

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université des Sciences et de la Technologie HOUARI BOUMEDIENNE



Faculté d'Electronique et d'Informatique

THESE

PRÉSENTÉE EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLÔME DE

DOCTORAT D'ETAT

En : Electronique
Spécialité : Instrumentation et Génie des Systèmes

Par : **Mr AZZEDDINE NACER**

Sujet

**CARACTERISATION DES MATERIAUX DIELECTRIQUES
APPLICATION A L'HUILE MINERALE DE
TRANSFORMATEUR**

Soutenu le 01 / 07 / 2009, devant le jury composé de :

Mr A. BOUBAKEUR	Professeur	(E.N.S.P)	Président
Mr H. MOULAI	Maître de Conférences	(U.S.T.H.B)	Directeur de thèse
Mr A. MEKHALDI	Professeur	(E.N.S.P)	Examineur
Mr M. SAIDI	Maître de Conférences	(U.S.T.H.B)	Examineur
Mr S. BOUAZABIA	Maître de Conférences	(U.S.T.H.B)	Examineur
Mr M. TEGUAR	Maître de Conférences	(E.N.S.P)	Examineur

Dédicaces

A la mémoire de mes parents

A ma famille

A tous ceux qui me sont chers

Azzeddine

R e m e r c i e m e n t s

*Tout d'abord je tiens à remercier de tout mon cœur mon directeur de thèse Monsieur **MOULAI Hocine** maitre de conférences à l'université des sciences et de la technologie Houari Boumediene (USTHB) pour le soutien, l'aide et le temps qu'il a consacré à mon travail et enfin pour m'avoir permis de soutenir, ses compétences scientifiques, son amitié et ses conseils avisés ont permis l'accomplissement de ce travail.*

Mes remerciements vont aussi à :

*Monsieur **A. BOUBAKEUR**, Professeur à l'école Nationale Supérieure Polytechnique d'ALGER (ENSP) qui me fait le grand honneur d'accepter la présidence du jury de cette thèse.*

*Monsieur **A. MEKHALDI**, Professeur à l'école Nationale Supérieure Polytechnique d'Alger (ENSP) qui me fait l'honneur d'examiner mon travail.*

*Monsieur **M. TEGUAR**, Maitre de Conférences à l'école Nationale Supérieure Polytechnique d'Alger (ENSP) qui me fait l'honneur en acceptant de s'associer à la commission d'examen.*

*Monsieur **M. SAIDI**, Maitre de Conférences à l'université des sciences et de technologie Houari Boumediene (USTHB) pour l'intérêt qu'il a bien voulu porter à ce travail en acceptant d'examiner ma thèse*

*Monsieur **S. BOUAZABIA**, Maître de Conférences à l'Université des Sciences et de la Technologie Houari Boumediene (USTHB) non seulement en me faisant l'honneur d'accepter d'être membre de la commission d'examen mais aussi pour l'intérêt accordé à mon travail.*

Merci

Sommaire

	Page
Introduction générale	1
Chapitre I. Bibliographie sur la caractérisation des liquides isolants	5
Introduction	5
I.1. Rôle des huiles isolantes	6
I.1.1. Transformateurs de type immergé	6
I.1.2. Fonction diélectrique	7
I.1.3. Fonction de transfert de chaleur	7
I.1.4. Autres fonctions	8
I.2. Classification selon l'origine des liquides	8
I.2.1. Les huiles minérales	8
I.2.2. Les huiles végétales	8
I.2.3. Les liquides de synthèse	8
I.3. Choix d'un liquide pour une application	8
I.3.1. Les hydrocarbures aromatiques	8
I.3.2. Dans le cas des transformateurs	9
I.4. Les critères de choix d'une huile minérale	9
I.5. Composition de l'huile minérale	10
I.6. Les différentes tendances d'huile minérale	10
I.6.1. Paraffiniques	10
I.6.1.1 Composition	10
I.6.1.2 Caractéristiques	11
I.6.2 Naphténiques	11
I.6.2.1 Composition	11
I.6.2.2 Caractéristiques	11
I.6.3. Aromatiques	12

Caractérisation des Matériaux Diélectriques - Application à l'huile de transformateur

I.6.3.1. Composition	12
I.6.3.2 Caractéristiques	12
I.7. Analyse des gaz dissous	13
I.8. Caractéristiques	13
I.8.1. Propriétés électriques	13
I.8.1.1. La permittivité ou la constante diélectrique	14
I.8.1.2. Conductivité, Résistivité et Facteur de dissipation ($\tan \delta$)	15
I.8.1.2.a. Conductivité et Résistivité	15
I.8.1.2.b. Le facteur de dissipation diélectrique ($\tan \delta$)	16
I.8.1.3. Rigidité diélectrique	16
I.8.1.4. Le gassing	17
I.8.1.5. L'électrisation de l'huile	18
I.8.1.6. Décharges partielles	19
I.8.2. Propriétés physiques	20
I.8.2.1. La viscosité	20
I.8.2.2. Le point d'écoulement	20
I.8.2.3. Point d'éclair et point de feu	21
I.8.2.4. Capacité thermique	21
I.8.2.5. Conductivité thermique	21
I.8.2.6. Aspect et couleur	22
I.8.3. Propriétés chimiques	22
I.8.3.1. L'acidité totale	22
I.8.3.2. Oxydation des huiles minérales isolantes	22
I.8.3.3. La teneur en soufre	23
I.9. Influence des différents facteurs sur les caractéristiques des diélectriques liquides...	23
I.9.1. Humidité et Teneur en eau	23
I.9.1. Humidité	23
I.9.1.1. Teneur en eau	24
I.9.2. Température	25
I.9.3. Nombre de claquages	25
I.9.4. Influence des écrans	26
I.10. Claquage des huiles minérales isolantes	26
I.10.1. Points communs au claquage des matériaux	27
I.10.2. Cas des liquides	27
I.10.3. Tension de claquage dans les huiles de transformateur	28

I.10.4. Influence de la distance entre les électrodes	29
I.10.5. Influence de la pression	30
I.10.6. Influence de la température	30
I.10.7. Influence de la teneur en eau	31
I.10.8. Influence des particules	32
I.11. Avantages et Inconvénients des huiles minérales isolantes	33
I.11.1. Avantage et utilité des huiles minérales isolantes	33
I.11.2. Inconvénients de l'utilisation et causes du vieillissement	33
Conclusion	35
Chapitre II. Dispositifs et techniques expérimentales	36
Introduction	36
II.1. Etude de l'influence de la teneur en eau	36
II.2. Etude de la Température et des Décharges	38
II.3. Procédure d'échantillonnage	39
II.4. Techniques d'essais et de mesure	41
II.4.1. Préparation de l'échantillon	42
II.5. Détermination de la tension de claquage ou/et rigidité	43
II.5.1. Définition et principe	43
II.5.2. Appareillage	43
II.5.3. Mode opératoire	44
II.6. Détermination de la teneur en eau	45
II.6.1. Définition et principe	45
II.6.2. Appareillage	45
II.6.3. Mode opératoire	46
II.6.3.1. Préparation de l'appareil	46
II.6.3.2. Mesure	47
II.7. Détermination du facteur de dissipation diélectrique $\tan \delta$, de la résistivité ρ et de la permittivité relative ϵ_r	48
II.7.1.1. Définition et principe	48
II.7.1.2. Appareillage	48
II.7.1.3. Préparation de la cellule	49
II.7.1.4. Mode opératoire	50
II.8. Analyse des gaz dissous dans l'huile	50

II.9. Chromatographie en phase gazeuse	52
II.9.1. Définition et principe	52
II.9.2. Echantillonnage de l'huile	52
II.9.3. Appareillage	52
II.9.4. Mode opératoire	53
Conclusion	54

Chapitre III. Etude de l'influence de la teneur en eau et des décharges électriques sur les caractéristiques physicochimiques d'une huile minérale de transformateur..... 55

Introduction	55
III.1 Décharges électriques	55
III.1.1. Tensions de décharge	55
III.1.2. Variations du facteur de dissipation $\tan \delta$	57
III.1.3. Variations de la permittivité relative ϵ_r	57
III.1.4. Variations de la Résistivité	58
III.1.5. Variations de la teneur en eau.	59
III.2. Influence de la teneur en eau sur les propriétés de l'huile	60
III.2.1. Tension de claquage.....	60
III.2.2. $\tan \delta$ en fonction de la teneur en eau	61
III.2.3. La résistivité en fonction de la teneur en eau	62
III.2.4. Permittivité en fonction de la teneur en eau	63
III.2.5. Variations de la tension de claquage en fonction de la teneur en eau.	64
Conclusion	67

Chapitre IV. Influence combinée de la température et des décharges électriques sur l'huile minérale..... 68

Introduction	68
IV.1. Tension de claquage ou/et rigidité	68
IV.2. Teneur en eau en fonction de la température	69
IV.3. Permittivité relative ϵ_r en fonction de la température	70
IV.4. Facteur de dissipation ($\tan \delta$) en fonction de la température	71
IV.5. Résistivité ρ en fonction de la température	72
IV.6. Rapport des gaz dissous de l'huile C	74
IV.7. Chronologie des tensions de claquage	75

IV.8. Rapports des teneurs en eau	77
IV.9. Rapports des Permittivités relative ϵ_r	78
IV.10. Rapports des Facteurs de dissipation ($\tan \delta$)	78
IV.11. Variation des rapports des Résistivités	79
Conclusion	80
Chapitre V. Techniques de diagnostics et analyse des gaz dissous dans l'huile minérale en relation avec l'énergie des décharges électriques.	81
Introduction	81
V.1. Différentes techniques de diagnostic par les gaz dissous	81
V.1.1. Méthode CEI/IEEE	81
V.1.2. Méthode de Rogers	84
V.1.3. Méthode de Doernenburg	86
V.1.4. Méthode de Duval	86
V.1.5. Application de la méthode des gaz clés	87
V.2. Courant et énergie des décharges	88
V.3. Analyse Chromatographique	91
V.4. Interprétation	94
Conclusion	96
Conclusion générale	97
Bibliographie	99

Introduction générale

Une huile diélectrique remplit globalement deux fonctions de base : Un rôle de diélectrique en assurant l'isolation et un rôle de refroidisseur et d'évacuateur de la chaleur principalement générée par les bobinages. La dégradation de l'huile minérale en service est due aux conditions d'utilisation.

Les transformateurs de puissance sont en majorité immergés dans l'huile minérale extraite à partir des hydrocarbures. Elle est de faible coût relatif, et présente des propriétés physico-chimiques avantageuses et une bonne compatibilité avec les isolants solides avec lesquels elle forme une isolation stratifiée. La durée de vie des transformateurs de puissance dépend des contraintes électriques, mécaniques, thermiques et environnementales auxquelles ses composants sont soumis durant leur exploitation. Le système d'isolation dont les défauts représentent la majorité des avaries des transformateurs, constitue l'un des plus importants composants.

Les propriétés électriques des isolants liquides dépendent aussi bien des paramètres intrinsèques liés à leur structure moléculaire que des paramètres extrinsèques relatifs à leur interaction avec les matériaux avec lesquels ils sont fréquemment associés, à l'environnement et aux conditions d'exploitation du transformateur.

En plus des produits d'oxydation, d'autres agents contaminants tel que l'eau peuvent apparaître dans l'huile en service et altérer ses propriétés. La présence de ces agents contaminants et de tout produit de dégradation de l'huile se traduit par la modification d'une ou de plusieurs propriétés [1-6]. L'humidité joue un rôle néfaste pour la rigidité diélectrique aussi bien dans l'huile [7] que dans le papier [8] avec lequel elle est associée. Cet effet de réduction est cependant plus important dans l'huile [9]. Pour une utilisation optimale de ces huiles minérales, il est indispensable de connaître leurs caractéristiques physico-chimiques et électriques [4, 5].

La présence de l'eau dissoute dans l'huile de transformateur est pratiquement inévitable. Dans tous les cas, sa quantité croît naturellement dans le temps [10], et si elle arrive à dépasser une certaine proportion, un processus de détérioration du système d'isolation prend place, menant dans la plupart des cas à la détérioration du transformateur si des opérations de traitement de l'huile ne sont pas effectuées à temps

Généralement, les éléments contaminants et les plus compromettants concernant le vieillissement de l'huile sont l'eau, les particules et l'oxygène, dont l'effet est fortement lié au champ de température auquel toute l'isolation est soumise.

Les incidents dans les transformateurs de puissance sont parmi les raisons principales de longues coupures des réseaux électriques avec de sérieuses répercussions sur la fiabilité du système, en plus des pertes significatives de revenu. Les normes et les guides de charge des transformateurs définissent la durée de vie des matériaux isolants sous forme de fonction fortement dépendante de la température. La durée de vie des transformateurs est également affectée par les contraintes électriques (décharges partielles) et mécaniques qu'ils subissent.

Souvent combinée avec l'effet de l'humidité [11, 12, 13], la température joue également un rôle réducteur de la durée de vie des transformateurs et de la rigidité diélectrique aussi bien dans l'huile que dans le papier [13, 14].

La réduction du Degré de Polymérisation Moléculaire (DPM) du papier résulte des phénomènes d'hydrolyse (humidité), d'oxydation et de pyrolyse (température) [15]. Les deux premiers processus sont minimisés par le remplissage de la cuve d'un gaz inerte au dessus de l'huile ou bien par l'utilisation d'une membrane dans le conservateur. La température reste ainsi le seul agent accélérant du vieillissement et devant faire l'objet de surveillance de la part du personnel d'exploitation.

Des dispositifs de diagnostic basés sur des mesures en temps réel de la teneur en eau et de la température sont développés, en plus d'autres techniques de diagnostic [11, 12, 16], dans le but d'activer une alarme si des quantités limites sont atteintes aussi bien dans l'huile que dans le papier [15, 16]. A cet effet, des mesures de température sont effectuées en permanence sur des transformateurs en fonctionnement qui seront combinées avec le contenu en gaz dissous afin de détecter rapidement un éventuel défaut en développement [16].

Les défauts des huiles de transformateur sont classés en trois types : thermique, électrique et chimique. La dégradation des systèmes d'isolation est souvent initiée par des décharges partielles

ou totales résultant du changement des propriétés physiques et chimiques de l'huile exprimée par la formation de gaz dissous dans le liquide et de la migration des particules solides et des traces d'eau. Le niveau de dégradation de l'huile est essentiellement dépendant du niveau d'énergie des décharges auxquelles elle est soumise. Des quantités de gaz dissous sont produites en conséquence à ces décharges.

Des méthodes de diagnostic basées sur les rapports des quantités de gaz caractéristiques ont été développées. On peut distinguer les approches conventionnelles [17-21] et celles basées sur l'intelligence artificielle [22-27]. De nombreuses études ont été consacrées à ces dernières. Elles sont basées sur l'utilisation des systèmes experts, de la logique floue et des réseaux de neurones dans le but d'automatiser le diagnostic, mais aussi pour utiliser les bases de données acquises afin d'accroître la fiabilité de ces diagnostics [20-23]. Un certain nombre de cas d'ambiguïtés et d'incertitudes ont été cependant rapportés [20, 21]. De plus, dans la plupart des cas, les techniques développées diagnostiquent une seule origine de détérioration de l'isolation correspondant à l'effet dominant, négligeant souvent des phénomènes de faible importance quantitative mais pouvant être à l'origine de cet effet dominant [24].

