



**SNPTEE
SEMINÁRIO NACIONAL
DE PRODUÇÃO E
TRANSMISSÃO DE
ENERGIA ELÉTRICA**

GMI - 26
16 a 21 Outubro de 2005
Curitiba - Paraná

**GRUPO XII
GRUPO DE ESTUDO DE ASPECTOS TÉCNICOS E GERENCIAIS DE MANUTENÇÃO EM INSTALAÇÕES
ELÉTRICAS - GMI**

**DESENVOLVIMENTO E VALIDAÇÃO DE TÉCNICA PARA MANUTENÇÃO PREDITIVA DO PAPEL
ISOLANTE EM TRANSFORMADORES DE POTÊNCIA**

**Douglas Antonio Batista¹, Pércia Aparecida Patriarca¹, Carlos Frederico Castanho¹,
Helena Maria Wilhelm¹, Eduardo Marques Trindade^{1*},
Arthemio do Nascimento Bezerra², Vladimir Pessoa³**

¹INSTITUTO DE TECNOLOGIA PARA O DESENVOLVIMENTO – LACTEC

²MANAUS ENERGIA S.A.

³COMPANHIA PARANAENSE DE ENERGIA ELÉTRICA – COPEL TRANSMISSÃO

RESUMO

Neste trabalho foi validada uma metodologia colorimétrica para dosagem de produtos furânicos, em especial 2-furfuraldeído (2-FAL) em óleo mineral isolante através de método cromatográfico já normatizado, analisando-se amostras reais (óleo usado) e soluções padrão (óleo novo contaminado com 2-FAL). Paralelamente, foram envelhecidos em estufa, a 120^oC, óleo mineral isolante novo com e sem papel *Kraft* isolante. Através dos resultados obtidos foi possível observar que o método colorimétrico pode fornecer resultados falsos positivos devido a interferência dos subprodutos da degradação do óleo na análise quantitativa do 2-FAL.

PALAVRAS-CHAVE

Furfuraldeído, 2-FAL, Óleo Mineral Isolante, Grau de Polimerização, Papel *Kraft* isolante

1.0 - INTRODUÇÃO

Durante o funcionamento dos transformadores de potência vários processos de desgaste e de envelhecimento ocorrem nos materiais internos, os quais podem também afetar os sistemas isolantes. Os efeitos de fadiga química, elétrica e mecânica são responsáveis por alterações destes materiais e devem ser monitorados para garantir a eficiência dos equipamentos, permitindo intervenções de manutenção preditiva, a fim de evitar paradas de máquina e, conseqüentemente, aumento de custos.

Nos transformadores isolados a óleo mineral, o desgaste químico deste material isolante é normalmente monitorado através de ensaios químicos e físico-químicos em laboratórios especializados, sendo este acompanhamento realizado por praticamente todas as concessionárias do setor elétrico. São bastante conhecidos a eficiência técnica e o retorno financeiro deste monitoramento, garantindo eficácia na produção de energia elétrica. Os vários ensaios realizados no óleo mineral isolante em uso, por exemplo, permitem diagnosticar alguns problemas, como pontos quentes, sobre-aquecimento e vazamentos, além de informar sobre a qualidade isolante e térmica do próprio óleo. Porém, uma grande parte dos materiais internos dos transformadores não permite uma amostragem direta para acompanhar sua degradação, pois exigiriam paradas de máquina e muitas vezes seu

*Rodovia BR 116 – KM 98 – S/N – CENTRO POLITÉCNICO DA UFPR - CEP 81531-980 - Curitiba - PR - BRASIL
Tel.: (041) 361-6191 - Fax: (041) 361-6137 - e-mail: trindade@lactec.org.br e helenaw@lactec.org.br

transporte para locais especiais. Assim, alguns ensaios podem ser realizados no próprio óleo mineral isolante, para determinar a presença de produtos da degradação específica destes materiais e, de certa forma, permitir inferir no acompanhamento da degradação desses elementos não amostráveis. Dentro deste âmbito, um dos ensaios realizados é a dosagem do composto químico 2-furfuraldeído (2-FAL), proposto na literatura como principal subproduto furânico da degradação dos materiais celulósicos (madeira e papel *Kraft*), utilizados como isolantes nos sistemas de enrolamento e em suportes de bobinas na maioria dos transformadores elétricos. E, assim, o monitoramento contínuo deste composto tem sido usado como possível indicador do envelhecimento do papel isolante em transformadores de potência. A velocidade de degradação do papel isolante e a conseqüente produção de compostos furânicos é dependente de 3 principais fatores: temperatura (degradação térmica), umidade (degradação hidrolítica) e oxigenação (degradação oxidativa)¹⁻⁵. Um papel degradado apresenta propriedades mecânicas inferiores ao papel não degradado devido a diminuição da sua massa molar média (diminuição do tamanho das cadeias celulósicas) decorrente do processo degradativo.

