne målingen viser tilnærmet den samme utvikling som for målingen av strekkstyrke. Forlengelsen ved brudd for prøvene kondisjonert i 90°C reduseres ved en faktor på ~14% etter 63 dager. Målingen av forlengelsen gjort etter 7 dager er ugyldig siden måleapparatet ikke var innstilt riktig.



Figur 4.24: Forlengelse av prøveobjektet ved brudd for prøveobjekt kondisjonert i vannbad på 30, 60 og 90°C. Hvert punkt viser gjennomsnittet av 5 målinger og feil-linjene viser forskjellen fra den største og minste målte verdien i måleserien. Datagrunnlaget er vedlagt [E](#)



# Kapittel 5

## Konklusjon

I denne oppgaven har det vært gjort måling av fuktopptak, dielektrisk respons og mekaniske egenskaper for silikongummien Elastosil LR 3003/60 A/B.

Følgende konklusjoner kan trekkes fra forsøkene som er utført:

- Vekten reduseres over tid for alle prøver i vannbad og i fuktig luft. Vektreduksjonen øker med temperatur, og ved 60 og 90°C observeres utfelt materie i vannbadet etter ca. 150 døgn.
- Fuktopptaket for prøvene i fuktig luft stemmer godt med langmuir-modellen ved 30°C om man neglisjerer vektreduksjonen. Ved 60 og 90°C er vektreduksjonen for dominerende til kunne kurvetilpasse fuktopptaket til den fickiske eller langmuir-modellen.
- Ledningsevnen er sterkt temperaturavhengig og tilnærmet ohmsk for felt opp til 14 kV/mm.
- Det er ingen signifikant forskjell i ledningsevne for tørre og våte prøveobjekt.
- Polarisasjonsstrømmens toppunkt og tiden frem til en stabil ledningsevnestrøm øker med påtrykt felt og temperatur for de tørre prøvene.
- Det observeres at polarisasjonsstrømmens toppunkt og tiden frem til en stabil ledningsevnestrøm reduseres ved høyere temperatur for de våte prøvene. Det er dermed en mulig sammenheng mellom vektreduksjonen for prøver i fuktig luft og polarisasjonsstrømmen.

- Det bygges opp romladning under PDC-målingen som trolig er forklaring på at toppunktet til polarisasjonsstrømmen blir forsinket ved høye felt og temperaturer.
- Strekkstyrken reduseres tilsynelatende med ~20% for prøver i kondisjonert 63 døgn i vannbad på 90°C, og det er korrelasjon mellom reduksjon av strekkstyrke og vektreduksjon i vannbad.