Dans ce travail, nous présentons une étude expérimentale spécifique à l'influence des variations de la température, de la teneur en eau et l'effet de claquages sur les propriétés physico chimiques d'une huile minérale naphénique utilisée dans les transformateurs de moyenne et haute tension. Les paramètres étudiés sont : la tension de claquage, la résistivité, le facteur de pertes ($\tan \delta$), la permittivité et la teneur en eau. Trois échantillons d'huile de différents niveaux de dégradation ont été analysés.

Nous avons structuré ce travail en cinq chapitres :

- ❖ Le premier chapitre présente les différents diélectriques liquides en électrotechnique, en mettant l'accent sur les huiles minérales, et aux différentes propriétés (électriques, chimiques, physiques, ...), ainsi qu'au phénomène de claquage.
- ❖ Le deuxième chapitre est consacré à la description des dispositifs expérimentaux et techniques d'essais et de mesure. Nous exposons les différents appareils du laboratoire d'analyse des huiles de transformateurs du CREDEG (Centre de Recherche et Développement Electricité et Gaz) et les normes en vigueur.

- ❖ Le troisième chapitre est consacré à l'étude de l'influence de la teneur en eau et des décharges électriques sur les caractéristiques physicochimiques de l'huile minérale de transformateur de différents niveaux de dégradation.

- ❖ Dans le quatrième chapitre, on aborde la dégradation combinée de la température et des décharges électriques sur trois types d'huile minérale ayant différents âges.

- ❖ Et on termine avec un cinquième chapitre où nous présentons une analyse des gaz dissous dans l'huile minérale en relation avec l'énergie des décharges électriques ainsi que les techniques de diagnostic.

Chapitre I

Bibliographie sur la Caractérisation des Liquides Isolants

Introduction

Devant la multiplication des réseaux de distribution d'énergie électrique et l'accroissement des puissances installées, les transformateurs dans l'air deviennent énormes. Pour réduire leur volume, on utilise l'huile minérale comme isolant, dont le rôle est d'améliorer en même temps le refroidissement et l'isolation. Les huiles utilisées sont des huiles minérales très pures qui sont obtenues suite à une distillation des produits pétroliers.

L'industrie électrique fait un grand usage des huiles minérales isolantes. Ainsi, leurs spécifications nous permettent de savoir si elles remplissent les conditions requises pour servir comme huile diélectrique. Cependant, il est nécessaire de bien connaître ses propriétés critiques.

L'huile en service dans un transformateur finit toujours par s'altérer après une certaine durée de mise en service. Donc, les caractéristiques sont modifiées à un point où l'huile n'assure plus sa fonction, et son maintien en service peut conduire à de sérieux incidents. La défaillance d'un transformateur peut se produire en raison de différentes causes et conditions. Les statistiques présentes aujourd'hui signalent que les causes principales (51% de défaillance des transformateurs a lieu dans une période de cinq ans) étaient dues aux problèmes suivants : [3,4]

- ❖ Absorption de l'eau de l'air (humidité), impuretés dans l'huile (contamination) et vieillissement. Ces facteurs font diminuer la rigidité diélectrique interne du transformateur. La majeure cause de dégradation est provoquée par l'air en contact avec l'huile chauffée dans l'appareil qui provoque l'oxydation de l'huile. [3,4]
- ❖ Les matériaux insolubles constitués par des réactions chimiques peuvent se déposer sur le noyau, l'enroulement, la paroi et le fond ferreux du réservoir. Ce dépôt, s'il est formé,

baissera la tension de claquage de l'huile, et réduira le refroidissement du transformateur et peut contribuer au chauffage de l'huile.

En plus, si des bulles existent dans l'huile, une décharge électrique peut avoir lieu. Ceci peut se produire particulièrement dans une zone fortement soumise à une contrainte (court circuit par exemple) tel que la zone autour de l'enroulement. Une telle décharge peut causer la dégradation de l'huile.

Si une pièce pleine d'isolation est exposée à l'arc pendant la commutation, elle peut souffrir d'une décomposition thermique, ou de la formation de voies carbonisées sur la surface du matériau.

De telles anomalies se manifestent habituellement par le surchauffement de l'huile ou du papier par décharges partielles ou par l'arc électrique.

Les statistiques indiquent que le vieillissement de l'isolant, l'endommagement des enroulements et la contamination sont les sources principales pour les défaillances des transformateurs qui avaient été en service entre 15 et 25 ans. Le cout et le temps de réparation ou de remplacement du transformateur de puissance sont considérables. [3,4]

I.1. Rôle des huiles isolantes

I.1.1. Transformateurs de type immergé

Les transformateurs de type immergés existent depuis plus d'un siècle. Cette technologie est toujours très utilisée dans les transformateurs de puissance contrairement aux transformateurs de distribution qui peuvent être secs. Les différentes raisons sont :

- ❖ Par rapport aux solides, les liquides refroidissent et isolent le transformateur. Les transformateurs immergés sont plus compacts que les transformateurs secs de même puissance.
- ❖ Les solides permettent d'obtenir des performances équivalentes aux liquides, mais à des couts beaucoup plus élevés.
- ❖ Les isolants solides utilisés seuls présentent des risques énormes aux décharges partielles (inclusions gazeuses) pour les niveaux de tension des transformateurs de puissance.
- ❖ L'analyse d'huile (teneur en eau, analyse de gaz, etc...) permet de diagnostiquer l'état du transformateur à moindre cout.

- ❖ Les transformateurs immergés sont moins bruyants que les secs et provoquent ainsi moins de nuisance sonore.

I.1.2. Fonction diélectrique

Dans la partie active d'un transformateur, l'isolation entre les éléments à des potentiels électriques différents est telle que doivent être rapprochés les enroulements HT et BT le plus possible du noyau. Pour la protection, on utilise:

- ❖ Le diélectrique seul, lorsqu'il s'agit d'une isolation entre deux pièces métalliques nues (plot de commutateur par exemple).
- ❖ Une couche solide (papier ou carton) imprégné de diélectrique liquide : c'est le cas par exemple de l'isolation entre deux conducteurs voisins d'un même enroulement.
- ❖ Une isolation mixte : combinaison entre deux films diélectriques liquides et de barrière isolante solide : c'est le cas d'une isolation entre deux enroulements concentriques de tension différents.

Les principales propriétés qui permettent de juger l'aptitude d'une huile à remplir sa fonction diélectrique sont la rigidité diélectrique, le facteur de dissipation ou le facteur de pertes ($\tan\delta$), la permittivité et la résistivité. Ces quatre caractéristiques dépendent de la température et de la fréquence pour une tension donnée ; elles sont essentielles pour le dimensionnement d'un transformateur [28].

I.1.3. Fonction de transfert de chaleur

Bien que son rendement soit exceptionnellement élevé, un transformateur ne peut échapper à la perte d'énergie qui accompagne toute conversion. L'énergie perdue qui se dissipe sous forme de chaleur nécessite aussi le refroidissement de l'appareil. En raison des pertes, les températures de chacun des éléments s'élèvent jusqu'à établissement d'un équilibre entre la vitesse de production et d'évacuation de chaleur.

La chaleur est à évacuer par la circulation naturelle ou forcée de l'huile vers les radiateurs extérieurs. Un dispositif de refroidissement bien dimensionné permet d'éviter la formation de points chauds grâce à une circulation importante et régulée.

Le refroidissement se fait par convection et par conduction thermique [28], et les principales caractéristiques qui permettent de juger l'aptitude d'une huile à évacuer la chaleur sont la viscosité, la conductivité thermique et la chaleur spécifique.

I.1.4. Autres fonctions

Les huiles peuvent être utilisées aussi pour leur pouvoir d'extinction d'arc électrique (dans les chambres de coupure des commutateurs en charge et de certains disjoncteurs), en raison de leur pouvoir lubrifiant pour les matériels renferment des pièces en mouvement (pompes immergées), et dans certains cas pour améliorer la résistance au feu, comme c'est le cas dans les transformateurs proches de la population. Enfin, il ne faut pas oublier la fonction d'isolation du matériel solide, c'est-à-dire celle de ralentir l'oxydation directe de l'isolation cellulosique [28].

I.2. Classification selon l'origine des liquides [4]

I.2.1. Les huiles minérales

Ce sont des produits naturels obtenus directement par raffinage de bruts pétroliers. Leur composition chimique est extrêmement compliquée (plusieurs milliers de molécules différentes) et peut varier dans de larges proportions.

I.2.2. Les huiles végétales

Ce sont également des produits « naturels ». Leur composition est plus simple (quelques dizaines de produits), mais elle peut également varier dans de larges proportions.

I.2.3. Les liquides de synthèse

Ils ont, au contraire, une composition simple, bien définie. Leurs propriétés sont donc constantes [4].

I.3. Choix d'un liquide pour une application

Le choix d'un liquide pour une application donnée se fait dans l'optique d'assurer la fiabilité de fonctionnement des appareils ainsi que la sécurité des opérateurs. C'est toujours un compromis entre les performances techniques du liquide et son coût [3].

I.3.1. Les hydrocarbures aromatiques

Ils ont des propriétés diélectriques nettement supérieures à celles des huiles minérales, mais ils coûtent 4 à 5 fois plus cher. Ils sont utilisés dans les câbles et les condensateurs où le fabricant peut tirer parti des meilleures propriétés de l'imprégnant pour réduire la taille des appareils et

obtenir ainsi un équipement plus performant et moins cher que s'il était imprégné à l'huile minérale [3].

I.3.2. Dans le cas des transformateurs

Il n'est pas possible de tirer avantage des meilleures propriétés diélectriques des liquides de synthèse, raison pour laquelle les huiles minérales sont universellement utilisées dans cette application. Cependant, quand la résistance au feu devient un paramètre prépondérant, les transformateurs sont imprégnés avec des huiles silicones ou des esters lourds. Ces produits ne sont pas ininflammables, comme l'étaient les polychlorobiphényles. Par contre, ils présentent un point de feu très élevé (> 300 °C), ce qui limite le risque d'inflammation du liquide [3].

I.4. Les critères de choix d'une huile minérale

Avant de choisir un liquide diélectrique, il faut prendre en considération certains facteurs, à savoir:

- ❖ **La toxicité** du produit (pollution froide): la toxicité du produit est à prendre en compte dans tous les cas d'éclatement de transformateur sans incendie.
- ❖ **Le vieillissement**: le liquide a-t-il tendance à vieillir et s'altérer très vite en fonction du temps ?
- ❖ **L'embrassement** du diélectrique dépend de son point d'ébullition et de la résistance mécanique du transformateur. Les huiles minérales isolantes remplissent ces conditions; pour cela elles sont très utilisées.
- ❖ **L'opacité des fumées** : de toute évidence, un diélectrique ne dégage de fumées qu'à partir du moment où il a pris feu; l'opacité des fumées peut gêner gravement les secours. Toutefois, la fabrication de l'huile isolante finie est orientée par les tendances des huiles de base; le choix d'une ou plusieurs huiles de base est à déterminer en fonction :
- ❖ **des caractéristiques physiques et chimiques** que l'on désire conférer à l'huile finie comme la viscosité, la densité, la stabilité,
- ❖ **de la nature chimique recherchée** : paraffinique, naphthénique ou mixte.

I.5. Composition de l'huile minérale

L'huile minérale se compose essentiellement d'hydrocarbures saturés appelés paraffines dont la formule moléculaire est C_nH_{2n+2} avec n dans la gamme de 20 à 24.

La formule de structure de l'huile minérale et celles des gaz de défaut sont montrées dans le tableau 2 [29].

Huile minérale	C_nH_{2n+2}
Hydrogène	H_2
Méthane	CH_4
Ethane	C_2H_6
Ethylène	C_2H_4
Acétylène	C_2H_2
Dioxyde de carbone	CO_2
Monoxyde de carbone	CO
Oxygène	O_2
Nitrogène (Azote)	N_2

Tableau 2. Structure de l'huile minérale et ses produits après défaut.

I.6. Les différentes tendances d'huile minérale [28]

Les huiles minérales de base en électrotechnique répondent à trois grandes classes de tendances chimiques. Elles sont définies par leur teneur en carbone paraffinique Cp , en carbone naphthénique Cn et en carbone aromatique Ca .

I.6.1. Paraffiniques

I.6.1.1 Composition

Dans ce type d'huile, la tendance paraffinique où la présence d'hydrocarbures paraffiniques prédomine. Ces hydrocarbures sont des molécules complexes à structure saturée et à chaîne droite ramifiée ou non, mais non cycliques.

La structure paraffinique représentée par le symbole Cp . Les molécules de ce groupe sont aussi connues sous le nom d'hydrocarbures saturés en chaîne droite ou alcanes, qui peuvent être linéaires (n-alcanes) ou ramifiés (iso alcanes) et dont la formule générale est C_nH_{2n+2} .

Les n-alcanes sont aussi connus sous le nom de paraffines ou de cires et ont de mauvaises propriétés d'écoulement aux basses températures.

Suivant le brut d'origine et le pourcentage de carbone dans chaque structure, on distingue les huiles paraffiniques. Une mesure par infrarouge permet de définir le type d'huile minérale par rapport au pourcentage : $Cp \geq 56\%$ donne une huile paraffinique.

I.6.1.2 Caractéristiques

Les caractères de cette famille d'huiles riches en hydrocarbures paraffiniques sont :

- Une faible densité pour une viscosité donnée ;
- Une variation relativement faible de la viscosité en fonction de la température ;
- Une faible volatilité pour une viscosité donnée ;
- Un faible pouvoir solvant.

I.6.2 Naphténiques

I.6.2.1 Composition

Les huiles naphténiques sont riches en hydrocarbures naphténiques, c'est à dire, il y a présence d'hydrocarbures cycliques à liaisons saturées.

Les molécules de ce groupe sont également connues sous le nom de cycloalcanes ou de carbures cycliques. Ce sont des hydrocarbures saturés de formule générale C_nH_{2n} . Elles présentent d'excellentes propriétés aux basses températures et un meilleur pouvoir solvant que les (n-alcanes).

Ces huiles peuvent aussi se ramifier par l'adjonction d'une chaîne droite linéaire. La saturation leur procure une stabilité chimique plus ou moins satisfaisante.

Même chose suivant le brut d'origine et le pourcentage de carbone dans chaque structure ; on distingue les huiles naphténiques dont le taux de composés paraffinages $Cp < 50\%$.

I.6.2.2 Caractéristiques

Les caractéristiques physiques et chimiques de ces hydrocarbures se traduisent en particulier par :

- Une densité relativement élevée pour une viscosité donnée ;
- Des variations assez rapides de viscosité en fonction de la température ;

- Une plus grande volatilité que les fonctions paraffiniques correspondantes de même viscosité ;
- Un pouvoir solvant relativement élevé.