Um dos poucos métodos padronizados e mundialmente aceito para determinação quantitativa do teor de 2-FAL, proveniente da degradação do papel isolante, em óleo mineral isolante é o ensaio cromatográfico (norma ASTM D 5837 – 95), realizado através de cromatografia em fase líquida (HPLC). A partir deste método é possível quantificar, além do 2-FAL, outros 4 derivados furânicos provenientes da degradação do papel isolante, a saber, 5-hidroxi metil 2-furfuraldeído (5-HMF), álcool furfúrico, acetil furano e 5-metil 2-furfuraldeído (5-MF)¹. Entretanto, esta análise apresenta um elevado custo, representativo da instrumentação utilizada (cromatógrafo, injetores, detectores e colunas específicas), da manutenção periódica necessária, da qualificação do operador e também da demanda de tempo necessária para a realização do ensaio. Em virtude disso, a dosagem de 2-FAL tem sido realizada através de metodologia colorimétrica, que é um método mais prático, barato e usual do que o de HPLC⁶. Entretanto esta metodologia não está normatizada no Brasil. Além disso, pesquisadores do Departamento de Química do LACTEC, que realizam esta análise com freqüência, perceberam que esta metodologia pode fornecer falsos positivos, levando-os a questionar a confiabilidade do método.

Outra forma de avaliar a degradação dos materiais celulósicos é através do acompanhamento do seu grau de polimerização (GP)⁷, parâmetro que exprime o número médio de unidades de glucose por cadeia de celulose. Quanto maior este número maior é a massa molar do polímero e, conseqüentemente, melhor resistência mecânica o papel apresentará. Para determinar o GP do papel isolante, no caso da manutenção preditiva em transformadores, seria preciso amostrar o papel dos equipamentos durante a operação, processo inviável sem parada de máquina. Devido a isto, a dosagem de 2-FAL é o método mais utilizado para inferir sobre a qualidade deste isolante sólido. Contudo, é descrita na literatura a existência de uma relação entre o aparecimento de 2-FAL e a degradação da celulose⁸. Esta relação é aceita pelo setor elétrico, mas não completamente confirmada cientificamente a partir de amostras reais, pois para isto seria necessário amostrar o papel isolante periodicamente, durante a operação, prática esta inviável.

Neste trabalho foram utilizados os métodos cromatográfico e colorimétrico para dosagem de compostos furânicos em óleo mineral isolante usado visando à validação do método colorimétrico, com vistas à padronização e utilização de uma metodologia confiável, barata e simples. Paralelamente, foi realizado um envelhecimento simulado do papel *Kraft* isolante em estufa, a 120^oC, através do qual foram obtidos resultados que correlacionam o GP do papel envelhecido em óleo mineral isolante com a concentração de 2-FAL presente no óleo, oriundo da degradação do papel.

2.0 - METODOLOGIA

2.1 - Determinação de compostos furânicos através da metodologia cromatográfica

Neste trabalho foi utilizado um cromatógrafo com fase líquida de alta eficiência – HPLC, com detector de rede de diodo (DIONEX, modelo PD 40) acoplado a um injetor automático (DIONEX). Tanto o preparo das amostras quanto a análise quantitativa do teor de compostos furânicos foram realizados de acordo com a metodologia descrita na norma ASTM D 5837-95⁹.

2.2 – Determinação de 2-FAL através de metodologia colorimétrica

A determinação do teor de 2-FAL através de metodologia colorimétrica foi realizada através de um método baseado na formação de um composto colorido (coloração violeta) obtido a partir da reação entre o 2-FAL e acetato de anilina⁶. Este produto pode ser quantificado por espectrometria na região do UV-VIS. Neste trabalho foi utilizado um Espectrofotômetro de UV-VIS (SHIMADZU, modelo UV MINI 1240), ajustado para varreduras contínuas de espectro. A cinética da reação foi monitorada através de varreduras de absorbância em função do tempo de reação. A partir deste procedimento foi definido o tempo para o qual a absorbância do produto formado foi máxima. Este tempo foi denominado de tempo máximo de reação. Todas as análises foram realizadas em duplicatas.