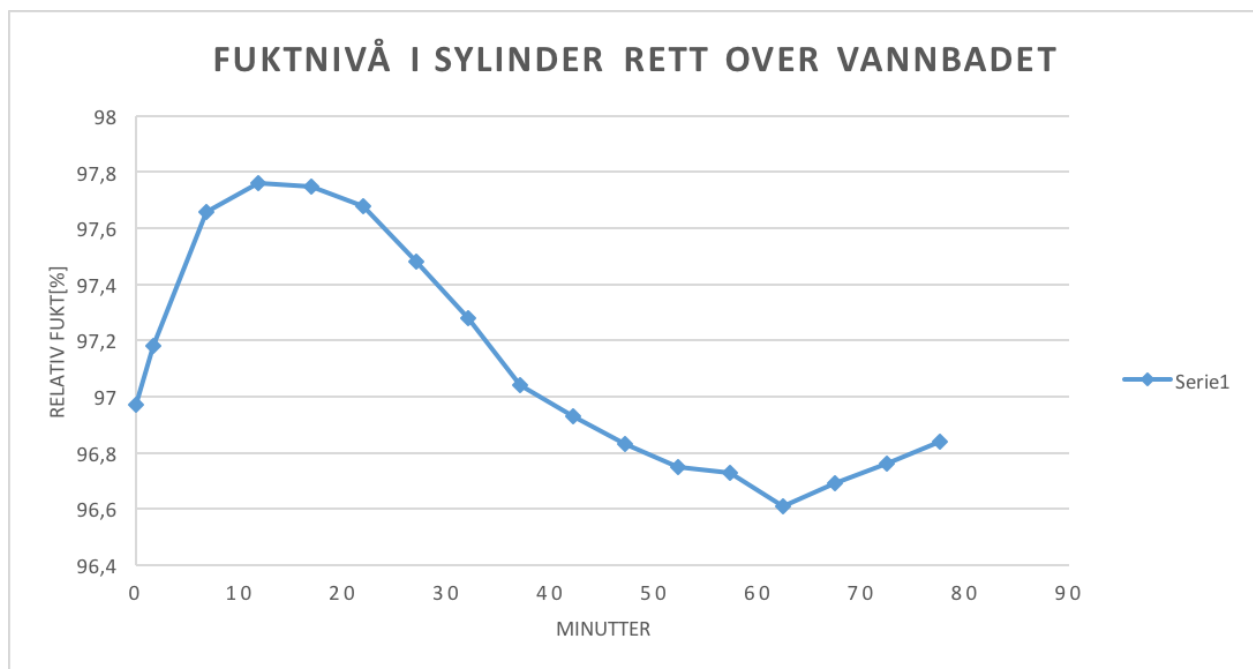
## 5.1 Videre arbeid

- Materiet som er utfelt i vannbadet på 90°C bør analyseres for å undersøke hvilke stoff som forsvinner ut av silikongummien.
- Målingen av fuktopptak bør fortsettes for å bestemme ved hvilket nivå vekten stabiliserer (om den stabiliseres). Prøvene kan da tørkes og fuktmålingen gjentas for å se hvordan opptaket utvikler seg når alle flyktige stoffer har forlatt prøven.
- For å få et bedre statistisk grunnlag bør det utføres flere målinger av ledningsevnen for både tørre og våte prøveobjekt.
- Målinger av romladningsmåling bør utføres ved samme felt og temperatur som for måling av ledningsevne. En sammenheng mellom romladning og den dielektriske responsfunksjonen kan da avdekkes.
- Ledningsevnen bør måles med samme fuktkonsentrasjon i prøven ved 30, 60 og 90°C for å bedre forståelsen av vanninnholdets påvirkning av ledningsevnen.
- Strekktesten bør gjentas med et økt antall prøver per målepunkt. Det bør også måles på prøveobjekt kondisjonert lengre enn 63 dager i vannbad og fuktig luft.
- Hvordan de dielektriske egenskapene blir påvirket olje og hydrostatisk trykk bør også undersøkes.



## Vedlegg A

### Fuktnivå for prøver i fuktig luft



Figur A.1: Måling av relativt fuktnivå rett over vannoverflaten i norgesglass på 60°C. Fuktnivået er trolig enda høyere siden lokket ikke var mulig å lukke med målekabelen i glasset.

## **Vedlegg B**

### **Dielektrisk respons**

#### **B.1 Datagrunnlag for beregning av ledningsevne i frekvensdomenet**

Temperatur:	30°C			
	Tørr* uten S1		Våt	
Freq. [Hz]	snitt Tan(Delta)	snitt Sigma [S/cm]	Tan(delta)	Sigma [S/cm]
1,0E+01	1,74E-02	2,91E-14	5,74E-03	9,67E-14
6,9E+00	2,43E-02	2,30E-14	6,16E-03	6,92E-14
4,6E+00	3,45E-02	1,86E-14	6,61E-03	4,96E-14
3,1E+00	4,92E-02	1,52E-14	7,08E-03	3,55E-14
2,0E+00	7,05E-02	1,29E-14	7,67E-03	2,57E-14
1,4E+00	1,01E-01	1,12E-14	8,43E-03	1,88E-14
9,0E-01	1,45E-01	9,99E-15	9,24E-03	1,38E-14
6,0E-01	2,07E-01	9,09E-15	1,03E-02	1,03E-14
4,0E-01	2,96E-01	8,15E-15	1,17E-02	7,79E-15
2,7E-01	4,22E-01	7,67E-15	1,30E-02	5,81E-15
1,8E-01	6,01E-01	7,21E-15	1,48E-02	4,42E-15
1,2E-01	8,57E-01	7,04E-15	1,74E-02	3,46E-15
7,9E-02	1,22E+00	6,85E-15	2,13E-02	2,84E-15
5,3E-02	1,75E+00	6,77E-15	2,62E-02	2,35E-15
3,5E-02	2,49E+00	6,44E-15	2,96E-02	1,77E-15
2,4E-02	3,53E+00	6,66E-15	4,23E-02	1,69E-15
1,6E-02	4,91E+00	6,58E-15	5,13E-02	1,39E-15
1,1E-02	6,87E+00	6,41E-15	8,14E-02	1,47E-15
	Gj.Snitt	1,10E-14	Gj.Snitt	1,96E-14

Figur B.1: Datagrunnlag for beregning av ledningsevne i frekvensdomenet

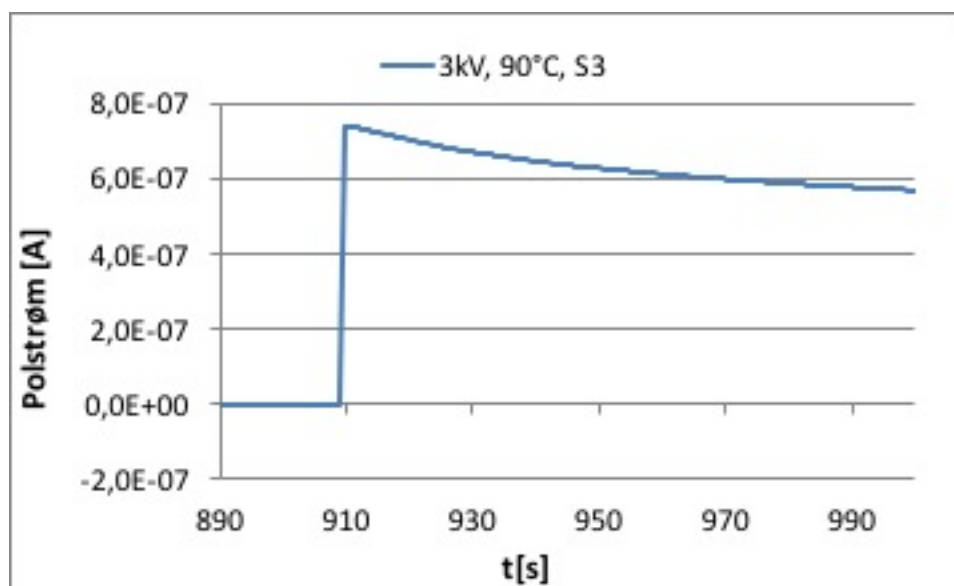
Temperatur:	60°C			
	Tørr		Våt	
Freq. [Hz]	snitt Tan(Delta)	snitt Sigma [S/cm]	Tan(delta)	Sigma [S/cm]
1,0E+01	1,29E-02	2,77E-13	5,16E-02	9,80E-13
6,9E+00	1,68E-02	2,43E-13	5,74E-02	7,35E-13
4,6E+00	2,24E-02	2,19E-13	6,40E-02	5,54E-13
3,1E+00	3,05E-02	2,00E-13	7,18E-02	4,21E-13
2,0E+00	4,24E-02	1,87E-13	8,09E-02	3,22E-13
1,4E+00	5,97E-02	1,76E-13	9,16E-02	2,47E-13
9,0E-01	8,46E-02	1,67E-13	1,04E-01	1,91E-13
6,0E-01	1,21E-01	1,60E-13	1,20E-01	1,50E-13
4,0E-01	1,73E-01	1,54E-13	1,38E-01	1,18E-13
2,7E-01	2,47E-01	1,47E-13	1,60E-01	9,44E-14
1,8E-01	3,56E-01	1,43E-13	1,89E-01	7,65E-14
1,2E-01	5,11E-01	1,39E-13	2,24E-01	6,27E-14
7,9E-02	7,35E-01	1,37E-13	2,70E-01	5,22E-14
5,3E-02	1,06E+00	1,34E-13	3,31E-01	4,44E-14
3,5E-02	1,54E+00	1,34E-13	4,13E-01	3,85E-14
2,4E-02	2,27E+00	1,35E-13	5,24E-01	3,41E-14
1,6E-02	3,37E+00	1,37E-13	6,82E-01	3,08E-14
1,1E-02	5,10E+00	1,41E-13	9,04E-01	2,84E-14
	Gj.Snitt	1,68E-13	Gj.Snitt	2,32E-13