Ce type d'hydrocarbures renferme les propriétés les plus recherchées pour les huiles de graissage.

I.6.3. Aromatiques

I.6.3.1. Composition

Ce sont des huiles composées de fonctions à noyaux benzéniques. Ces molécules sont des composés cycliques, aussi appelées hydrocarbures insaturés, de formule générale C_nH_{2n-6} . Elles sont totalement différentes des molécules paraffiniques et naphthéniques mais jouent un rôle très important dans les propriétés d'une huile minérale. On les trouve sous deux formes : les mono aromatiques et les poly aromatiques (dont certaines sont considérées comme cancérogènes). Ces composés aromatiques permettent à l'huile d'avoir une bonne tenue à l'oxydation (production de phénols qui détruisent les radicaux) et de bonnes propriétés de gassing (forte capacité d'absorption des gaz).

I.6.3.2 Caractéristiques

Ces huiles se caractérisent par :

- Une densité très élevée, un indice de viscosité très faible, une très faible résistance à l'oxydation.
- Un point d'aniline très bas (soit un pouvoir solvant très élevé) et une facilité d'émulsion avec l'eau.
- L'utilisation de ces hydrocarbures dans la fabrication des huiles est très limitée en raison de leur altérabilité.
- Ils sont facilement oxydables et provoquent la formation des dépôts résineux asphaltiques accompagnés de dérivées corrosifs. La fabrication d'huiles finies lubrifiantes, isolantes ou autres, est orientée par les tendances des huiles de base.

- Le point d'aniline de l'huile, qui est défini comme la température minimale pour laquelle des volumes égaux d'huile et d'aniline sont miscibles, mesure le pouvoir solvant de l'huile.
- Sa vapeur est en relation avec la teneur en hydrocarbures aromatiques de l'huile, mais est influencée également par d'autres facteurs chimiques : ramifications, instauration et masse moléculaire.

I.7. Analyse des gaz dissous

L'analyse des gaz dissous, telle une analyse de sang, est couramment utilisée pour connaître l'état de dégradation d'une huile et celui de l'appareil qui la contient. Un des objectifs de cette analyse est de savoir quand un appareil doit être mis hors service.

La solubilité des gaz dans les huiles minérale est très grande, à 25 °C et pression atmosphérique, elle est (en volume) de 9% pour l'azote, 16% pour l'hydrogène, 9% pour le monoxyde de carbone, 30 % pour le méthane, et des valeurs encore plus élevées pour les hydrocarbures plus lourds. Ces valeurs de solubilité sont très supérieures aux concentrations observées dans les huiles en service.

I.8. Caractéristiques

Le choix d'une huile isolante repose sur un nombre important de propriétés telle que :

- ❖ Les propriétés électriques;
- ❖ Les propriétés physiques ;
- ❖ Les propriétés chimiques.

I.8.1. Propriétés électriques

Les caractéristiques électriques des liquides dépendent de leur formation (composition, constitution moléculaire, etc.) et de leurs conditions d'utilisation ou conditionnement. L'étude des propriétés électriques est un domaine qui se caractérise par sa pluridisciplinarité puisqu'il touche à la chimie, à l'électronique et à la mécanique des fluides.

Par conditionnement, il faut comprendre l'élimination de tout ce qui ne constitue pas le liquide lui-même : résidus de synthèse, particules, gaz et molécules d'eau. Ces impuretés peuvent être plus ou moins éliminées par des opérations de traitement qui comprennent des phases de déshydratation et de dégazage sous vide et en température, ainsi que des opérations de filtration de l'ordre du μm .

I.8.1.1. La permittivité ou la constante diélectrique [30]

Les huiles minérales isolantes sont constituées en majeure partie par des hydrocarbures saturés dont les molécules ne sont pas polaires. La permittivité d'une huile minérale pure est donc surtout due aux phénomènes de polarisation électronique et atomique. C'est une caractéristique électrique liée à la formation du liquide. La permittivité absolue s'exprime en farads par mètre. Elle définit la possibilité, sous l'action du champ électrique, de libérer des charges.

La permittivité relative ϵ_r d'un produit est définie comme le rapport entre la capacité d'un condensateur rempli de ce produit et la capacité du même condensateur vide :

$$\epsilon_r = Cp/C0 \quad (\text{I. 1})$$

Dans la pratique, ϵ_r est obtenue en comparant le condensateur plein au condensateur dans l'air. L'erreur commise sur la détermination de ϵ_r est faible, puisque la permittivité relative de l'air (à 25 °C et sous pression atmosphérique) vaut 1,0005.

La permittivité absolue ϵ est le produit de la permittivité relative ϵ_r par la permittivité du vide

$\epsilon_0 (= 8,85 \times 10^{-12} \text{ F/m})$:

$$\epsilon = \epsilon_r \epsilon_0 \quad (\text{I. 2})$$

La permittivité est une caractéristique intrinsèque d'un produit. Elle dépend essentiellement de la structure chimique. Dans les chaînes hydrocarbonées, les dipôles sont de faible intensité : [3]



La permittivité des hydrocarbures est faible et voisine de 2. La présence d'hétéroatomes (oxygène, chlore...), en créant des dipôles de forte intensité, confère aux molécules une permittivité élevée. [3]

I.8.1.2. Conductivité, Résistivité et Facteur de dissipation ($\tan \delta$)

I.8.1.2.a. Conductivité et Résistivité

Un liquide, pour être isolant électrique, doit conduire le moins possible l'électricité lorsqu'une tension lui est appliquée. Sa conductivité doit donc être la plus faible possible. La conductivité d'un liquide isolant est due à la présence de charges libres positives et négatives (des ions) en quantités égales. Sous l'effet d'un champ électrique, ces ions se déplacent provoquant ainsi un courant de conduction.

La résistivité est une propriété fortement dépendante du conditionnement. Ainsi, la résistivité d'une huile est influencée par la présence de substances étrangères considérées comme impuretés (poussières, particules, gaz et humidité), qui même en quantité aussi faible que quelques ppm (mg/l) ont une influence sur les valeurs mesurées.

La conductivité n'est pas une propriété intrinsèque au liquide isolant. Elle est liée à la présence d'infimes quantités (en général, inférieures à 1 ppm) d'impuretés ionisables. Il est possible d'améliorer la conductivité d'un produit en éliminant une partie des impuretés qu'il contient. Cette élimination, appelée « traitement diélectrique », est réalisée par passage du produit à travers un lit de terre absorbante (attapulgite, bentonite...).

Plus la température est élevée, plus la viscosité du liquide est faible et plus la mobilité des ions est grande [8], et par conséquent plus la conductivité est élevée. Par ailleurs, la dissociation des impuretés dissociables en ions est d'autant plus forte que la température est élevée. La résistivité d'un liquide diminue donc lorsque la température augmente, comme l'indique la figure I.1. Pour cette raison, la plupart des spécifications des produits indiquent une valeur de résistivité à 90°C (température moyenne de fonctionnement d'un transformateur).

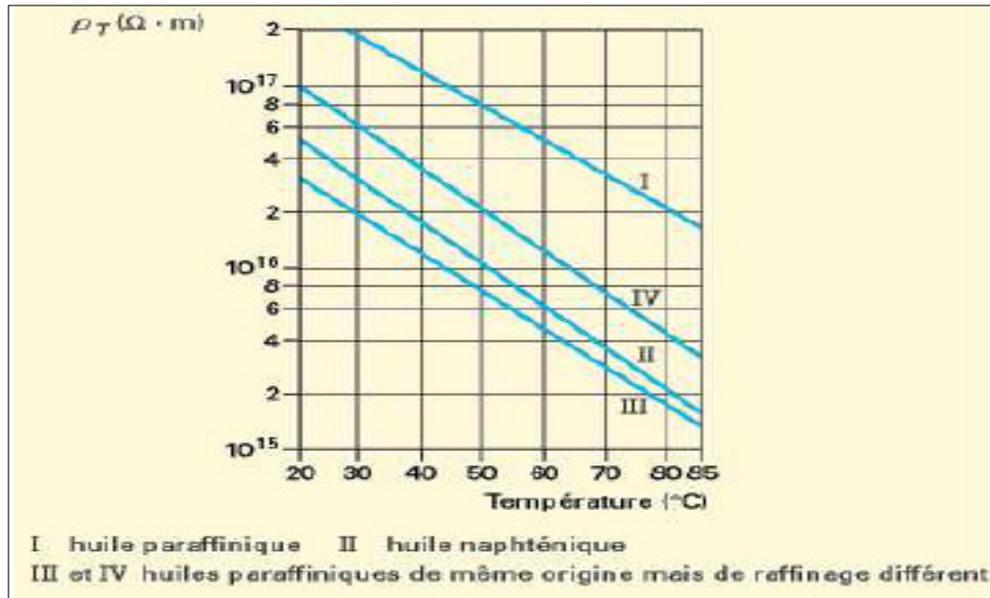


Figure I.1. Variation de la résistivité de différentes huiles minérales (courant continu) [4]

I.8.1.2.b. Le facteur de dissipation diélectrique ($\tan \delta$)

Le facteur de dissipation diélectrique d'un matériau isolant est la tangente de l'angle de perte qui est l'angle complémentaire du déphasage entre la tension appliquée et le courant qui en résulte.

Tout diélectrique soumis à une tension continue ou alternative est toujours le siège de pertes diélectriques qui se traduisent par un échauffement plus au moins important du liquide.

Cette caractéristique est très sensible à la présence de produits de vieillissement de l'huile. Il existe une relation entre le facteur de dissipation et l'acidité de l'huile. Une acidité élevée est accompagnée par une valeur élevée de $\tan \delta$, mais l'inverse n'est pas vérifié. Une valeur défavorable de $\tan \delta$ peut être due à la dissolution dans l'huile des produits qui n'ont pas pour origine l'altération de l'huile.

Une huile neuve possède un facteur de dissipation diélectrique inférieur ou égal à $5 \cdot 10^{-3}$ [31].

I.8.1.3. Rigidité diélectrique

La rigidité diélectrique d'une huile est la valeur maximale du champ électrique moyen que l'on peut lui appliquer sans décharge disruptive.

Dans l'industrie, elle est maximisée conventionnellement par la tension efficace nécessaire pour provoquer, dans des conditions normalisées, le claquage d'un volume de liquide compris entre

deux électrodes dont la forme, la distance et la nature font l'objet d'une norme (la CEI 156). Ce paramètre est connu sous le nom de tension de claquage.

La rigidité diélectrique n'est pas un critère de la qualité de fabrication des huiles isolantes, mais un essai conventionnel destiné à déceler leur état plus ou moins grand de pollution physique par l'eau et d'autres matières en suspension et à conclure ou non à l'opportunité de faire un traitement de décharge et filtration avant introduction dans les appareils auxquels ils sont destinés.

La rigidité diélectrique à 50Hz d'une huile minérale neuve traitée (teneur en eau inférieur à 10 ppm, teneur en particules inférieur à 1 ppm) dépend peu du type (naphténique ou paraffinique) et du procédé de raffinage.

L'obtention d'une forte valeur de rigidité ne permet cependant pas de s'assurer que l'huile est exempte d'impuretés. Par contre, une valeur correcte permet essentiellement de s'assurer que le traitement de l'huile (dégazage, filtration) est satisfaisant [4].

I.8.1.4. Le gassing

Les décharges partielles provoquent l'apparition de gaz (par décomposition des molécules du liquide). Si des bulles de gaz subsistent à la tension nominale, les décharges partielles vont persister. Si, au contraire, les bulles disparaissent, les décharges vont s'éteindre.

On appelle gassing G la vitesse de variation du volume de gaz pendant 120 minutes d'application de la tension. Il s'exprime en mm³/min [3].

La tension, la température et le temps d'application de la tension ont une forte influence sur le comportement d'un produit.

Les huiles minérales peuvent avoir un gassing soit positif, soit négatif, suivant leur composition. Les huiles minérales fortement hydrotraitées pour éliminer les hydrocarbures polycycliques aromatiques cancérogènes sont, en général, productrices de gaz dans le test, alors que celles qui contiennent des aromatiques absorbent l'hydrogène.

Les hydrocarbures aromatiques ont un gassing très fortement négatif, alors que les hydrocarbures aliphatiques ont un gassing positif [3].

La tendance au gassing des huiles minérales n'est pas systématiquement utilisée pour les caractériser. Il n'y a d'ailleurs pas d'accord général sur les valeurs acceptables. Cependant, la formation de gaz ne doit pas être trop importante car elle peut conduire à l'apparition de bulles

qui sont extrêmement dangereuses pour les appareils électriques. En effet, les gaz ont une tenue diélectrique faible et leur apparition peut conduire au claquage complet de l'isolation.

Le gassing sous hydrogène des huiles minérales varie de +30 à -30 $\mu\text{l}/\text{min}$ [3]. La valeur du gassing est fortement dépendante de la teneur en hydrocarbures aromatiques. En effet, l'ajout de quelques pourcents d'un liquide fortement aromatique à une huile productrice de gaz permet de la rendre absorbeuse.

Les huiles productrices de gaz sont en général paraffiniques, alors que les huiles absorbeuses sont en général naphthéniques.

I.8.1.5. L'électrisation de l'huile

Le problème de l'électrisation de l'huile dans les grands transformateurs de puissance est apparu au début des années 1980, suite au claquage d'un certain nombre d'appareils peu de temps après leur mise en service. Des études ont montré que ces claquages étaient dus à l'apparition de charges électrostatiques créées par la circulation très rapide de l'huile à travers les enroulements.

La séparation des charges entre l'huile et les surfaces isolantes (papier des enroulements) et leur accumulation en des zones distinctes (en général, les charges positives au sommet de l'appareil, les charges négatives dans le bas) conduisant à l'apparition d'un champ électrostatique qui se superpose au champ électrique alternatif de l'appareil.

Des décharges partielles ou des décharges rampantes peuvent alors survenir, voire un arc électrique conduisant au claquage du transformateur.

Les principaux paramètres qui influent sur la tendance à l'électrisation d'une huile sont [4] :

- ❖ La vitesse de circulation de l'huile.
- ❖ Le niveau du champ électrique alternatif.
- ❖ Les propriétés de l'huile telles que la viscosité et la conductivité (qui varie avec la température).
- ❖ La teneur de l'huile en impuretés (eau, boues d'oxydation, particules).
- ❖ L'humidité du papier.

I.8.1.6. Décharges partielles

Lorsqu'une isolation mixte est soumise à un champ électrique, la partie la plus faible peut claquer sans que l'isolation entière ne subisse une rupture diélectrique. Ces claquages qui n'affectent qu'une partie de l'épaisseur de l'isolation sont appelés décharges partielles.

Ces décharges partielles sont aussi définies comme des micro claquages localisés qui ne traversent pas tout l'espace entre les éléments portés à des potentiels différents dans lequel est contenu le diélectrique [28].