2.3 - Validação da metodologia colorimétrica

Para validar a metodologia colorimétrica foram preparadas, primeiramente, soluções padrão de 2-FAL em óleo mineral isolante (tipo naftênico) novo e usado. Ou seja, ao óleo mineral isolante novo e usado foram adicionadas

quantidades conhecidas de 2-FAL (concentrações da ordem de 1 – 10 mg/L). Estas soluções padrão foram analisadas pelas duas metodologias: cromatográfica (item 2.1) e colorimétrica (item 2.2). A partir dessas análises foi possível avaliar a resposta dessas metodologias e construir curvas padrão. Essas curvas padrão foram utilizadas para validar a metodologia colorimétrica através da análise de amostras reais (óleos minerais isolantes usados).

2.4 – Envelhecimento acelerado de óleo mineral isolante novo na ausência e presença de papel Kraft isolante

Foram realizados ensaios de envelhecimento acelerado em estufa, a temperatura de 120°C, de amostras de óleo mineral novo (tipo naftênico) na ausência e na presença de papel Kraft isolante. O papel Kraft utilizado foi gentilmente fornecido pela Weg Transformadores, em forma de rolo. Em todos os ensaios foram utilizados 100 mL de óleo e 2,7 g de papel. As amostras (óleo e papel/óleo) foram colocadas em frascos de vidro tipo Erlenmeyer com capacidade para 250 mL. Em determinados intervalos de tempo, as amostras foram retiradas da estufa e devidamente caracterizadas através de ensaios de tensão interfacial (item 2.5), determinação de 2-FAL através dos métodos colorimétrico e cromatográfico (itens 2.1 e 2.2, respectivamente) e, no caso do papel, através da determinação do grau de polimerização (item 2.6).

2.5 – Determinação da tensão interfacial para as amostras de óleo envelhecidas em estufa e de amostras reais (óleos usados)

As análises de tensão interfacial foram realizadas de acordo com os procedimentos descritos na norma ASTM D 971-91¹⁰.

2.6 – Determinação do Grau de Polimerização (GP) para o papel Kraft isolante

O grau de polimerização (GP) para o papel Kraft isolante antes e após o envelhecimento em estufa foi determinado através do método viscosimétrico baseado na norma IEC 450¹¹, utilizando-se um viscosímetro capilar imerso em um banho de água termostaticado a $20 \pm 0,1^\circ\text{C}$ e etilenodiamina cúprica como solvente. As amostras de papel Kraft foram retiradas de um rolo novo, coletadas no início, ao meio e no fim do rolo.

Para determinação do GP nas amostras de papel envelhecido em óleo mineral isolante, a 120°C, foi necessário, primeiramente, remover completamente o óleo do papel. Para tanto foi utilizado um extrator por solvente acelerado (ASE). Todas as análises foram realizadas em triplicata.

3.0 – RESULTADOS E DISCUSSÃO

Conforme descrito anteriormente, a metodologia colorimétrica utilizada neste trabalho para a dosagem de 2-FAL é baseada na análise espectrofotométrica do produto colorido resultante da reação entre 2-FAL, extraído do óleo mineral isolante, e acetato de anilina. Na Figura 1A é apresentada a cinética de absorção deste composto colorido, em 520 nm. Pode-se observar a existência de um máximo de absorção em aproximadamente 125 segundos. Neste intervalo de tempo a reação entre o 2-FAL e o acetato de anilina é máxima. Após este máximo a absorvância diminui gradativamente. Para avaliar se todas as soluções de 2-FAL, independente da concentração de 2-FAL, apresentam tempos máximos de reação iguais, foram analisadas soluções padrão contendo diferentes concentrações deste composto (Figura 1B). Os resultados obtidos mostram que o tempo máximo de reação é dependente da concentração de 2-FAL. Dessa forma, para amostras reais (óleos usados) não é possível definir ou fixar um tempo de leitura no espectrofotômetro para registro da absorvância máxima. O procedimento recomendado e adotado neste trabalho consiste no acompanhamento contínuo da intensidade de absorvância, registrando-se o valor da absorvância máxima.