Figur B.2: Datagrunnlag for beregning av ledningsevne i frekvensdomenet

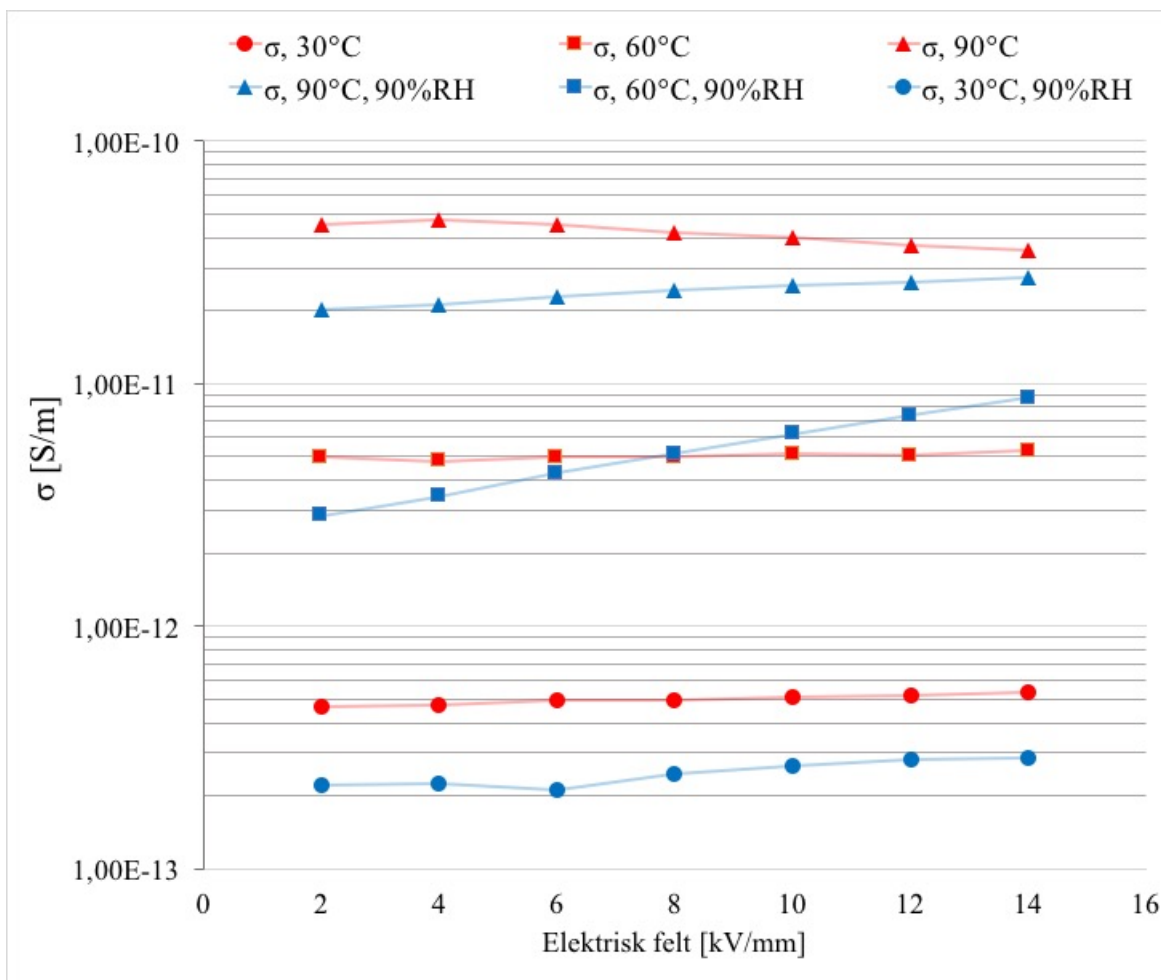
Temperatur:	90°C			
	Tørr		Våt	
Freq. [Hz]	snitt Tan(Delta)	snitt Sigma [S/cm]	Tan(delta)	Sigma [S/cm]
1,0E+01	4,3E-02	6,64E-13	2,3E-02	3,96E-13
6,9E+00	6,3E-02	6,48E-13	3,0E-02	3,37E-13
4,6E+00	9,2E-02	6,35E-13	3,9E-02	2,94E-13
3,1E+00	1,3E-01	6,23E-13	5,2E-02	2,63E-13
2,0E+00	2,0E-01	6,12E-13	7,0E-02	2,40E-13
1,4E+00	2,9E-01	6,01E-13	9,7E-02	2,22E-13
9,0E-01	4,2E-01	5,90E-13	1,4E-01	2,09E-13
6,0E-01	6,1E-01	5,79E-13	1,9E-01	1,99E-13
4,0E-01	8,9E-01	5,70E-13	2,7E-01	1,91E-13
2,7E-01	1,3E+00	5,62E-13	3,9E-01	1,84E-13
1,8E-01	1,9E+00	5,55E-13	5,7E-01	1,79E-13
1,2E-01	2,7E+00	5,51E-13	8,2E-01	1,75E-13
7,9E-02	4,0E+00	5,47E-13	1,2E+00	1,72E-13
5,3E-02	5,8E+00	5,45E-13	1,7E+00	1,69E-13
3,5E-02	8,6E+00	5,45E-13	2,5E+00	1,67E-13
2,4E-02	1,3E+01	5,47E-13	3,7E+00	1,63E-13
1,6E-02	1,9E+01	5,51E-13	5,5E+00	1,64E-13
1,1E-02	2,7E+01	5,57E-13	8,2E+00	1,65E-13
	Gj.Snitt	5,82E-13	Gj.Snitt	2,16E-13