Dans le cas des isolations imprégnées (comme c'est le cas dans les transformateurs avec la cellulose), la rigidité de la partie solide est supérieure à celle du liquide d'imprégnation. Les décharges partielles se produisent donc principalement dans la phase liquide, en général dans les zones où le champ est renforcé (pointes, particules) [28].

Elles peuvent également se produire dans les zones mal imprégnées où subsistent des interstices de gaz (en général de l'air) puisque la tenue au claquage des gaz est bien plus faible que celle des liquides.

Les décharges partielles sont en général localisées et leur énergie est faible, comparée à celle d'un arc électrique. La persistance de décharges partielles entraîne cependant une dégradation locale progressive de la partie solide de l'isolation imprégnée. Il est donc primordial d'éviter leur apparition.

Les décharges partielles provoquent l'apparition de gaz par décomposition des molécules du liquide, et l'apparition de polymères (cires).

Les gaz formés sont essentiellement de l'hydrogène (H_2), et des hydrocarbures légers tels que le méthane (CH_4), mais aussi en plus faibles quantités de l'éthane (C_2H_6), de l'éthylène (C_2H_4) et de l'acétylène (C_2H_2) [28]. On peut aussi trouver du monoxyde de carbone (CO) et du dioxyde de carbone (CO_2) qui proviennent des décharges dans la cellulose, mais aussi de la décomposition de l'huile en présence d'air [28].

Ces formations de gaz ne doivent pas être trop importantes car elles peuvent conduire à l'apparition de bulles qui servent de détonateurs pour la génération de décharges partielles jusqu'au claquage.

L'acétylène et l'hydrogène sont aussi dangereux pour les risques de mise à feu et d'explosion qu'ils peuvent engendrer.

I.8.2. Propriétés physiques

I.8.2.1. La viscosité

Le choix d'une huile dépend essentiellement de la valeur de la viscosité η , c'est un critère particulièrement important pour apprécier la qualité de l'huile. La viscosité est le pouvoir caractéristique des fluides à résister au déplacement d'une partie de ce fluide par rapport à l'autre.

La viscosité, et sa variation avec la température, sont des paramètres de première importance pour le transfert thermique. En effet, plus le liquide est visqueux, plus il est difficile de le faire circuler dans l'appareil pour refroidir les parties actives chaudes.

La viscosité des hydrocarbures est corrélée à leur masse moléculaire : plus un produit est léger, plus sa viscosité est faible. Cependant, un produit est volatil et inflammable si sa masse moléculaire est de plus en plus faible [3].

L'indice de viscosité est une caractéristique donnant la variation de viscosité d'une huile en fonction de la température. Une huile est d'autant meilleure que sa variation de viscosité en fonction de la température est faible. La viscosité diminue avec la température, et de nombreuses lois empiriques ont été proposées. En général, on considère des relations du type :

$$\lg \eta = A + [B / (T - T_0)] \quad (\text{I. 5})$$

Avec A et B : deux constantes caractéristiques du produit,

T : température (en K),

T₀ : température ambiante.

I.8.2.2. Le point d'écoulement

L'utilisation de matériels électriques extérieurs nécessite de connaître la viscosité des liquides à basses températures correspondant au fonctionnement en hiver (-25°C) ou dans des conditions climatiques extrêmes (-60°C).

Les liquides utilisés se figent généralement à températures pouvant aller à -60°C (polybutènes, huiles silicones), à -30°C (huile minérale), sans parler des liquides de synthèse ayant un haut point d'écoulement [3].

Le point d'écoulement est défini comme la température la plus basse, pour laquelle un liquide peut couler lorsqu'il est refroidi à des conditions fixées. Lorsqu'un liquide est refroidi, il acquiert

une certaine consistance qui n'est pas la congélation, correspondant à l'état solide d'un corps pur à température fixe. Cette consistance est liée à la masse moléculaire, à la composition du liquide en mélange de différentes molécules (isomères et additifs).

Les huiles de point d'écoulement les plus bas sont obtenues à partir de coupes naphthéniques [29]. Dans le cas des bases paraffiniques, le déparaffinage ne permet pas à lui seul d'obtenir des points d'écoulement inférieurs à -30°C [28], du fait de la cristallisation des paraffines. Cela est rendu possible par l'ajout d'additifs abaisseurs ou améliorants du point d'écoulement.

I.8.2.3. Point d'éclair et point de feu

Le chauffage progressif d'un liquide provoque le dégagement de vapeurs suivant sa courbe de tension de vapeur, qu'il s'agisse d'un corps pur ou d'un mélange. Dès que la concentration de ces vapeurs dans l'atmosphère surmontant le liquide devient suffisante pour former un mélange inflammable, elles brûlent à l'approche d'une flamme. La température correspondante est appelée le point d'éclair du liquide.

En poursuivant le chauffage, l'expérience montre qu'une combustion permanente s'établit en présence d'une flamme à partir d'une certaine température qui correspond au point de feu du liquide. Les liquides ininflammables n'ont pas de point de feu.

I.8.2.4. Capacité thermique

La capacité thermique massique et la masse volumique permettent de définir en partie la constante de temps thermique des matériels à pleine charge, suivant le type de refroidissement, naturel ou forcé.

La capacité thermique des huiles isolantes exprimée en Joules par kilogramme Kelvin croît avec la température et est généralement d'autant plus élevée que la masse volumique est plus faible [3].

I.8.2.5. Conductivité thermique

La conductivité thermique (λ), mesurée en watts par mètre.Kelvin [W/m.K] exprime le flux thermique s'écoulant en régime permanent sous l'effet d'un gradient thermique entre deux isothermes du liquide.

Elle décroît lorsque la température et la masse volumique augmentent. Les valeurs usuelles sont de l'ordre de $0,14 \text{ W/ (m. K)}$ [3].

I.8.2.6. Aspect et couleur

L'aspect est un test visuel de l'huile qui permet de détecter la présence des corps en suspension (poussière, humidité) et d'évaluer la couleur et la viscosité. Un bon état visuel de l'huile, signifie un aspect limpide.

La couleur est une propriété intrinsèque de l'huile neuve, elle a une relation avec les hydrocarbures qui constituent l'huile. Elle permet d'apprécier la qualité des huiles neuves et constitue un moyen efficace pour surveiller l'acidité des huiles en service. Elle renseigne également sur le vieillissement de l'huile.

L'aspect, la couleur et l'odeur, nous renseignent sur l'état général de l'huile. En effet, une mauvaise odeur renseigne sur la présence d'amorçages d'arcs électriques dans l'huile. Une couleur sombre indique une dégradation de l'huile et l'aspect trouble signifie la présence d'eau et d'impuretés [32].

I.8.3. Propriétés chimiques

I.8.3.1. L'acidité totale

L'acidité représente les dérivés acides formés au cours du vieillissement de l'huile. Sa détermination procure le moyen le plus direct pour apprécier et suivre l'altération de l'huile. Elle est exprimée par la mesure de l'indice d'acidité qui est le nombre de mg de KOH normale nécessaires pour neutraliser un gramme d'huile.

L'acidité d'une huile neuve est très faible en service. Elle est de l'ordre de 0.02 à 0.03 mg de KOH/g d'huile en service [33]. Aux premiers stades d'oxydation, elle augmente pour atteindre, après un certain temps de service, une valeur où elle reste constante.

I.8.3.2. Oxydation des huiles minérales isolantes

On désigne par oxydation, un ensemble de réactions chimiques complexes et lentes au cours desquelles les hydrocarbures réagissent avec l'oxygène.

Il se produit tout d'abord des produits de décomposition solubles : aldéhydes, cétones, acides organiques, puis par condensation et polymérisation, des dépôts insolubles.

Les conséquences de l'oxydation de l'huile pour les isolations sont :

- ❖ Une mauvaise évacuation de la chaleur par suite de l'accroissement de la viscosité et de la présence de dépôts

- ❖ Une détérioration des propriétés électriques de l'huile ; sa conductivité et sa tangente de l'angle de pertes augmentent.
- ❖ Une augmentation des pertes dans les isolations imprégnées qui peuvent entraîner le claquage thermique.
- ❖ L'apparition de l'acidité dans l'huile.

I.8.3.3. La teneur en soufre

Une huile minérale peut contenir des traces de soufre, soit sous la forme de soufre libre, soit sous forme de composés sulfurés; les premiers sont très corrosifs, les seconds le sont beaucoup moins, tant que la température ne dépasse pas 100°C environ.

La présence de soufre est détectée par la corrosion d'une lame de cuivre électronique immergée dans une huile à 140 °C pendant 19 heures [33], la coloration qu'elle prend permet de juger si les composés soufrés sont corrosifs ou non.

I.9. Influence des différents facteurs sur les caractéristiques des diélectriques liquides

I.9.1. Humidité et Teneur en eau

I.9.1. Humidité

L'humidité est l'ennemi numéro un des isolants électriques [28] dans le sens où elle conduit l'électricité.

Ce phénomène est d'autant plus prononcé dans les huiles isolantes car ces dernières ont une faible solubilité dans l'eau. On parle souvent de phénomène d'hydrolyse pour définir l'influence de l'eau sur le vieillissement de l'huile.

La pénétration d'humidité provenant de l'atmosphère vient du fait que les transformateurs de puissance sont souvent respirants [28]. La dégradation de la cellulose apporte de l'eau car bien que cette dernière soit séchée, il subsiste toujours au moins 0,2% en masse d'humidité en son sein.

I.9.1.1. Teneur en eau

Au départ, lorsque l'huile est neuve non traitée, elle a une teneur en eau très grande. Après traitement, elle sera faible (<10ppm pour 1 'huile minérale). Cette teneur va augmenter au cours de la vie du transformateur suite à la pénétration d'humidité provenant de l'atmosphère mais aussi avec la dégradation du papier.

Cette mesure est un outil indispensable pour juger de l'état de vieillissement d'une huile d'un transformateur, d'autant plus que l'humidité est un facteur qui diminue les propriétés diélectriques d'un isolant. L'essentiel de cette analyse consiste à ramener cette teneur en eau en pourcentage de saturation par rapport à la solubilité de l'eau pour connaître l'état de l'huile.

L'eau peut être trouvée dans l'huile sous forme dissoute, sous forme dispersée (gouttelettes d'eau) ou en émulsion (apparition de deux phases non miscibles). La solubilité W_s de l'eau dans l'huile est donnée en mg/l ou ppm. Elle dépend de la température, l'état et du type d'huile. La variation de la solubilité de l'eau dans l'huile est exprimée par [33] :

$$W_s = W_{oil} e^{(-B/T)} \quad (I. 6)$$

Où

W_s : est la solubilité de l'eau dans l'huile (mg/l ou ppm),

T : est la température de l'huile (K),

W_{oil} et B : sont des constantes propres au liquide.

Plus la température augmente et plus la solubilité de l'eau dans l'huile est importante. Cette variation de solubilité avec la température peut se révéler comme problématique. En effet, lorsque l'appareil est chaud, l'eau peut se dissoudre en plus grande quantité, et lorsque l'appareil refroidit, la solubilité de l'eau diminuant à nouveau peut laisser apparaître de l'eau libre.

Ainsi, il convient toujours de déterminer la solubilité de l'huile à la même température que celle à laquelle l'huile a été prélevée.

Le comité de normalisation pour les fluides électrotechniques a établi un facteur de correction [33] qui permet de ramener la valeur de la teneur en eau d'une huile minérale prélevée à une certaine température (> 20°C) à la température de 20°C pour avoir un critère de comparaison:

$$f = 2.24.e^{(-0,04.T_s)} \quad (I. 7)$$

Où

f : est le facteur de correction,

T_s : est la température d'échantillonnage de l'huile (°C).

Cependant, cette relation (équation I.7) est encore sujette à discussion pour des raisons notamment de non reproductibilité sur toutes les huiles minérales. Au contact d'une atmosphère humide, l'eau se dissout peu à peu dans l'huile. C'est pourquoi les transformateurs dits «respirants» sont toujours munis d'un dessiccateur pour assécher l'air. La teneur en eau d'une huile est souvent exprimée par un pourcentage de saturation à une température donnée, encore appelée humidité relative:

$$\text{Saturation en \%} = (\text{Teneur en eau} / W_s) * 100 \quad (\text{I. 8})$$

Pour une huile minérale isolante neuve, la solubilité de l'eau est donnée par la relation suivante [33] :

$$\text{Log } W_s = 7.0895 - (1567/T) \quad (\text{I. 9})$$

I.9.2. Température

La température agit indirectement par la modification de la permittivité, de la résistivité et du facteur de dissipation diélectrique entraînant très probablement un phénomène du type claquage thermique.

Sur un liquide diélectrique pur, si on utilise une onde de choc de courte durée ($1 < t < 50 \mu\text{s}$) pour éviter le claquage thermique, on observe que l'augmentation de la température provoque en général une diminution de la valeur du champ de claquage (avec une chute brutale au voisinage de la température d'ébullition). [33]

Ce phénomène s'explique entre autres par la diminution de la densité et de la viscosité du liquide qui augmente la mobilité des ions et des électrons.

I.9.3. Nombre de claquages

Il a été observé par plusieurs chercheurs, que la tension de claquage de l'huile, dans un système de configuration donnée, augmentait en fonction du nombre d'essais, restait ensuite constante et puis diminuait.

Ceci peut être expliqué par l'élimination des bulles de gaz et des gouttelettes d'eau suspendues, par les premiers claquages. Cependant des claquages répétés et nombreux détériorent le liquide.

I.9.4. Influence des écrans

Pour améliorer la rigidité diélectrique d'un système d'isolation, soit qu'on recouvre les électrodes avec une couche mince isolante, soit qu'on introduise une barrière isolante entre les électrodes.

Il existe une position optimale de la barrière dans l'intervalle pour laquelle la rigidité du système est la plus élevée.

Dans le cas du système pointe – plan, l'augmentation est observée dans les cas de la pointe sous haute tension alternative 50Hz, lorsque la barrière est située à proximité de la pointe [34].

I.10. Claquage des huiles minérales isolantes

Les défaillances électriques du matériel électrique sont dues, dans une très large mesure, au claquage électrique des isolations.

On désigne ainsi l'étape ultime d'une succession de processus irréversibles où tout milieu diélectrique (solide, fluide, gaz) est soudainement traversé par un arc électrique entre conducteurs soumis à une différence de potentiel [5].

Dans l'industrie, elle est maximisée conventionnellement par la tension efficace nécessaire pour provoquer, dans des conditions normalisées, le claquage d'un volume de liquide compris entre deux électrodes dont la forme, distance et nature sont spécifiées ; d'où son nom de (tension de claquage) qui est un paramètre important dans la définition de la tenue diélectrique d'un matériau.

Généralement, une tension de claquage d'un solide est supérieure à celles des liquides, et celle des liquides est supérieure à celle des gaz. [5]

Pour cette raison, on évite la présence de gaz dans huile minérale, comme dans le cas des transformateurs, c'est la partie faible des isolations imprégnées.

Il y a plusieurs théories qui expliquent le claquage. Parmi elles, on cite :

- ❖ La théorie basée sur un processus cumulatif de collisions et d'ionisations mettant en jeu les électrons et les molécules du liquide [35].
- ❖ La théorie des bulles qui décrit un phénomène de claquage initié dans une phase gazeuse ou de moindre densité se formant lors d'injections d'électrons dans l'isolant [36].