Para validação da metodologia colorimétrica foram analisadas, primeiramente, soluções padrão de 2-FAL, preparadas em óleo mineral isolante novo, através das técnicas colorimétrica e cromatográfica. A faixa de concentração de 2-FAL investigada correspondeu à faixa de concentração geralmente encontrada em óleo mineral isolante em uso no setor elétrico. Inicialmente foram obtidas curvas padrão para os dois métodos. Para o colorimétrico, a curva padrão foi obtida a partir da absorvância máxima do pico em 520 nm. A resposta do sistema foi linear até uma concentração de 2-FAL de aproximadamente 7,5 mg/L (Figura 2A), amostras contendo concentrações superiores a esta necessitam de diluição. Para o método cromatográfico, a curva padrão foi obtida a partir do cálculo da área referente ao pico de eluição do 2-FAL (Figura 2B). A resposta do sistema foi linear em toda a faixa de concentração investigada. Esta curva padrão serviu de base para a validação do método colorimétrico.

Para validar o método colorimétrico através do cromatográfico foram determinadas as concentrações de 2-FAL em soluções padrão de 2-FAL, preparadas em óleo mineral isolante novo, através das duas metodologias, utilizando-se as curvas padrões previamente construídas (Figuras 2a e 2b). Os resultados obtidos estão ilustrados na Tabela 1. A correlação entre os resultados obtidos através da análise de 2-FAL pelas duas metodologias indica a validação da metodologia colorimétrica para soluções padrão preparadas em óleo mineral isolante novo.

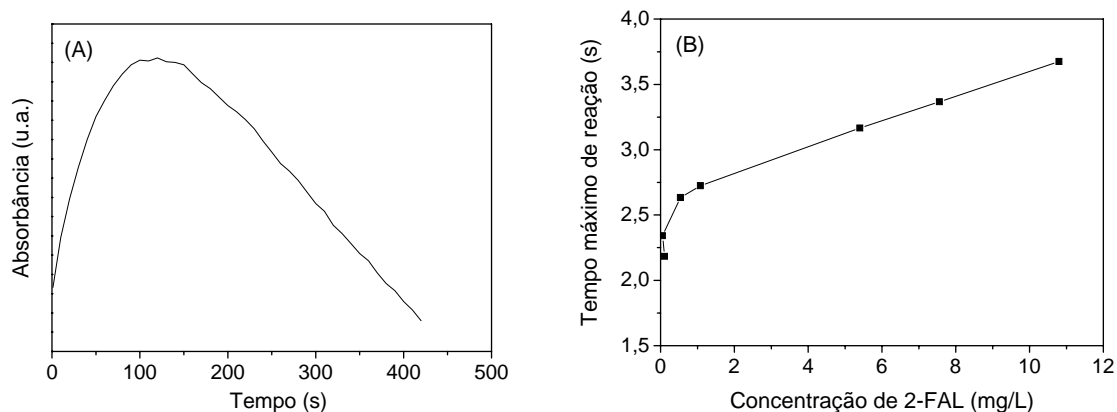


FIGURA 1. (A) Cinética de absorção de uma solução padrão de 2-FAL (1,2 mg/L); (B) tempo máximo de reação para diferentes soluções padrão de 2-FAL. Ambas soluções foram preparadas em óleo mineral isolante novo e analisadas em 520 nm, após devida extração.

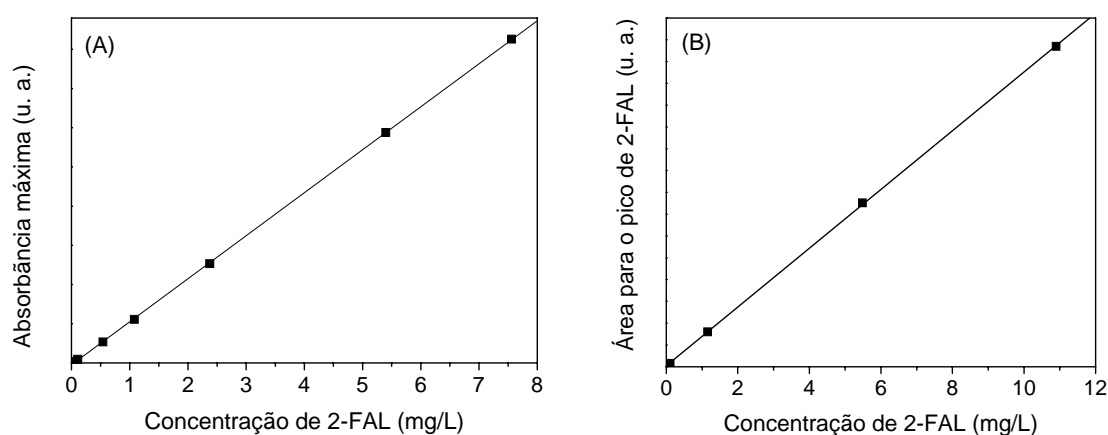


FIGURA 2. Curva padrão obtida para o método (A) colorimétrico (520 nm, após devida extração) e (B) cromatográfico a partir da análise de soluções padrão de 2-FAL, preparadas em óleo mineral isolante novo.