Figur B.3: Datagrunnlag for beregning av ledningsevne i frekvensdomenet

## B.2 Polstrøm ved 3kV, 90°C for prøveobjekt 3 (S3)

Figur B.4: De første 100 sekundene av polstrøm-målingen. Toppunktet kommer etter 2 sekunder med en amplitude på  $7,4E - 7$  [A]

### B.3 Ledningsevne som funksjon av felt. Uten prøveobjekt 1



Figur B.5: Ledningsevne som funksjon av felt. Uten prøveobjekt 1

## B.4 Datagrunnlag for beregning av ledningsevne i tidsdomenet

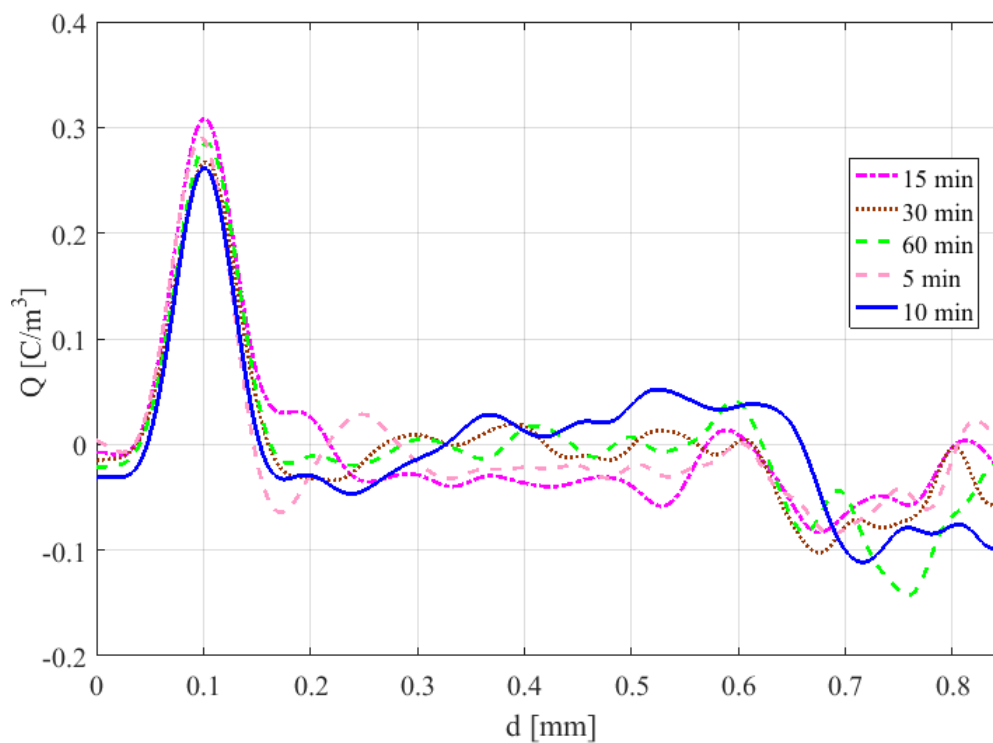
TØRR						
Spenning	STRØM GJENNOMSNIITT			LEDNINGSEVNE		
	30°C	60°C	90°C	$\sigma$ , 30°C	$\sigma$ , 60°C	$\sigma$ , 90°C
1000	9,04E-09	2,94E-08	1,93E-07	3,60E-12	1,17E-11	7,67E-11
2000	1,56E-08	4,83E-08	3,49E-07	3,11E-12	9,61E-12	6,94E-11
3000	2,43E-08	7,58E-08	4,74E-07	3,22E-12	1,00E-11	6,29E-11
4000	3,46E-08	1,02E-07	5,72E-07	3,45E-12	1,01E-11	5,69E-11
5000	4,61E-08	1,32E-07	6,58E-07	3,67E-12	1,05E-11	5,24E-11
6000	5,8E-08	1,55E-07	7,21E-07	3,85E-12	1,03E-11	4,78E-11
7000	6,89E-08	1,83E-07	7,84E-07	3,92E-12	1,04E-11	4,46E-11
	GJENNOMSNIITT:			3,54E-12	1,04E-11	5,87E-11
Radius:	2,00E-02	Area, A:	1,26E-03	tykkelse, d:	5,00E-04	d/A= 3,98E-01