- ❖ La théorie pour laquelle le claquage est dû à l'établissement d'un chemin de particules entre les électrodes [5].

I.10.1. Points communs au claquage des matériaux

Plusieurs points concernant le claquage sont communs à tous les matériaux diélectriques :

- ❖ Le claquage est localisé : il n'affecte qu'une zone minime du milieu, la partie saine conservant souvent (même après une longue période sous tension) ses propriétés originelles [5].
- ❖ Les processus électroniques sont toujours impliqués dans la phase initiale : le claquage peut résulter d'un effet coopératif d'une très grande variété de phénomènes (thermique, mécanique, électro-hydro-dynamique, chimique, ...) plus ou moins inter corrélés, et donnant naissance à un streamer, arborescence plus ou moins lumineuse, ramifiée et conductrice qui précède l'arc [37].
- ❖ Les effets d'échelle sont considérables : l'accroissement des volumes et surfaces soumis au champ électrique et des distances entre conducteurs entraîne une réduction très sensible de la rigidité diélectrique.
- ❖ Le temps d'application et la forme de l'onde de tension (continue, alternative ou impulsionnelle) jouent un rôle considérable ; le claquage peut avoir lieu après des temps extrêmement brefs, ou ne se manifester qu'après de très longues périodes (plusieurs années) ; des transformations du matériau ont alors pu se produire (vieillessement) [37].
- ❖ Les effets de polarité sont souvent très marqués, les tensions de claquage étant presque toujours plus basses lorsque l'électrode acérée est anode.

I.10.2. Cas des liquides

Les liquides isolants sont principalement utilisés en électrotechnique, presque toujours en association avec des solides isolants.

Leur fonction électrique essentielle est d'éliminer les décharges partielles susceptibles de se produire dans des poches gazeuses, en remplissant les espaces entre solides isolants et conducteurs ainsi que les cavités au sein des solides eux-mêmes.

Ces décharges, très agressives et destructrices pour les isolants solides, peuvent se déclencher à des tensions très basses (au-delà de la tension minimale de Paschen : environ 400 V dans l'air) [37].

Les décharges partielles sont des décharges électriques dont le trajet se développe sur une partie seulement de l'intervalle isolant séparant des conducteurs ; ces décharges peuvent être adjacentes ou non à un conducteur.

Plus encore que dans l'étude des phénomènes de conduction, l'état liquide va, par l'extrême complexité et la grande diversité des mécanismes mis en jeux, rendre difficile l'étude et l'interprétation des phénomènes de claquage.

Outre l'importance fondamentale de la structure chimique du liquide lui-même et les substances étrangères qu'il peut contenir accidentellement ou qu'on ajoute volontairement, les problèmes d'interface liquide/solide (eau, en particulier) sont posés en permanence, à la fois sur le plan théorique et sur le plan expérimental.

Aussi doit-on, d'une part étudier de manière approfondie les propriétés microscopiques des liquides (en particulier les processus électroniques), et d'autre part, faire appel à des techniques modernes d'investigation très sophistiquées : purification extrême, spectroscopie d'émission et cinématographie ultrarapide à l'échelle des nanosecondes, claquage induit par éclair laser,...

I.10.3. Tension de claquage dans les huiles de transformateur

La pratique industrielle fait appel à des liquides dont les propriétés physico-chimiques sont extrêmement différentes ; de surcroît, leur mise en œuvre, les qualités de l'environnement dû à la conception et aux contraintes de service des matériels varient considérablement.

A titre d'exemple, l'huile minérale de transformateur entre en contact avec différents matériaux et solides isolants, d'où la présence inévitable dans le temps de particules solides, d'eau, de gaz, une tendance à l'oxydation, la possibilité de génération et de transport de charges par frottement (l'huile assure le refroidissement de l'appareil par circulation forcée) ; les volumes de liquides sont considérables (ils peuvent atteindre plusieurs dizaines de mètres cubes), les intervalles de liquide libre sont quelquefois très grands.

Plusieurs points doivent être pris en considération avant l'utilisation de l'huile minérale, entre autres :

- ❖ Prévoir son aptitude à supporter sans défaillance les contraintes normales de fonctionnement ;
- ❖ Tenir compte de ses capacités à résister à diverses surtensions (ondes de foudre, surtension de manœuvres) ainsi qu'à des contraintes combinées continue et alternative, ou à la fréquence d'harmoniques d'amplitude importante.

- ❖ S'assurer de sa tenue à long terme, donc apprécier son vieillissement.
- ❖ Pour les appareils de grande puissance, contrôler son évolution au cours du temps et décider de la conduite à tenir.

I.10.4. Influence de la distance entre les électrodes

La rigidité dépend des mêmes paramètres que la tension de claquage. Pour des conditions de mesure identiques, elle varie avec la distance entre les électrodes : plus la distance est grande, plus la rigidité est faible, comme indiqué sur les figures I.2 et I.3 [3].

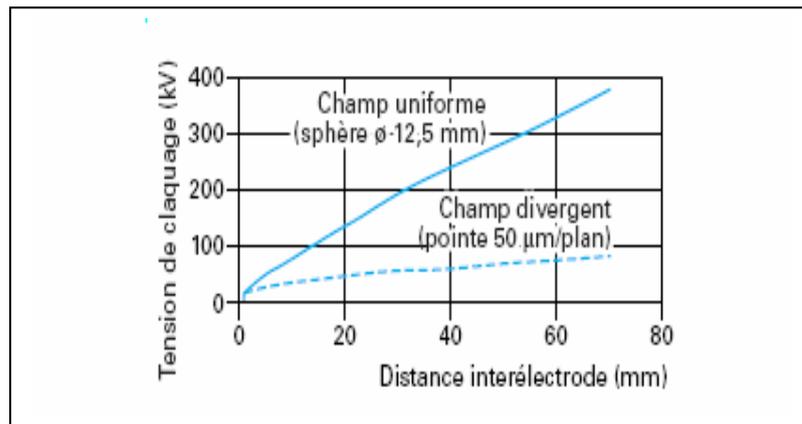


Figure I.2. Influence de la distance entre les électrodes sur la tension de claquage 50 Hz d'une huile minérale neuve [3]

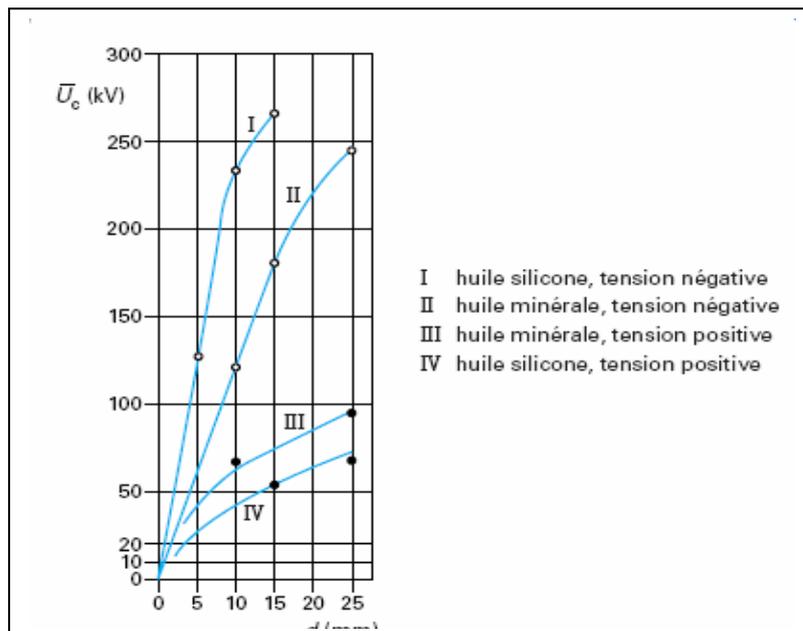


Figure I.3. Tension de claquage U_c au choc de foudre en fonction de l'écartement des électrodes de l'éclateur CEI [3]

I.10.5. Influence de la pression

L'effet de la pression sur la tension de claquage qui n'est pas négligeable, parce qu'à chaque fois qu'augmente la pression, la tension de claquage fait de même car elle limite la propagation du streamer (canal gazeux ionisé provoquant une décharge lumineuse), comme indiqué sur la figure I.5 [3].

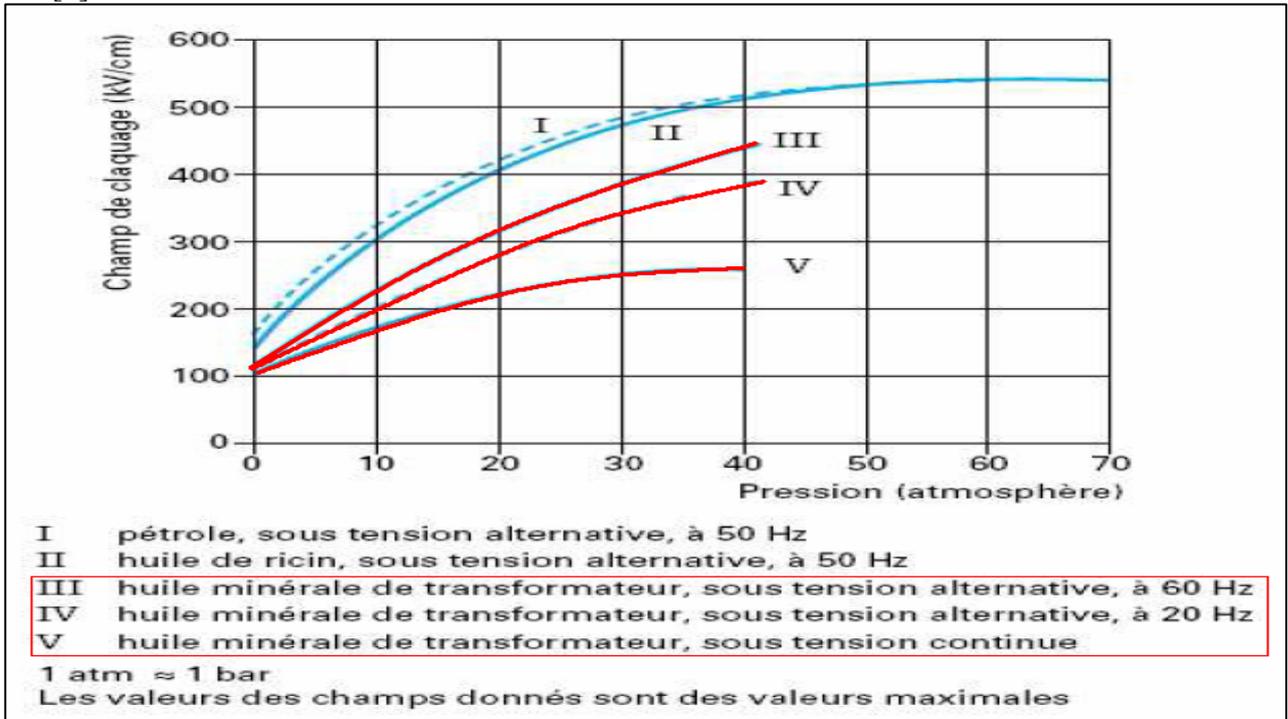


Figure I.4. Influence de la pression sur le champ de claquage [3]

I.10.6. Influence de la température

C'est le même phénomène que la pression ; il a été montré qu'à teneur en eau constante, la tension de claquage augmente avec la température [38] comme indiqué sur la figure I.5. Cet effet est directement lié à la solubilité de l'eau dans l'huile qui est une propriété croissante de la température. Il est aussi interrompu lorsque la teneur en eau dans l'huile est trop importante (200 ppm).

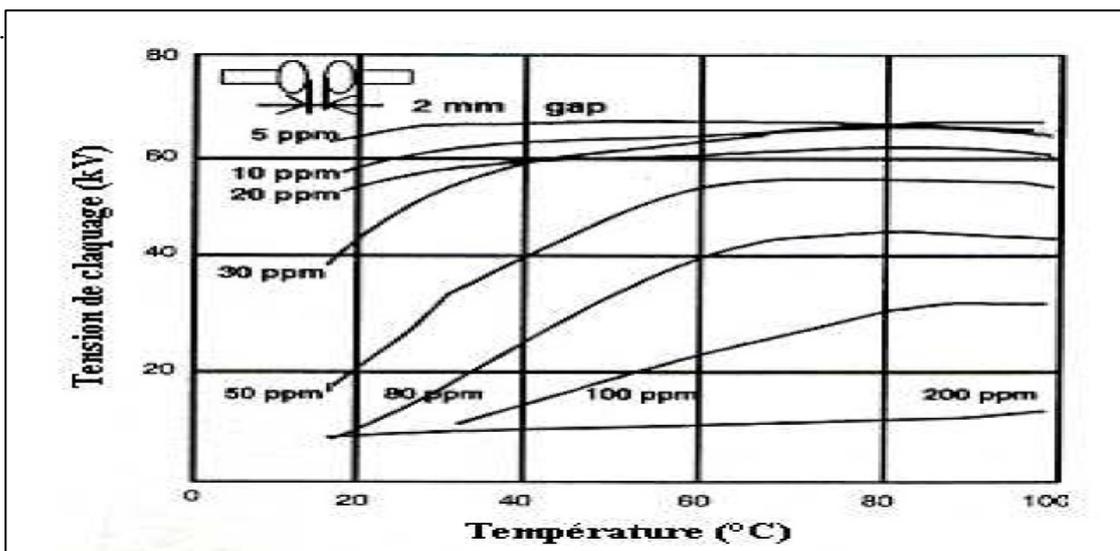


Figure I.5. Evolution de la tension de claquage (kV) d'une même huile minérale, suivant les variations de la teneur en eau et en fonction de la température (ppm) [38]

I.10.7. Influence de la teneur en eau

La teneur en eau (humidité) est un facteur pénalisant dans la qualité de l'isolation électrique. Elle a une très grande influence sur la tension de claquage des isolants liquides [28]. La figure I.6 met en évidence que plus la teneur en eau est importante, plus la tension de claquage d'une huile est faible (influence directement corrélée à l'augmentation de la température).