TABELA 1. Validação do método colorimétrico através do cromatográfico para soluções padrão de 2-FAL preparadas em óleo mineral isolante novo.

Solução Padrão	Concentração de 2-FAL (mg/L)	
	Método Cromatográfico	Método Colorimétrico
1	0,03	< 0,01
2	0,18	0,18
3	0,63	0,58
4	0,96	1,01
5	1,67	1,56
6	2,11	2,19
7	4,42	4,50

O método colorimétrico também foi validado para soluções padrão de 2-FAL preparadas em óleo mineral usado (Tabela 2). Neste caso, óleo usado foi contaminado com quantidades conhecidas de padrão de 2-FAL. Foi observada, além do 2-FAL, a existência de outros compostos furânicos no óleo usado, sendo entre estes o composto 5-HMF o de maior importância, entretanto a concentração deste composto sempre foi menor que a de 2-FAL, corroborando com os resultados de Scheir e colaboradores⁴ e de Sans e colaboradores¹².

Foi observado também que a concentração de 2-FAL determinada pelo método colorimétrico foi superior a do cromatográfico. Porém, somando-se ao teor de 2-FAL, determinado por cromatografia, a concentração do 5-HMF os resultados para as duas metodologias foram semelhantes. Isto indica que além do 2-FAL também o 5-HMF reage com o acetato de anilina, contribuindo para a intensidade de absorção e, conseqüentemente, para o

resultado final de 2-FAL determinado pelo método colorimétrico. Em função disto, a concentração de 2-FAL expressa nos resultados apresentados neste trabalho, para os dois métodos analíticos utilizados, equivale a soma das concentrações de 2-FAL e de 5-HMF. Para a solução padrão contendo em torno de 8,0 mg/L (Tabela 2) o método colorimétrico não respondeu adequadamente. Entretanto este resultado já era esperado uma vez que a curva padrão previamente construída não é linear para concentrações acima de 7,5 mg/L.

TABELA 2. Validação do método colorimétrico através do cromatográfico para soluções padrão de 2-FAL preparadas em óleo mineral isolante usado.

Solução Padrão	Concentração de 2-FAL (mg/L)	
	Método Cromatográfico*	Método Colorimétrico
1	4,67	4,63
2	4,94	4,19
3	5,45	5,74
4	8,01	6,53

* Concentração de (2-FAL + 5-HMF)

Posteriormente, o método colorimétrico foi validado a partir da análise de amostras reais (Tabela 3) provenientes de um lote da MANAUS ENERGIA. Os resultados obtidos apresentaram boa correlação com exceção das amostras 7 e 8 que apresentaram resultados significativamente superiores comparativamente ao cromatográfico. Analisando-se a tensão interfacial dessas amostras pode-se observar que para tensões maiores que 21 dyn/cm as concentrações determinadas através das duas metodologias são semelhantes e, para as amostras contendo tensões menores que 21 dyn/cm, as concentrações de 2-FAL são significativamente diferentes. Estes resultados sugerem a interferência de produtos de degradação do próprio óleo no processo quantitativo de 2-FAL realizado através do método colorimétrico, principalmente no caso de óleos usados com tensões interfaciais inferiores a 21 dyn/cm.

TABELA 3. Validação do método colorimétrico através do método cromatográfico a partir da análise de amostras reais.

Amostra Real	Concentração de 2-FAL (mg/L)		Tensão Interfacial (dyn/cm)
	Método Cromatográfico*	Método Colorimétrico	
1	0,08	0,10	37,4
2	0,08	0,10	34,4
3	0,17	0,19	31,8
4	0,37	0,39	30,4
5	0,46	0,41	28,8
6	1,17	1,00	29,5
7	0,77	1,60	20,7
8	0,88	1,48	17,8

* Concentração de (2-FAL + 5-HMF)

Na Figura 3 são apresentados espectros de absorção após a reação de dosagem para uma solução padrão com óleo mineral isolante novo (Figura 3A) e com óleo mineral isolante usado (Figura 3B). No espectro da solução padrão com óleo usado é possível visualizar uma banda lateral (ombro), localizada na região abaixo de 500 nm. Esta banda induz um aumento na intensidade da absorbância da banda em 520 nm, que é a banda referente aos compostos furânicos complexados com anilina e, conseqüentemente, um erro na análise quantitativa de 2-FAL para o método colorimétrico.