VÅT, 90%RH						
Spenning	STRØM			LEDNINGSEVNE		
	30°C	60°C	90°C	$\sigma$ , 30°C	$\sigma$ , 60°C	$\sigma$ , 90°C
1000	5,6E-10	7,19E-09	5,07E-08	2,23E-13	2,86E-12	2,01759E-11
2000	1,13E-09	1,73E-08	1,07E-07	2,25E-13	3,44E-12	2,12063E-11
3000	1,6E-09	3,21E-08	1,73E-07	2,12E-13	4,26E-12	2,29904E-11
4000	2,48E-09	5,16E-08	2,43E-07	2,47E-13	5,13E-12	2,41374E-11
5000	3,33E-09	7,81E-08	3,17E-07	2,65E-13	6,22E-12	2,52605E-11
6000	4,26E-09	1,11E-07	3,95E-07	2,82E-13	7,36E-12	2,61897E-11
7000	5,01E-09	1,54E-07	4,79E-07	2,85E-13	8,75E-12	2,72131E-11
	GJENNOMSNIITT:			2,49E-13	5,43E-12	2,38819E-11
Radius:	2,00E-02	Area, A:	1,26E-03	tykkelse, d:	5,00E-04	d/A= 3,98E-01

TØRR UTEN PRØVEOBJEKT 1						
Spenning	STRØM GJENNOMSNIITT			LEDNINGSEVNE		
	30	60	90	$\sigma$ , 30°C	$\sigma$ , 60°C	$\sigma$ , 90°C
1000	1,16E-09	1,25E-08	1,13E-07	4,63E-13	4,96E-12	4,52E-11
2000	2,39E-09	2,4E-08	2,4E-07	4,76E-13	4,78E-12	4,77E-11
3000	3,71E-09	3,76E-08	3,42E-07	4,93E-13	4,99E-12	4,54E-11
4000	5E-09	5,01E-08	4,25E-07	4,97E-13	4,99E-12	4,22E-11
5000	6,46E-09	6,45E-08	5,01E-07	5,14E-13	5,13E-12	3,99E-11
6000	7,76E-09	7,63E-08	5,63E-07	5,15E-13	5,06E-12	3,74E-11
7000	9,34E-09	9,29E-08	6,23E-07	5,31E-13	5,28E-12	3,54E-11
	GJENNOMSNIITT:			4,98E-13	5,03E-12	4,19E-11
Radius:	2,00E-02	Area, A:	1,26E-03	tykkelse, d:	5,00E-04	d/A= 3,98E-01

## Vedlegg C

### Romladningsmåling

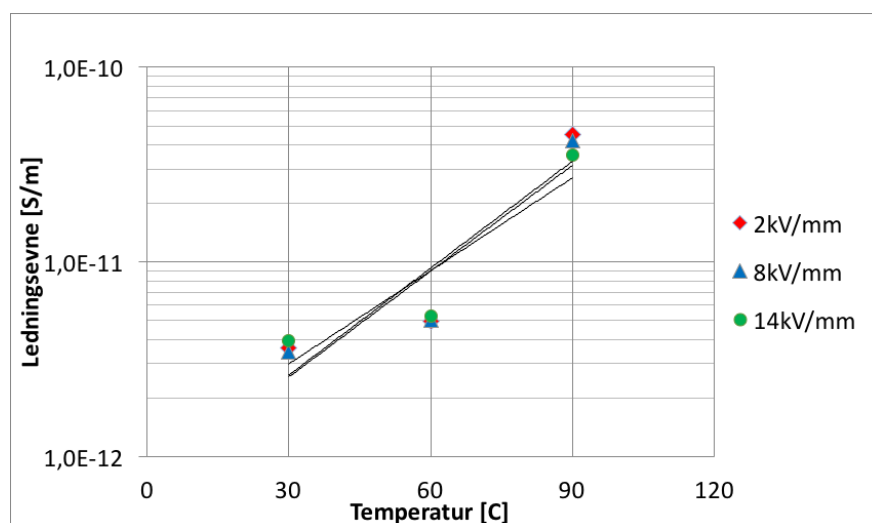


Figur C.1: Resultat fra romladningsmåling gjort på SiR av SINTEF-forsker Øystein Hestad. Figuren viser akkumulert romladning som funksjon av tykkelsen på prøven. Dette er en *Voltage off*-måling etter et felt på 14kV/mm har vært påtrykt. Katoden (jord) er plassert på  $d \approx 0,1$  mm og anoden (høyspentelektroden) er plassert på  $d \approx 0,6$  mm. Målingen tyder på at ladning forholdsvis raskt bygges opp og holder seg ganske stabil over måleperioden. Målemetoden er utført som beskrevet i referert masteroppgave, (Hagen).