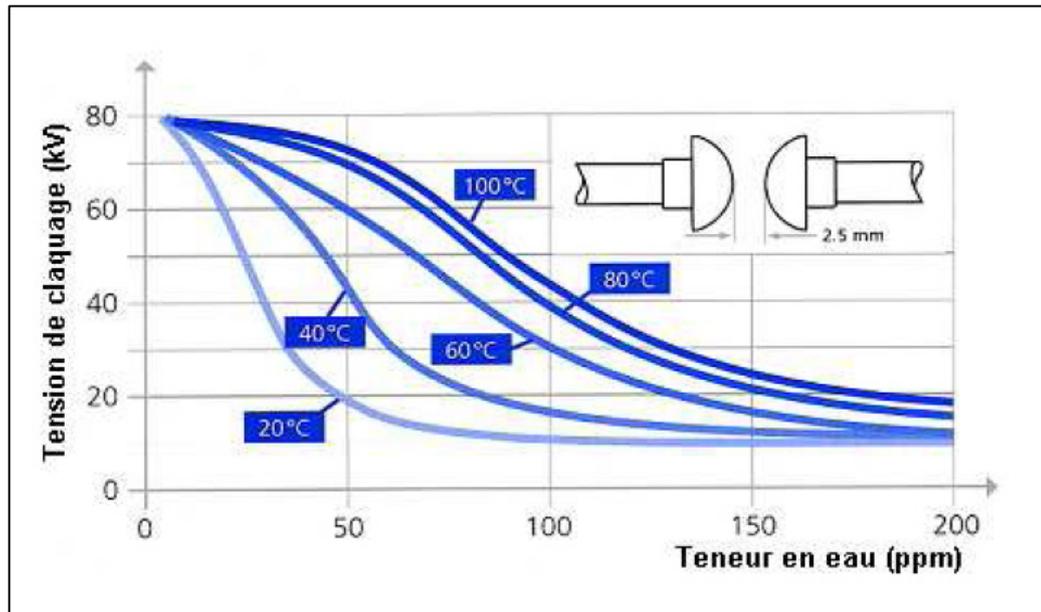


Figure I.6. Evolution de la tension de claquage (50Hz) d'une même huile, suivant les Variations de la température et en fonction de la teneur en eau [5]

La présence d'eau n'affecte pas la rigidité d'un liquide tant que la concentration reste inférieure à 50-60 % de la saturation ; le pourcentage de saturation est encore appelé humidité relative. Par contre, lorsque la teneur en eau dépasse cette valeur, on observe une chute drastique de la tension de claquage figure I.7 et figure I.8.

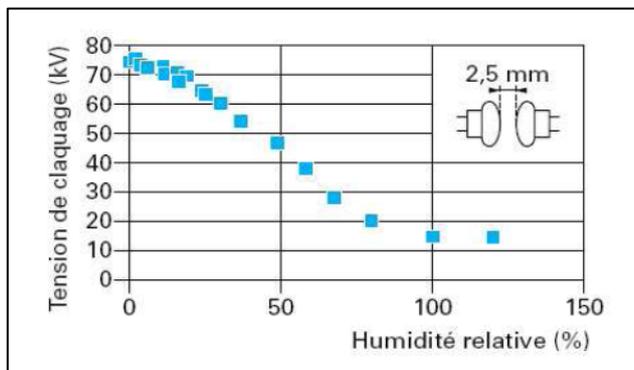


Figure I.7. Influence de la teneur en eau à température ambiante, sur la tension claquage (50Hz) d'une huile minérale [5]

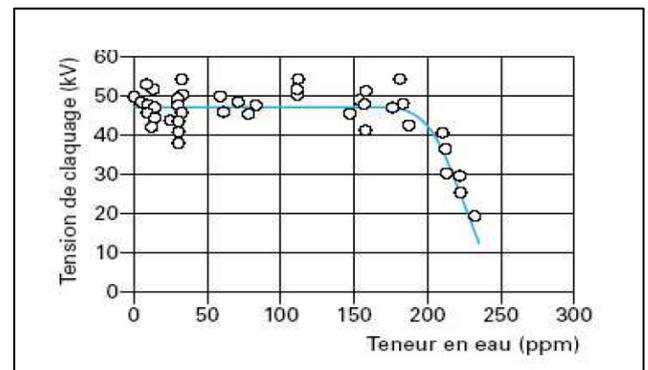


Figure I.8. Influence de la teneur en eau à température ambiante, sur la tension de claquage (50Hz) du M/DBT pointe 50µm/plan [3]

I.10.8. Influence des particules

Les recherches qui sont effectuées sur la rigidité et la tension de claquage ont mis en évidence l'influence des particules en suspension sur la tenue diélectrique des grands volumes d'huile.

Perrier [28] a montré que plus le nombre de particules, donc de paramètres, augmentent et plus leur mouvement se complique en donnant naissance à plusieurs phénomènes qui ne font qu'accroître la déformation du champ électrique tout en précipitant la détérioration du liquide isolant.

Il y a d'autres recherches qui ont montré que la teneur en particules a également un effet important sur la rigidité des liquides. Les particules métalliques ont un effet particulièrement catastrophique, à de très faibles teneurs. Les particules isolantes dégradent également les propriétés des liquides, mais à des teneurs beaucoup plus importantes (figures I.10 et I.11) [3].

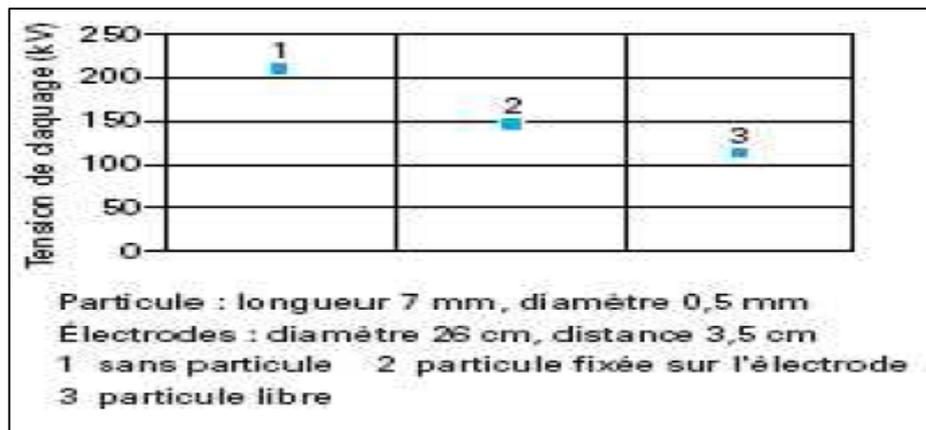


Figure I.9. Influence de la présence d'une particule métallique sur le claquage d'une huile minérale en champ uniforme [28].

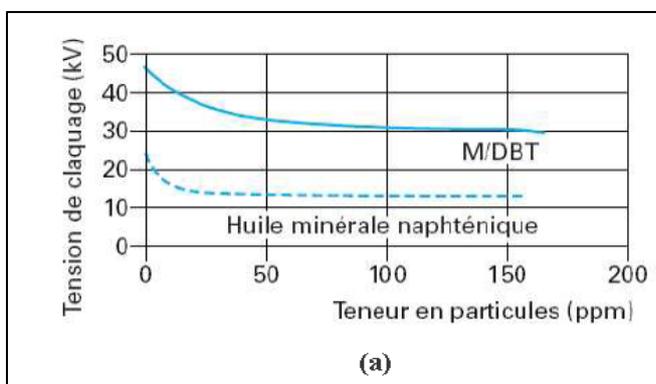


Figure I.10. Influence de la présence de particules Métalliques ($\approx 150 \mu\text{m}$) sur la tension de claquage (50 Hz, Pointe $50 \mu\text{m}/\text{plan}$ – rampe 3 kV/s) [3].

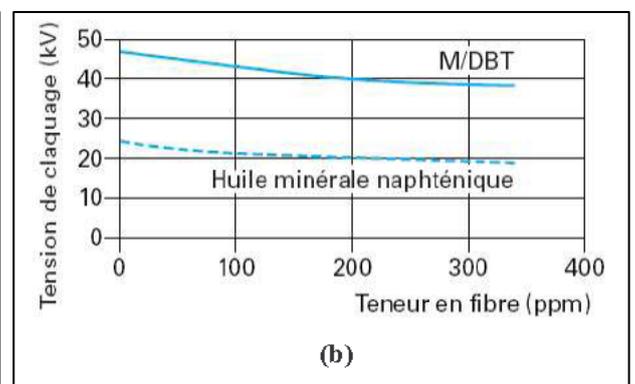


Figure I.11. Influence de la présence de fibres de cellulose sèches sur la tension de claquage (50 Hz, Pointe $50 \mu\text{m}/\text{plan}$ – rampe 3 kV/s) [3].

I.11. Avantages et Inconvénients des huiles minérales isolantes

I.11.1. Avantage et utilité des huiles minérales isolantes

Les transformateurs remplis d'huile immergés ont été développés depuis plus d'un siècle.

Cette technologie est toujours très utilisée dans les transformateurs de puissance contrairement aux transformateurs de distribution, qui peuvent être secs.

Différentes raisons expliquent cette préférence :

- ❖ Par rapport aux solides, les liquides refroidissent et isolent à la fois le transformateur. Ainsi, les transformateurs immergés sont plus compacts que les transformateurs secs de même puissance.
- ❖ Les solides permettent d'obtenir des performances diélectriques équivalentes aux liquides, mais à des coûts beaucoup plus élevés.
- ❖ Les isolants solides utilisés seuls présentent des risques énormes aux décharges partielles (inclusions gazeuses) pour les niveaux de tension des transformateurs de puissance. Les analyses d'huiles (teneur en eau, analyse de gaz...etc.) permettent de diagnostiquer l'état du transformateur à moindre coût.
- ❖ Les transformateurs immergés sont moins bruyants que les secs et provoquent ainsi moins de nuisance sonore.
- ❖ L'huile minérale et particulièrement les huiles minérales naphthéniques, ont une faible viscosité comparée aux autres huiles isolantes pour transformateurs. Ceci permet une bonne évacuation de la chaleur et un démarrage à froid correct, mais aussi une bonne imprégnation des isolants cellulosiques [28].

I.11.2. Inconvénients de l'utilisation et causes du vieillissement

L'un des inconvénients des huiles minérales est leur inflammabilité. En effet, ces huiles possèdent un point éclair relativement bas (entre 140 et 150°C).

Ceci pose alors un problème pour les appareils installés près de la population tels que les transformateurs de traction ou de distribution.

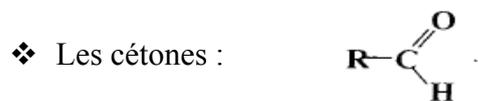
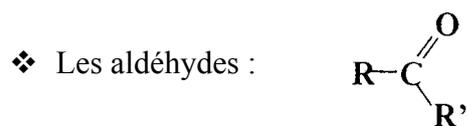
Ce problème est moins important pour les gros transformateurs de puissance qui sont en général installés loin de la population.

Cependant, il reste toujours grave du fait que ces derniers peuvent provoquer d'importants dégâts aux installations qu'ils alimentent : centrale nucléaire, industries et les particuliers.

Les principaux problèmes en rapport avec la toxicité sont liés au fait que certaines molécules polyaromatiques contenues dans les huiles minérales sont classées comme cancérigènes.

Du point de vue écotoxicité, les huiles minérales peuvent être néfastes à l'environnement lorsqu'il y a des fuites au niveau du transformateur, dans le sens où elles sont potentiellement cumulables (bioaccumulation, contamination de la chaîne alimentaire possible).

Cependant, il faut savoir que pendant la durée de vie du transformateur, les huiles s'oxydent et forment des produits secondaires de décomposition qui peuvent être polaires tels que :



Ces corps sont donc capables de lier les ions conducteurs d'électricité et de former des impuretés et des déchets qui freinent la circulation de l'huile par l'augmentation simple de sa viscosité dans le transformateur nuisant ainsi au processus du refroidissement.

Une oxydation encore plus poussée entraîne la formation des acides (R-COOH) capables de décomposer le papier et de provoquer la corrosion du matériel [28].

Conclusion

Évaluée en termes de risques, la nécessité de surveiller les transformateurs en service, est d'une première importance.

Les techniques actuelles les plus puissantes pour évaluer l'état d'un transformateur sont fondées sur l'analyse des différentes propriétés physico-chimiques de l'huile.

En effet, pour assurer la continuité de fonctionnement de l'appareil, l'huile isolante doit avoir les qualités suivantes :

- ❖ Forte rigidité diélectrique ;
- ❖ Stabilité thermique dans une large gamme de température ;
- ❖ Grande pureté, ce qui entraîne une homogénéité et une bonne reproductibilité de la rigidité diélectrique ;
- ❖ Non polaire, ce qui conduit à une faible dissociation d'espèces et conduit à une faible contamination ;
- ❖ Non toxique et biodégradable, et donc conforme aux lois en vigueur sur la protection de l'environnement ;
- ❖ Grand indice d'aromaticité, ce qui lui confère de bonnes propriétés de gassing.

Les différents travaux qui ont été réalisés jusqu'à présent pour étudier la variation des paramètres électriques et physico-chimiques de l'huile de transformateurs ne se sont pas intéressés à leur variation en fonction de la température qui peut varier lors du fonctionnement de l'appareil (disjoncteur, transformateur, etc. ...).

Il n'est pas évident de comprendre ce qui se passe dans l'huile avant de comparer les différents cas d'huile (huile neuve non traitée, huile récente, une huile vieille et une autre ayant subi un déclenchement buckholtz).

Chapitre II

Dispositifs et techniques expérimentales

Introduction

Les essais et les mesures des différents paramètres ont été effectués dans le laboratoire d'essais et contrôle diélectrique du GRTE-SONELGAZ situé à la direction régionale du transport de l'énergie électrique du Hamma - Alger pour une part, et au laboratoire de caractérisation physico chimique du CREDEG-SONELGAZ situé à Ouled Fayet-Alger pour l'autre part. Un travail qualitatif sur les courants de décharges a été effectué au Laboratoire de Haute Tension de l'ENP Alger.

L'huile utilisée est de type naphthénique de couleur blanche et commercialisée par SONATRACH sous le nom de Borak22. Elle est utilisée par la SONELGAZ dans les transformateurs des postes de moyenne et haute tension.

Les tests diélectriques sont mis en œuvre dans l'industrie pour le contrôle de produits, appareils ou équipements d'une très grande diversité. Ils ont pour but soit l'étude des propriétés de tenue aux tensions élevées de matériaux isolants, soit la vérification de la conformité aux normes de sécurité des composants ou équipements électromécaniques et électroniques.

Dans ce chapitre, nous présentons les différentes techniques d'essais et de mesures utilisées dans le but d'étudier les variations des paramètres physico chimiques (résistivité, Facteur de dissipation, permittivité relative, tension de claquage ...) de l'huile en fonction de la variation de la teneur en eau et de la température combinée avec l'effet d'une série de claquages.

Pour la réalisation de cette étude, notre choix est porté sur plusieurs échantillons d'huile de différents niveaux de dégradation, prélevés à partir de transformateurs en service.

II.1. Etude de l'influence de la teneur en eau

Les trois huiles étudiées sont de type naphthéniques (figure II.1) et sont caractérisées dès réception ; elles représentent en cet état l'échantillon témoin zéro. L'huile A est une huile neuve

non traitée, la B est une huile neuve en fonctionnement depuis une année et la C est une huile usagée extraite d'un transformateur après 15 années de fonctionnement. Leurs caractéristiques sont présentées sur le tableau 1. Les mesures de la viscosité (μ) sont effectuées selon la norme ISO 2909 [39], la couleur (Coul) selon la norme NF ISO 2049 [40], l'indice d'acidité (Ia) selon la norme ISO 6618 [41], le point éclair (Pe) selon la norme NFT 60-103 [42] et la teneur en eau (Te) selon la méthode coulométrique de Karl Fischer [43].