Para avaliar a extensão com que os subprodutos da degradação do próprio óleo afetam a reação com o acetato de anilina, as amostras de óleo mineral isolante novo envelhecidas em estufa, a 120^oC, na **ausência** de papel isolante e foram analisadas pelos dois métodos, cromatográfico e colorimétrico. Através do método cromatográfico, conforme esperado, não foram identificados compostos furânicos (Tabela 4) enquanto que pelo colorimétrico resultados falso positivos foram obtidos. Estes resultados indicam que os subprodutos de oxidação do óleo realmente interferem na reação com o acetato de anilina. Na Figura 4 encontram-se os valores para a tensão interfacial para estas amostras de óleo, envelhecidas na ausência de papel. Pode ser observada uma diminuição linear na tensão com o aumento do tempo de envelhecimento (Figura 4A) e um aumento exponencial de primeira ordem na suposta concentração de 2-FAL com a diminuição da tensão (Figura 4B). Para amostras com tensões superiores a aproximadamente 30 dyn/cm os subprodutos da degradação do óleo não interferem na reação com o acetato de anilina. A partir destes dados pode-se concluir que dependendo do grau de degradação do óleo isolante usado, o método colorimétrico não é a metodologia mais adequada para determinação do teor de 2-FAL neste tipo de óleo.

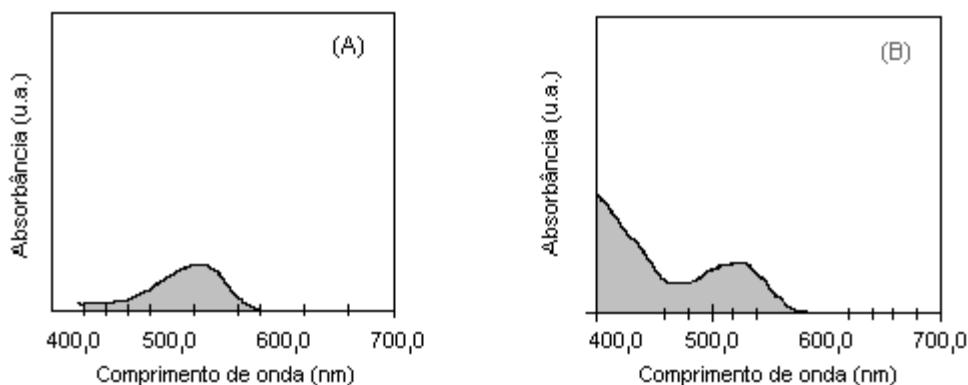


FIGURA 3. Espectros de absorção para soluções padrão preparadas em (A) óleo mineral isolante novo e em (B) óleo usado, analisadas em 520 nm, após devida extração.

TABELA 4. Resultados de 2-FAL para os óleos novos envelhecidos na ausência de papel, em estufa, a 120⁰C.

Tempo de envelhecimento (dias)	Suposta Concentração de 2-FAL (mg/L)	
	Método Colorimétrico	Método Cromatográfico
0	< 0,01	Não Detectado
7	< 0,01	Não Detectado
14	0,03	Não Detectado
21	0,38	Não Detectado
28	0,95	Não Detectado
30	0,98	Não Detectado
33	0,94	Não Detectado
35	2,17	Não Detectado