# Vedlegg D

## Temperaturavhengig ledningsevne

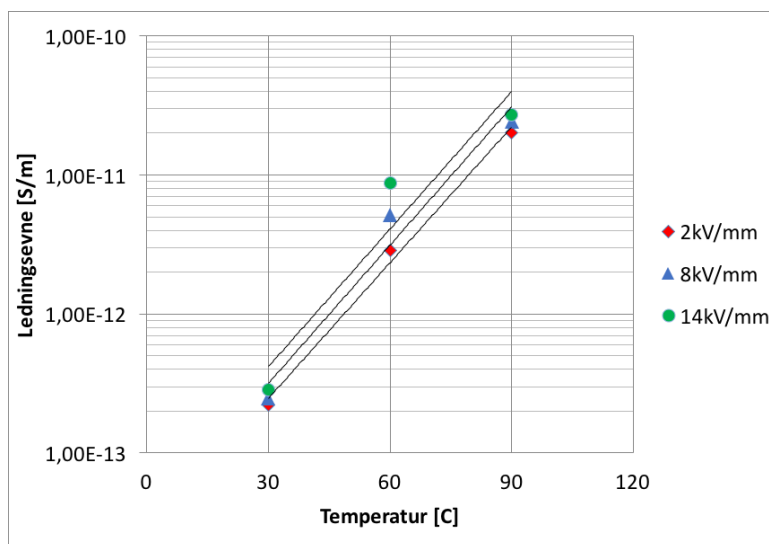
### D.1 Tørre prøveobjekt



Figur D.1: Ledningsevne for de tørre prøvene som funksjon av temperatur for de målte elektriske feltene. Av grafen kan man se en eksponentiell sammenheng mellom temperatur og ledningsevne som ikke er perfekt. Om prøveobjekt 1 fjernes fra målingen stemmer den eksponentielle sammenhengen bedre. Dette er vist i figur D.3.

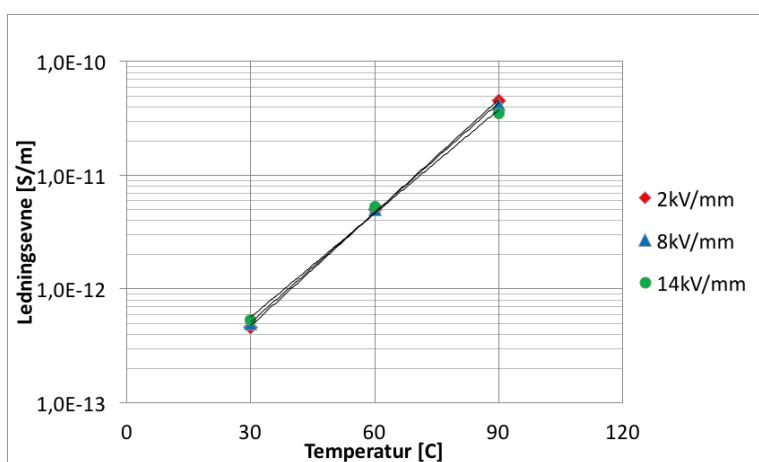


## D.2 Prøveobjekt i 90%RH



Figur D.2: Ledningsevne for de våte prøvene som funksjon av temperatur for de målte elektriske feltene. Av grafen kan man se en eksponentiell sammenheng mellom temperatur og ledningsevne.

## D.3 Tørre prøveobjekt ekskludert prøveobjekt 1



Figur D.3: Ledningsevne for snittet av prøveobjekt 2 og 3 som funksjon av temperatur for de målte elektriske feltene. Av grafen kan man se en eksponentiell sammenheng mellom temperatur og ledningsevne.

## Vedlegg E

### Datagrunnlag fra strekktest

Date	Batch Reference	Speed	Load at Break	Stress at Break [N/mm <sup>2</sup> ]	Percentage Strain at Break
03.07.2016	SiR Ref	0.833 mm/s	34.115 N	8,529	292,17
03.07.2016	SiR Ref	0.833 mm/s	27.660 N	6,915	241,05
03.07.2016	SiR Ref	0.833 mm/s	34.624 N	8,656	279,50
03.07.2016	SiR Ref	0.833 mm/s	37.944 N	9,486	335,80
03.07.2016	SiR Ref	0.833 mm/s	36.868 N	9,217	319,23
3/14/2016	Sir 30	0.833 mm/s	34.494 N	8,623	158,72
3/14/2016	Sir 30	0.833 mm/s	29.325 N	7,331	150,12
3/14/2016	Sir 30	0.833 mm/s	33.290 N	8,323	145,09
3/14/2016	Sir 30	0.833 mm/s	31.240 N	7,810	137,21
04.04.2016	Sir 30	0.833 mm/s	31.831 N	7,958	276,87
04.04.2016	Sir 30	0.833 mm/s	34.326 N	8,582	321,38
04.04.2016	Sir 30	0.833 mm/s	34.457 N	8,614	332,36
04.04.2016	Sir 30	0.833 mm/s	34.886 N	8,722	320,31
04.04.2016	Sir 30	0.833 mm/s	22.914 N	5,728	207,56
05.09.2016	SiR 30	0.833 mm/s	32.422 N	8,106	316,29
05.09.2016	SiR 30	0.833 mm/s	29.272 N	7,318	296,46
05.09.2016	SiR 30	0.833 mm/s	32.633 N	8,158	320,08
05.09.2016	SiR 30	0.833 mm/s	30.111 N	7,528	291,92