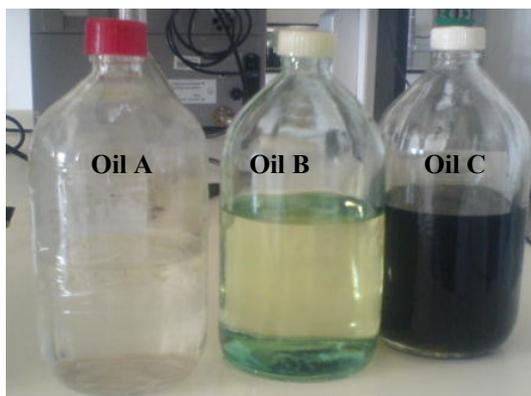


Figure II.1. Echantillons témoins des trois huiles étudiées.

Type d'huile	Te (ppm)	μ (mm ² /s)	Coul	Ia	Pe (°C)
A	14.6	10.387	< 0.5	0.044	139
B	9.5	10.962	0.6	0.039	150.5
C	19.8	10.563	2.8	0.056	141

Tableau II.1. Quelques propriétés physico-chimiques des trois huiles étudiées.

Le but principal étant d'étudier l'influence de la teneur en eau sur les différentes caractéristiques électriques de l'huile ; nous procédons en deux étapes : La première consiste à doper l'huile avec de l'eau distillée pour avoir plusieurs teneurs en eau. La deuxième concerne la mesure des paramètres électriques (rigidité, $\tan \delta$, permittivité et résistivité).

Pour chaque huile, nous avons constitué 9 échantillons, en plus de l'échantillon zéro, contenant chacun un nombre croissant de 1 à 9 gouttes d'eau distillée. Pour bien dissoudre l'eau dans l'huile, nous avons fait barboter et chauffer les échantillons à vitesse et température constante, pendant au moins 25 minutes. Les mesures (teneur en eau, rigidité, $\tan \delta$, permittivité et résistivité) sont effectuées sans laisser reposer l'huile pour éviter la condensation de l'eau et ainsi les erreurs de mesure.

Les mesures de la tension de claquage et des autres paramètres diélectriques des trois huiles sont effectuées dans les mêmes conditions. Elles sont réalisées à température ambiante et sous pression atmosphérique. Elles sont chronologiquement réalisées en trois étapes : La première étape consiste à mesurer la teneur en eau par la méthode coulométrique de Karl Fischer [43]. Dans la deuxième étape, on mesure la tension de claquage à l'aide d'un spintermètre numérique selon la norme CEI 156 [44]. Dans la dernière étape, on mesure les pertes, la permittivité et la résistivité par le diélectromètre 'DTL' selon la norme CEI 247 [45].

La mesure de la teneur en eau est faite directement après le barbotage, et afin de se rapprocher de la valeur la plus juste, nous avons effectué au minimum trois prélèvements dans différents endroits de la bouteille, à cause d'une possible inhomogénéité de la solution. La moyenne des trois mesures est prise en considération. Pour chaque essai, la cellule est rincée trois fois ou plus, pour garder les propriétés de l'huile pour laquelle on veut mesurer les paramètres.

II.2. Etude de la Température et des Décharges

Dans cette partie, nous avons également considéré trois huiles A', B' et C' de différents niveaux de dégradation. Le choix de ces huiles s'est fait sur la base d'une huile en défaut (l'huile C'), ayant subi un déclenchement buckholtz, qui sera comparée le long de ce travail à deux huiles extrêmes : l'une neuve non traitée (l'huile A') et l'autre, l'huile B', encore opérationnelle après trente années de service.

Dès réception, un échantillon zéro est prélevé sur chaque type d'huile pour être caractérisé à travers les mesures de l'indice de couleur (Coul), du point éclair (Pe), de l'indice d'acidité (Ia), de la viscosité (μ) et de la teneur en eau (Te), respectivement en conformité avec les normes ASTM D1500, NFT 60-103, ISO 6618, ISO 2909 et CEI 814. Les résultats sont représentés sur le tableau 2.

Type d'huile	Te (ppm)	μ (mm ² /s)	Coul	Ia	Pe (°C)
A'	58.13	10.102	<0.5	0.028	140.5
B'	17.73	13.501	3.8	0.1008	159
C'	21.5	8.855	1	0.0224	147

Tableau II.2. Propriétés physico-chimiques des trois huiles.

La viscosité cinématique est un paramètre caractérisant l'évacuation de la chaleur. Le vieillissement et l'oxydation de l'huile ont tendance à accroître la viscosité. Cependant, cet effet

n'est pas remarquable aux niveaux de détérioration des huiles considérées. La même constatation est valable pour le point éclair.

Les seuls paramètres mettant en évidence le vieillissement de l'huile sont l'indice d'acidité et la couleur. La teneur en eau est beaucoup plus dépendante des paramètres externes que ceux de l'huile en question. Les valeurs relativement élevées sont essentiellement dues au milieu externe des transformateurs où l'humidité annuelle moyenne est de 80% et la température moyenne variant entre 12 et 25 °C.

Pour chaque type d'huile, six échantillons ont été prélevés; chacun est porté à un degré de température donné, entre 20 et 120 °C durant une période de 1h30mn. Tous les échantillons ont subi une agitation durant l'opération de chauffage sous pression atmosphérique. Pour chaque niveau de température, les paramètres suivants ont été mesurés : teneur en eau, tension de claquage, résistivité (ρ), permittivité relative (ϵ_r) et facteur de dissipation ($\tan \delta$).

La tension de claquage est mesurée conformément aux recommandations de la CEI 156 avec une augmentation de la tension de 2 kV/s. Pour chaque remplissage d'huile, six tests consécutifs sont effectués, avec un repos de 2 min entre deux tests. Les électrodes sont rincées à chaque renouvellement d'huile. La teneur en eau est mesurée juste après ouverture de la cellule après avoir mélangé l'huile à l'aide d'un agitateur. Il est également important de considérer une moyenne de 3 à 4 valeurs correspondant à des prélèvements dans différentes parties de la cellule. L'analyse des gaz dissous est effectuée grâce à un chromatographe en phase gazeuse de type TFGA P200, conformément à la CEI 60 567. Les gaz sont extraits par la technique de "Shake Test".

II.3. Procédure d'échantillonnage

On doit s'assurer que les échantillons sont représentatifs de l'huile isolante dans le matériel. Une mauvaise procédure d'échantillonnage ou l'emploi de récipient d'échantillonnage pollué entraînant des conclusions erronées du point de vue qualité, et une perte de temps, de travail et des dépenses pour obtenir, transporter et analyser correctement l'échantillon.

Il est fortement recommandé de suivre scrupuleusement les procédures et les précautions décrites dans la CEI 60475 [46].

Il est recommandé d'effectuer la prise d'échantillons d'huile présente dans le matériel de préférence en service normal ou le plus rapidement possible après la mise hors tension. Cela est particulièrement nécessaire pour certains types de matériels électriques, tels que les réducteurs de mesure, compte tenu du volume d'huile relativement limité ou de leur conception spécifique.

Les échantillons d'huile (1 ou 2 litres suivant le nombre et le type d'essais requis) sont normalement soutirés à la vanne de prélèvement ou à la vanne de vidange en observant les règles générales suivantes [31] :

- ❖ S'assurer que le prélèvement est effectué par du personnel qualifié.
- ❖ Eviter l'échantillonnage à l'extérieur par temps de pluie, brouillard, chute de neige ou vent violent. Si, l'échantillonnage doit être exécuté dans telles conditions atmosphériques, on prendra des précautions particulières.
- ❖ Utiliser uniquement des récipients propres et secs, tels que des bouteilles en verre ou des bidons métalliques sans soudure. Des récipients en matière plastique peuvent être utilisés à condition d'avoir prouvé qu'ils convenaient. Il convient que les bouteilles en verre transparent soient pourvues de revêtements opaques.
- ❖ Laisser s'écouler une quantité suffisante d'huile afin d'éliminer les agents contaminants éventuellement présents à l'orifice de prélèvement.
- ❖ Rincer les récipients avec l'huile à échantillonner.
- ❖ Remplir les récipients en laissant, si possible, s'écouler le liquide le long des parois du récipient afin d'éviter l'occlusion d'air.
- ❖ S'assurer que chaque récipient est rempli à environ 95% de sa capacité.
- ❖ Après le prélèvement, fermer convenablement la vanne de prélèvement.
- ❖ Etiqueter les échantillons en indiquant, au moins, les informations suivantes [8] :
 - Identification du matériel ;
 - Point d'échantillonnage ;
 - Température de l'huile ;
 - Date d'échantillonnage ;
 - Tension et puissance ;
- ❖ Stocker les échantillons dans un local sombre si les récipients en verre transparent ne sont pas munis d'un revêtement opaque.

II.4. Techniques d'essais et de mesure

Les huiles livrées dans le matériel neuf ou prélevées dans le matériel en service peuvent être soumises à un grand nombre d'essais. Cependant, les essais listés dans le Tableau II.3 sont considérés comme suffisants pour déterminer si oui ou non l'état de l'huile permet la poursuite de l'exploitation ou pour proposer un type d'intervention appropriée.

Propriété	Méthode
Couleur et aspect	ISO 2049/ CEI 296/ASTMD1500
Tension de claquage	CEI 156
Teneur en eau	CEI 814 ou CEI 733/ ASTMD2896
Indice de neutralisation	CEI 296/ ASTMD664
Dépôts et sédiments	ISO 4793
Facteur de dissipation diélectrique et résistivité	CEI 247
* Tension interfaciale	ISO 6295
* Stabilité à l'oxydation	Soit CEI 74, soit CEI 474, soit CEI 813, suivant l'application/ ASTMD2440-99
* Teneur totale en gaz	CEI 567
* Point d'éclair	ISO 2719/ ASTMD93
** Point d'écoulement	ISO 3016
** Masse volumique	ISO 3675/NFT60101
** Viscosité	ISO 3104 ASTMD445
*** Teneur en inhibiteur	CEI 666

* Dans des circonstances particulières seulement.

** N'est pas essentielle, mais peut être utilisée pour l'identification.

*** Limitée aux huiles inhibées.

Tableau II.3. Normes recommandées pour les tests physico-chimiques des huiles de transformateurs.

Les essais réalisés sont effectués à différentes températures. Nous avons commencé à partir de la température ambiante jusqu'à une température de 120°C sous pression atmosphérique. A chaque variation de température, les paramètres cités ci-dessous sont analysés avant et après une série de claquages successifs :

❖ La teneur en eau ;

- ❖ Les propriétés diélectriques ;
- ❖ Tension de claquage ;

D'autres mesures sont effectuées seulement sur l'échantillon 0, telles que :

- ❖ Couleur ;
- ❖ Point éclair (point flash) ;
- ❖ Indice d'acidité ;
- ❖ Viscosité.

II.4.1. Préparation de l'échantillon

Le prélèvement des échantillons d'huile a été effectué conformément aux recommandations de la norme CEI 475.

Les étapes de la procédure citées ci-dessous ont été respectées pour l'échantillonnage des différentes huiles :

- ❖ décontamination et nettoyage des bouteilles ;
 - laver les bouteilles de prélèvement avec un produit de nettoyage ;
 - Rincer avec de l'eau distillée plusieurs fois pour décontaminer des particules ;
 - Mettre les bouteilles de prélèvement dans une étuve pour séchage à 100°C ;
 - Garder les bouteilles de prélèvement fermées ;
- ❖ Mélanger l'huile présente dans la bouteille de prélèvement doucement (pour éviter les bulles gazeuses) afin d'avoir une huile homogène ;
- ❖ Six échantillons ont été préparés pour chaque type d'huile.



Figure II.2. Différents types d'huiles.

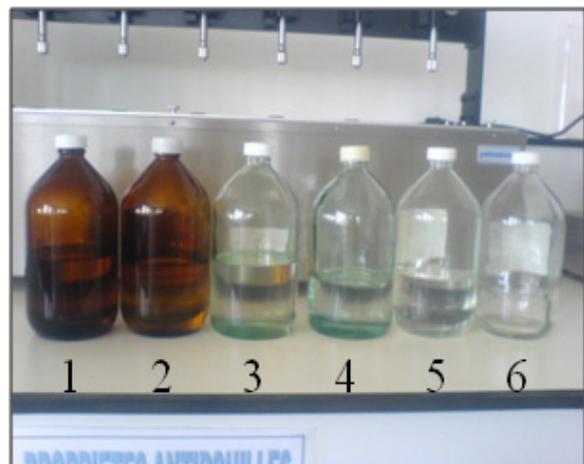


Figure II.3. Préparations des différents échantillons de l'huile minérale.



Figure II.4. Échauffement de l'échantillon.

II.5. Détermination de la tension de claquage ou/et rigidité [44, 47]

II.5.1. Définition et principe

La tension de claquage est importante en tant que mesure de l'aptitude d'une huile à résister aux contraintes électriques.

Une huile sèche et propre est caractérisée par une tension de claquage élevée inhérente. L'eau libre et les particules solides, associées à des teneurs en eau dissoute élevées, ont tendance à migrer vers des régions à fortes contraintes électriques et à réduire sévèrement la tension de claquage.

Par conséquent, la mesure de la tension de claquage sert, en premier lieu, à indiquer la présence d'agents contaminants, tels que l'eau ou les particules conductrices, dont l'une des deux ou d'autres pouvant être présentes avant les essais, donnent de faibles valeurs de la tension de claquage. Cependant, une tension de claquage élevée ne constitue pas un indice formel de l'absence d'agents contaminants.

II.5.2. Appareillage

L'appareil d'essais DTA75 est un équipement de laboratoire pour la détermination de la tension de claquage des isolants liquides. Il est entièrement automatique et l'appareil fonctionne avec une vitesse de montée en tension de 2 kV / s.

Le DTA 75 est composé de :

- ❖ Capot avec un verrouillage de sécurité ;

- ❖ Une cuve avec couvercle porte électrode et une paire d'électrodes de 12.5mm de diamètre dont l'écartement est réglé au moyen de cales d'épaisseur $2.5\text{mm} \pm 0.1\text{mm}$;
- ❖ Affichage du menu et clavier ;
- ❖ Régulateur de tension ;
- ❖ Transformateur élévateur ;
- ❖ Disjoncteur ;
- ❖ Système de limitation d'énergie (résistance) ;
- ❖ Autotransformateur à rapport variable ;



Figure II.5. Appareil de mesure de la tension de claquage.

II.5.3. Mode opératoire

La tension de claquage est la tension atteinte au cours de l'essai au moment où se produit la première étincelle entre électrodes. On effectue six essais consécutifs pour un même remplissage de la cuve du DTA 75, avec un repos de 2 min entre deux essais. A chaque renouvellement de l'huile à essayer, les électrodes sont rincées avec de l'huile du prélèvement.