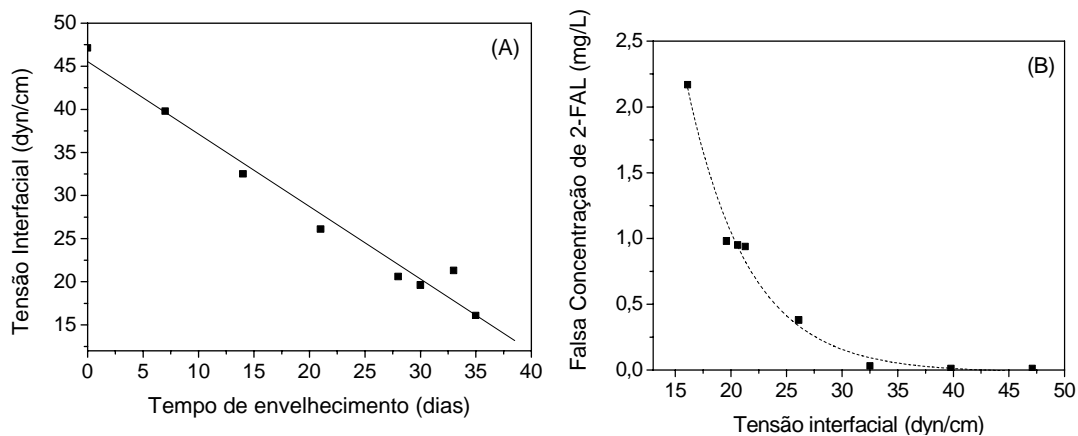


FIGURA 4. (A) Tensão interfacial e (B) suposta concentração de 2-FAL para amostras de óleo novo (sem papel) envelhecidas em estufa, a 120⁰C.

Na Figura 5 são apresentados os resultados comparativos de 2-FAL, determinados pelo método colorimétrico, para as amostras de óleo novo envelhecidas na ausência e presença de papel. Em ambos os sistemas o teor de 2-FAL aumenta exponencialmente com o tempo de envelhecimento. Também pode ser visualizada nitidamente a contribuição dos subprodutos do óleo na análise quantitativa de 2-FAL.

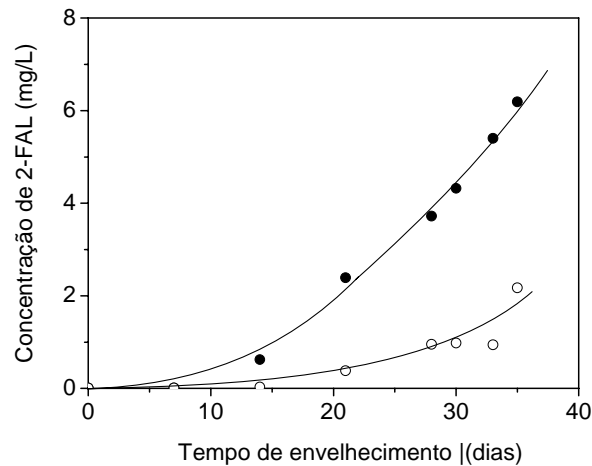


FIGURA 5. Resultados de 2-FAL a partir do método colorimétrico (analisadas em 520 nm, após devida extração) para as amostras de óleo puro (●) e óleo/papel *Kraft* (○) envelhecidos em estufa, a 120°C.

Para avaliar a relação existente entre a concentração de 2-FAL e o GP, foi determinado inicialmente, o GP para o papel *Kraft* envelhecido em óleo mineral, a 120°C. Os resultados obtidos mostram uma diminuição linear do GP com o aumento do tempo de envelhecimento (Figura 6) indicando que o envelhecimento é um processo inerente do papel. E, dependendo das condições operacionais do transformador este processo pode ou não ser acelerado.

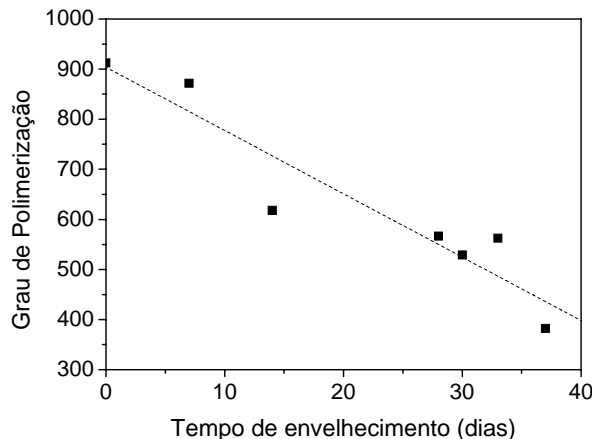


FIGURA 6. Valores de GP para o papel *Kraft* envelhecido em óleo mineral isolante em estufa, a 120°C.