Figur E.1: del 1 av 2

3/14/2016	SiR 60	0.833 mm/s	31.691 N	7,923	139,88
3/14/2016	SiR 60	0.833 mm/s	30.158 N	7,540	160,01
3/14/2016	SiR 60	0.833 mm/s	38.393 N	9,598	229,13
3/14/2016	SiR 60	0.833 mm/s	29.374 N	7,343	161,91
3/14/2016	SiR 60	0.833 mm/s	31.917 N	7,979	158,13
04.04.2016	SiR 60	0.833 mm/s	22.626 N	5,657	220,26
04.04.2016	SiR 60	0.833 mm/s	27.274 N	6,819	256,90
04.04.2016	SiR 60	0.833 mm/s	21.797 N	5,449	212,26
04.04.2016	SiR 60	0.833 mm/s	33.095 N	8,274	328,10
04.04.2016	SiR 60	0.833 mm/s	31.148 N	7,787	301,27
05.09.2016	SiR 60	0.833 mm/s	32.654 N	8,163	280,96
05.09.2016	SiR 60	0.833 mm/s	32.183 N	8,046	293,49
05.09.2016	SiR 60	0.833 mm/s	30.580 N	7,645	295,50
05.09.2016	SiR 60	0.833 mm/s	32.157 N	8,039	285,00
3/14/2016	Sir 90	0.833 mm/s	27.463 N	6,866	132,21
3/14/2016	Sir 90	0.833 mm/s	33.081 N	8,270	178,20
3/14/2016	Sir 90	0.833 mm/s	28.178 N	7,044	149,44
3/14/2016	Sir 90	0.833 mm/s	28.678 N	7,170	127,64
3/31/2016	Sir 90	0.833 mm/s	28.173 N	7,043	269,99
3/31/2016	Sir 90	0.833 mm/s	29.206 N	7,302	314,35
3/31/2016	Sir 90	0.833 mm/s	30.913 N	7,728	290,30
3/31/2016	Sir 90	0.833 mm/s	27.389 N	6,847	267,32
3/31/2016	Sir 90	0.833 mm/s	25.728 N	6,432	237,89
4/18/2016	Sir 90	0.833 mm/s	30.069 N	7,517	290,02
4/18/2016	Sir 90	0.833 mm/s	30.020 N	7,505	302,79
4/18/2016	Sir 90	0.833 mm/s	28.115 N	7,029	281,11
4/18/2016	Sir 90	0.833 mm/s	29.022 N	7,256	274,68
4/18/2016	Sir 90	0.833 mm/s	27.060 N	6,765	265,43
05.09.2016	SiR 90	0.833 mm/s	24.331 N	6,083	247,35
05.09.2016	SiR 90	0.833 mm/s	26.151 N	6,538	255,40
05.09.2016	SiR 90	0.833 mm/s	27.480 N	6,870	254,38
05.09.2016	SiR 90	0.833 mm/s	28.602 N	7,151	285,60

Figur E.2: del 2/2

## **Vedlegg F**

**Datablad: Elastosil LR 3003/60 A/B**

# ELASTOSIL® LR 3003/60 A/B

## LIQUID SILICONE RUBBER

### Product description

Liquid silicone rubbers of the ELASTOSIL® LR 3003 series are paste-like, easily-pigmentable two-component compounds with short curing times. Their vulcanizates are noted for their high transparency and excellent mechanical and electrical properties.

### Properties

Narrow Shore hardness range from 57 to 63 Shore A (60 ± 3 Shore A).

The products can be used within a temperature range of - 55 °C to + 210 °C.

The addition of heat stabilizers at service temperatures of more than 180 °C is recommended. Further information to improve the heat stability by use of specific ELASTOSIL® FL Color Pastes can be obtained from the Technical Information Sheet "ELASTOSIL® FL Color Pastes".

### Application

These grades are particularly suitable for the economical production of large series of injection-moulded articles.

Parts made from ELASTOSIL® LR 3003/60 A/B can be used for technical applications. These articles are also suitable for use in conjunction with foodstuffs.

Postcured parts can be used for food contact applications and are suitable for use under the Recommendation "XV. Silicones" of the BfR and FDA § 177.2600 under observance of any given limitations on extractable and volatile substances.

### Processing

The A and B components are delivered ready to use in 20 and 200 litre drums. With adequate metering equipment, they can be pumped directly from the original containers into the injection molding machine and mixed by a static mixer. The mixing ratio is 1 : 1. At room temperature, mixtures of A and B components have a pot life of at least three days.

For detailed information refer to our brochure "SOLID AND LIQUID SILICONE RUBBER - MATERIAL AND PROCESSING GUIDELINES".

### Storage

The 'Best use before end' date of each batch is shown on the product label.

Storage beyond the date specified on the label does not necessarily mean that the product is no longer usable. In this case however, the properties required for the intended use must be checked for quality assurance reasons.

### Safety notes

Comprehensive instructions are given in the corresponding Material Safety Data Sheets. They are available on request from WACKER subsidiaries or may be printed via WACKER web site <http://www.wacker.com>.

**Product data**

Typical general characteristics	Inspection Method	Value
Hardness Shore A	DIN 53505	60
Appearance		transparent
Density	ISO 1183-1 A	1,13 g/cm <sup>3</sup>
Viscosity (shear rate 0.9 s <sup>-1</sup> )	DIN 53019	1100000 mPa s
Viscosity (shear rate 10 s <sup>-1</sup> )	DIN 53019	420000 mPa s
Tensile strength	DIN 53504 S 1	9,40 N/mm <sup>2</sup>
Elongation at break	DIN 53504 S 1	340 %
Tear strength	ASTM D 624 B	27 N/mm
Rebound resilience	DIN 53512	67 %
Compression set *	DIN ISO 815-B (22 h / 175 °C)	11 %
Dielectric strength (1-mm-sheet)	DIN IEC 243-2	23 kV/mm
Volume resistivity	DIN IEC 93	5 x 10 <sup>15</sup> Ω cm
Dielectric constant at 50 Hz	DIN VDE 0303	2,8 εr
Dissipation factor (50 Hz)	DIN VDE 0303	20 x 10 <sup>-4</sup> tan δ

Cure conditions: 5 min / 165 °C in press; postcuring for 4 h / 200 °C in ventilated air.

\* Postcuring for CS: 6 h / 200 °C

These figures are only intended as a guide and should not be used in preparing specifications.

The data presented in this medium are in accordance with the present state of our knowledge but do not absolve the user from carefully checking all supplies immediately on receipt. We reserve the right to alter product constants within the scope of technical progress or new developments. The recommendations made in this medium should be checked by preliminary trials because of conditions during processing over which we have no control, especially where other companies' raw materials are also being used. The information provided by us does not absolve the user from the obligation of investigating the possibility of infringement of third parties' rights and, if necessary, clarifying the position. Recommendations for use do not constitute a warranty, either express or implied, of the fitness or suitability of the product for a particular purpose.

The management system has been certified according to DIN EN ISO 9001 and DIN EN ISO 14001

WACKER® is a trademark of Wacker Chemie AG. ELASTOSIL® is a trademark of Wacker Chemie AG.

For technical, quality, or product safety questions, please contact:

Wacker Chemie AG  
Hanns-Seidel-Platz 4  
81737 München, Germany  
info.silicones@wacker.com

www.wacker.com

# Referanser

Chemie, W. A. Solid and Liquid Silicone Rubber - Material and Processing Guidelines.

Crank, J. Park, G. S. (1968). *Diffusion in polymers*. Academic press.

Duncan, B., Urquhart, J., and Roberts, S. (2005). *Review of measurement and modelling of permeation and diffusion in polymers*.

Enoksen, H. and Hvidsten, S. (2015). Temperature and Electric Field Dependence of the Time Domain Dielectric Response of a Medium Voltage Cable Joint Stress Control Sleeve Test object. pages 3–7.

Gong, B., Tu, Y., Zhou, Y., Li, R., Zhang, F., Xu, Z., and Liang, D. (2013). Moisture absorption characteristics of silicone rubber and its effect on dielectric properties. In *2013 Annual Report Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena*, pages 430–433. IEEE.

Hagen, J. E. In *Masteroppgaver 2015 ved Institutt for elkraftteknikk*.

Helgeson, A. and Gäfvert, U. (1998). Dielectric response measurements in time and frequency domain on high voltage insulation with different response. In *Proceedings of 1998 International Symposium on Electrical Insulating Materials. 1998 Asian International Conference on Dielectrics and Electrical Insulation. 30th Symposium on Electrical Insulating Materials (IEEE Cat. No.98TH8286)*, pages 393–398. Inst. Electr. Eng. Japan.

Hestad, O. L., Mauseth, F., and Kyte, R. H. (2012). Electrical conductivity of medium voltage XLPE insulated cables. In *2012 IEEE International Symposium on Electrical Insulation*, pages 376–380. IEEE.

- Hvidsten, S. (2012). Condition assesment of high voltage apparatus, power cables, dielectric response general descriptio on cables. *SINTEF ENERGY Reaserach*, 2012.
- Ieda, M. (1984). Electrical Conduction and Carrier Traps in Polymeric Materials. *IEEE Transactions on Electrical Insulation*, EI-19(3):162–178.
- Ildstad, E. (2014). *TET4160 - High Voltage Insulation Materials*. Department of Electrical Power Engineering, NTNU.
- Lutz, B., Guan, Z., Wang, L., Zhang, F., and Lu, Z. (2012). Water absorption and water vapor permeation characteristics of HTV silicone rubber material. In *2012 IEEE International Symposium on Electrical Insulation*, pages 478–482. IEEE.
- Salby L, M. (1959). *Fundamentals of Atmospheric Physics*. Academic press, volum 61 edition.
- Siemens (2013). Siemens subsea medium and high power electrical connector systems for the oil and gas industy. *The SpectRON Evolution - The new generation of subsea power connectors har arrived*.
- Tokoro, T., Nagao, M., and Kosaki, M. (1998). Effect of water absorption on the high-field dielectric property of silicone rubber. In *Proceedings of 1998 International Symposium on Electrical Insulating Materials. 1998 Asian International Conference on Dielectrics and Electrical Insulation. 30th Symposium on Electrical Insulating Materials (IEEE Cat. No.98TH8286)*, pages 461–464. Inst. Electr. Eng. Japan.
- Ve, T. A., Mauseth, E., and Ildstad, E. (2012). Effect of water content on the conductivity of xlpe insulation. *2012 Annual Report Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena*, 93:649–653.