A Figura 7 mostra a correlação entre os resultados de 2-FAL, determinados através do método cromatográfico, e de GP para as amostras de óleo envelhecidas na presença de papel *Kraft*. É possível observar uma relação exponencial entre a diminuição do grau de polimerização e o aumento da concentração de 2-FAL, resultados semelhantes foram obtidos por Hiel e colaboradores¹³. No entanto, a diminuição do GP é muito mais significativa comparativamente ao aparecimento de 2-FAL no óleo. Esta relação é válida para o papel utilizado neste trabalho, pois para papéis de diferentes origens e com diferentes teores de umidade outras relações devem ser obtidas. No caso da utilização do papel em transformadores, esta relação também deve ser diferente, pois as condições operacionais do equipamento podem acelerar o processo degradativo. Dessa forma, os valores absolutos de 2-FAL e de GP não podem ser usados isoladamente para diagnosticar problemas operacionais do equipamento, como por exemplo, pontos quentes e sobre-aquecimento. Já o monitoramento contínuo desses parâmetros pode ser utilizado para esta finalidade. Porém como é impossível amostrar o papel sem parada de máquina, o monitoramento contínuo do 2-FAL, por análise cromatográfica, é o procedimento mais adequado e recomendado.

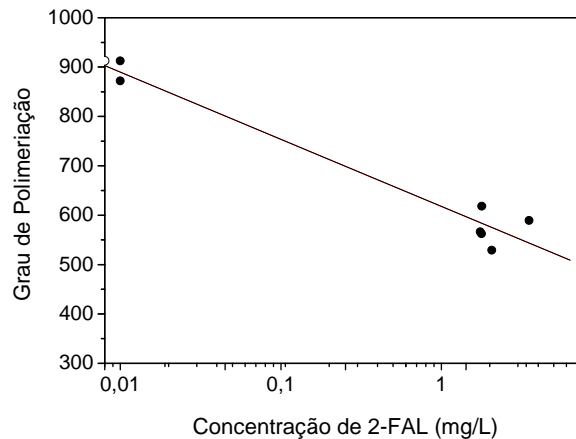


FIGURA 7. Correlação entre GP e a concentração de 2-FAL obtida pelo método cromatográfico para o sistema óleo/papel *Kraft* isolante envelhecido em estufa, a 120°C.

4.0 – CONCLUSÃO

A metodologia colorimétrica é adequada para determinação de 2-FAL somente para amostras de óleos pouco degradados. Resultados falsos positivos podem ser obtidos na análise quantitativa de óleos com tensões interfaciais baixas (em torno de 20 dyn/cm) devido à interferência dos produtos de decomposição na reação com o acetato de anilina.

O grau de polimerização do papel *kraft* isolante, envelhecido em laboratório, diminuiu exponencialmente com o aumento da concentração de 2-FAL.

O desenvolvimento de modelos matemáticos que correlacionam o resultado de 2-FAL com o GP só é possível para amostras cujo óleo não foi regenerado e cujos resultados de 2-FAL tenham sido obtidos através do método cromatográfico.

5.0 - REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- (1) UNSWORTH, J., MITCHELL, F. IEEE Transactions on Electrical Insulation **25**, 737-746, 1990.
- (2) MACALPINE, J. M. K., ZHANG, C. H. Electric Power Systems Research **57**, 173-179, 2001.
- (3) SHAFIZADEH, F., LAI, Y. Z. Journal Organic Chemistry **37**, 278-284, 1972.
- (4) SCHEIRS, J., CAMINO, G., TUMIATTI, W., AVIDANO, M. Die Angewandte Makromolekulare Chemie **259**, 19-24, 1998.
- (5) EMSLEY, A. M. Polymer Degradation and Stability **44**, 343-349, 1994.
- (6) LEVY, N. M., BERG, E. F., NACHAVALGER, E. E. Comunicação técnica COPEL nº 10, 1-6, 1993.
- (7) HEYWOOD, R. J., EMSLEY, A. M., ALI, M. IEEE Proceedings-Science Meas. Technology **147**, 86-90, 2000.
- (8) STEBBINS, R. D., MYERS, D. S., SHKOLNIK, A. B. Proceedings of the 7th International Conference on properties and applications of dielectric materials, june 1-5, 921-926, 2003.
- (9) ASTM D 5837-95: "Standart test method for furanic compounds in electrical insulating liquids by high-performance liquid chromatography".
- (10) ASTM D 971-91: "Standart test method for Interfacial Tension of Oil Against Water by the Ring Method".
- (11) NORMA IEC – Publicação 450, "Measurement of the average viscosimetric degree of polymerization of new and aged electrical papers", 1974.
- (12) SANS, J. R., BILGIN, M., KELLY, J. J. Conference Record of the 1998 IEEE International Symposium on Electrical Insulation, june 7-10, 543-553, 1998.
- (13) HIEL, D. J. T., LE, T. T., DAVENIZA, M., SAHA, T. Polymer Degradation and Stability **51**, 211-218, 1996.