- ❖ L'huile est prélevée à l'endroit où elle est censée être la plus polluée, à savoir au point le plus bas du récipient qui la contient ;
- ❖ Le récipient contenant l'huile à essayer est remué doucement et retourné plusieurs fois, de façon à assurer une répartition aussi homogène que possible des impuretés contenues dans l'échantillon sans provoquer la formation de bulles d'air ;

- ❖ La température de l'huile doit être la même que celle de l'ambiance $\Delta T = 5^{\circ}\text{C}$;
- ❖ L'opération est effectuée dans un local sec abrité des poussières ;
- ❖ On fait couler l'huile dans la cuve, lentement de façon à éviter la formation de bulle d'air, jusqu'à ce que le niveau d'huile dépasse d'environ 20mm la partie supérieure des électrodes ;
- ❖ On imprime à la cuve, à plusieurs reprises, un léger mouvement de manière à faciliter l'échappement de l'air occlus ;
- ❖ On met en place le couvercle et les essais électriques sont effectués aussitôt, sans laisser reposer l'échantillon dans la cuve.

Remarque

La rigidité diélectrique est la valeur du champ électrique correspondant à cette tension exprimée en kV/cm.

II.6. Détermination de la teneur en eau [43, 47]

II.6.1. Définition et principe

La teneur en eau est mesurée par un appareil numérique, celui-ci est branché à un tube contenant une solution chimique. On injecte un volume d'huile dans ce tube d'essai et on introduit comme donné, le volume d'huile injecté. Après quelques instants, l'appareil (coulomètre) affiche la teneur en eau en p.p.m (en poids ou en volume) après spécification de la densité de l'huile.

La coulométrie est réalisée à intensité constante (titrage coulométrique) ; c'est le type d'analyse de l'eau qui s'effectue dans les huiles isolantes. En effet, pour obtenir une intensité de courant constante jusqu'à la fin de la réaction avec un rendement égal à 100%, il est nécessaire que la concentration de la substance qui réagit à l'électrode ne varie pas sensiblement au cours de l'électrolyse.

Le Principe d'essai est la réaction de l'eau avec une solution d'iode et de dioxyde de soufre (anhydre sulfureux) dans un mélange de pyridine et de méthanol (réactif de K.FSCHER).

II.6.2. Appareillage

L'appareil de mesure de la teneur en eau comporte :

- ❖ Une cellule d'électrolyse séparée par un diaphragme, remplie d'un liquide anolyte (mélange réactif – solvant échantillon) non saturé, et un liquide catholyte (ensemble générateur) réactif anhydre ; elle se compose de :
 - Une anode et une électrode en platine ;
 - Une burette interne remplie d'un liquide catholyte ;
 - Cellule de titrage ;
 - Electrode détectrice ;
 - Câble liant la cellule avec l'interface ;
 - Barreau magnétique pour l'agitateur ;
 - Agitateur électromagnétique ;
- ❖ Interface numérique, avec un afficheur. Une seringue de haute précision pour le dosage.

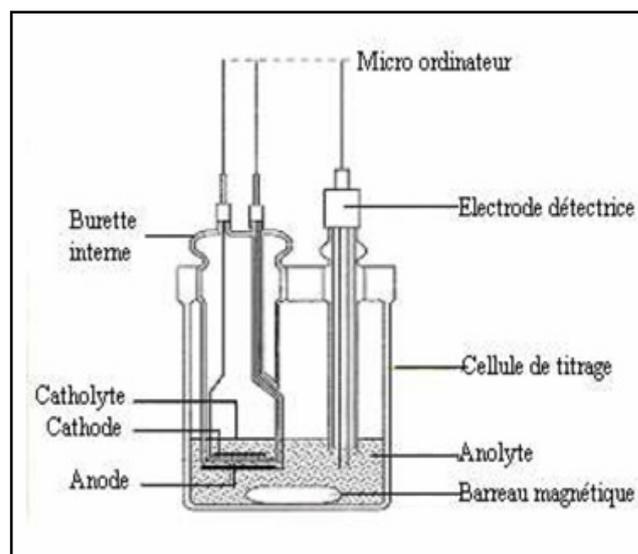


Figure II.6 Appareil de mesure de la teneur en eau. Figure II.7. Cellule de mesure de coulométrie

II.6.3. Mode opératoire

II.6.3.1. Préparation de l'appareil

Tout l'appareillage doit être lavé avec un solvant volatil, miscible à l'eau et mouillant le verre (ex : acétone) sécher pendant 4 heures à 80°C et conserver dans un dessiccateur contenant une substance desséchante.

- ❖ Déposer une fine pellicule de graisse à la partie supérieure du rodage mâle du tube du compartiment cathodique et de l'électrode de détection ;
- ❖ Placer sur le vase le compartiment cathodique en imprimant un mouvement de va et vient

au rodage de façon à égaliser la couche de graisse. Veiller à ce que les fiches d'alimentation soient dirigées vers l'arrière ;

- ❖ Par la tubulure rodée de l'électrode de détection, introduire à l'aide d'un entonnoir 200 ml de solution A. Il est nécessaire d'introduire goutte à goutte en agitant dans le vase à réaction une solution d'iode à 5% dans le méthanol jusqu'à ce que la solution prenne une teinte légèrement brune. Essuyer soigneusement le rodage et placer l'électrode de détection en s'assurant que les fils de platine soient dans un plan parallèle à la face avant de l'agitateur ;
- ❖ Ramener l'interrupteur du coffret sur 0 ;
- ❖ Verser dans le compartiment cathodique 8 ml de solution et ajouter quelques gouttes de solution d'iode. Le niveau du liquide du compartiment cathodique doit être légèrement plus bas que celui du compartiment anodique ;
- ❖ Equiper le tube desséchant de son capuchon à vis muni de son joint et visser l'ensemble à la partie supérieure du compartiment cathodique en serrant fermement mais sans brutalité ;
- ❖ Brancher l'électrode de détection au socle à douilles situé à l'arrière de l'agitateur magnétique ainsi que le cordon à deux douilles au compartiment cathodique en respectant le code des couleurs ;

II.6.3.2. Mesure

- ❖ Appuyer sur la touche DEPART; si la dérive est supérieure à 50 $\mu\text{g}/\text{min}$, l'afficheur demande d'attendre. Lorsque la dérive atteint une valeur stable (l'appareil se stabilise) inférieure à 50 $\mu\text{g} / \text{min}$, un bip sonore se fait entendre et l'indication « prêt à doser » est affiché. Il est alors nécessaire d'appuyer de nouveau sur DEPART pour pouvoir injecter l'échantillon ;
- ❖ L'introduction de l'échantillon; se fait à travers le septum avec une seringue en prenant les précautions suivantes:
 - Utiliser des seringues de haute précision, de volume d'autant plus important que la teneur en eau est faible ;
 - Eliminer toute trace de bulle d'air dans la seringue ;
 - Isoler l'échantillon de l'humidité lors du prélèvement ;
 - Rincer la seringue avec le produit (spécifique à l'appareil) avant l'injection ;

- Injecter le volume total plutôt que partiel d'une seringue.
- ❖ Une valeur croissante de l'eau dosée apparaît sur l'afficheur. Leurs masses sont exprimées au fur et à mesure du dosage en μg puis en mg .
- ❖ La fin du dosage est signalée par un bip sonore et un astérisque qui apparaît à droite de l'afficheur.

La teneur en eau est mesurée avant et après l'application d'une série de claquages, la moyenne de 3 à 4 valeurs est prise.

II.7. Détermination du facteur de dissipation diélectrique $\tan \delta$, de la résistivité ρ et de la permittivité relative ϵ_r [45, 47]

II.7.1.1. Définition et principe

Le facteur de pertes diélectriques ($\tan \delta$) et la permittivité relative (ϵ_r) sont mesurés à l'aide d'un pont de Schering. L'appareil utilisé est de type Dieltest DTL. Les paramètres sont mesurés selon la norme CEI247 et leur détermination est basée sur des mesures de capacités en courant alternatif. La cellule d'essai contenant l'échantillon d'huile est constituée de deux cylindres coaxiaux de distance entre électrodes de 5mm. Les essais sont effectués sous une tension de 2kV, 50Hz, et sous une température variant de 30 °C à 120 °C. La sensibilité peut aller jusqu'à 10^{-6} .

Les mesures de résistivité, s'effectuent quant à elles en courant continu au moyen d'un électromètre avec la même cellule contrairement à la mesure de la $\tan \delta$, qui est effectuée sous une tension alternative. Dans la mesure de la résistivité, on utilise la même cellule que pour la mesure de $\tan \delta$, seulement la mesure se fait en courant continu. L'appareil applique une tension de 250 V pendant 60 s par un courant continu aux électrodes séparées par une distance $e = 1 \text{ mm}$, et le courant de fuite (pertes) est mesuré à travers l'huile isolante ; on mesure U et I.

II.7.1.2. Appareillage

Les éléments de base de l'appareil sont les suivant :

- ❖ Couvercle de protection ;
- ❖ Contacts de sécurité ;
- ❖ Poignée de transport ;
- ❖ cellule de mesure MC2A ;
- ❖ Vis de réglage tension d'essai continue ;

- ❖ Vis de réglage tension d'essai alternative ;
- ❖ Afficheur à deux lignes ;
- ❖ Imprimante matricielle ;
- ❖ Clavier.
- ❖ **Pont de mesure**
 - plage de tension de 0 à 2000 V ;
 - courant varie de 0.5 à 1 A ;
 - $\text{tg } \delta$ de 7×10^{-4} à 10 ;
 - Régulateur de température ;
 - La cellule de mesure ;
 - Bain thermostatique (150 °C max).



Figure II.8. Appareil de mesure de $\tan \delta$, ϵ_r et ρ .

II.7.1.3. Préparation de la cellule

- ❖ La cellule doit être nettoyée avec un ou plusieurs solvants appropriés (ex : éther de pétrole, n-heptane, toluène qui conviennent pour les huiles à base d'hydrocarbures). Lorsque les cellules sont utilisées pour l'essai de certains types de fluides isolants, il peut être nécessaire de nettoyer la surface des électrodes de la cellule avec un détergent

modérément abrasif et de l'eau, car l'usage seul de solvant ne permet pas toujours l'élimination des produits de contamination ;

- ❖ La cellule doit être démontée complètement et toutes les pièces parfaitement nettoyées, avec les solvants choisis, par un procédé de lavages répétés avec agitation dans des quantités renouvelées de solvant. Toutes les pièces doivent être égouttées et placées dans une étuve exempte de souillures à 110°C environ pendant 30 min ;
- ❖ Les pièces doivent être laissées refroidir jusqu'à atteindre une température supérieure de quelques degrés à la température ambiante pour être alors assemblées de nouveau ;

A tous les stades du nettoyage les pièces doivent être manipulées avec des pincettes propres de façon qu'aucune surface active interne ne soit touchée avec les mains.

II.7.1.4. Mode opératoire

- ❖ La cellule doit être remplie avec 40 cl d'huile, laissée au repos quelques minutes. Vider et remplir à nouveau. Le support isolant ne doit pas être mouillé par le liquide ;
- ❖ Chauffer la prise d'échantillon à 90 °C ensuite procéder à la mesure du $\tan \delta$ par la méthode de zéro ;
- ❖ La cellule est remplie avec l'échantillon d'huile et placée dans une enceinte chauffée à la température désirée.

Note :

- ❖ Le liquide devra atteindre la température désirée dans un délai de 1 heure ;
- ❖ La méthode de zéro est utilisée jusqu'à des fréquences de l'ordre de 50 Hz ;
- ❖ Commencer les mesures 10 min après le remplissage de la cellule.

II.8. Analyse des gaz dissous dans l'huile [47, 48]

La troisième partie de ce travail est consacrée à l'analyse des gaz dissous dans la même huile que celle étudiée précédemment. Afin d'établir un bilan énergétique et faire la séparation entre les décharges de faible énergie et celles de forte énergie (de type arc), deux séries de décharges électriques ont été appliquées à l'huile sur un dispositif susceptible de générer des décharges de différents niveaux d'énergie (Figure II.9). La première série est constituée de 38 décharges de type luminescentes. La seconde série concerne 4 décharges de type 'arc' de 10mJ sous une tension moyenne de 73 kV.

Ce dispositif est constitué d'une cellule de 330ml, un transfo de haute tension (220V/100kV - 5kVA - 50 Hz) et un oscilloscope numérique à mémoire (Tektronix - 100MHz de bande passante) afin d'enregistrer les signaux de courant. Le courant est mesuré à travers une résistance non inductive R_2 de 50 Ω connectée en série avec la cellule d'essai.

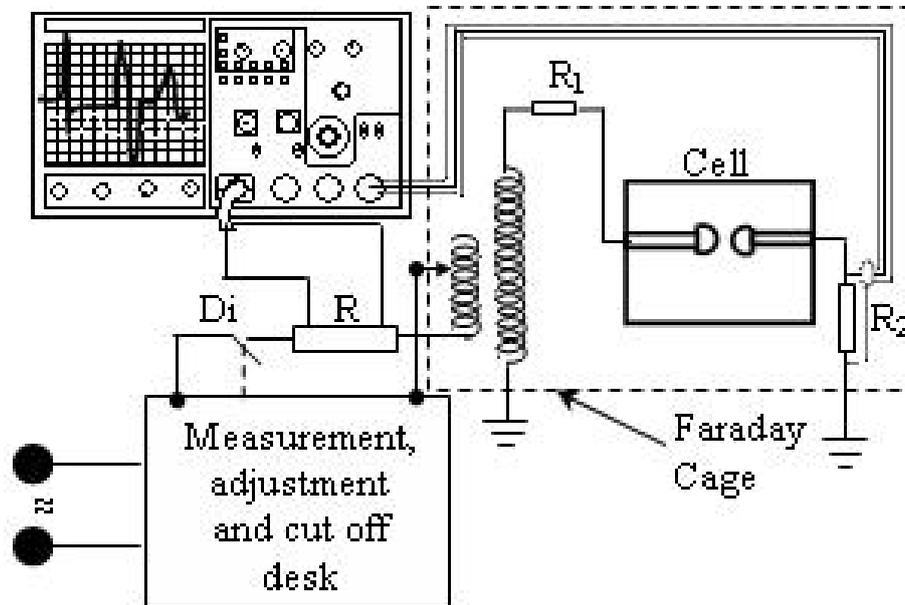


Figure II.9. Dispositif expérimental

Les essais de claquage ont été menés conformément à la CEI 156/195-02 sur l'huile dont les caractéristiques initiales sont données dans le tableau II.4. L'analyse des gaz dissous est effectuée par chromatographie en phase gazeuse (TFGA-P200 DGA Plotting type) conformément à la CEI 60 567 [48].

L'interprétation des résultats est essentiellement basée sur le calcul des rapports des gaz dissous conformément à la CEI 60599 et la IEEE Std C57.104-1991.[17]

Teneur en eau (ppm)	Rigidité diélectrique (kV)	Facteur de dissipation	Résistivité $\times 10^9$ [Ωm]	Densité kg/dm^3
9,5	73 ± 6	0.00368	192.4	0.887

Permittivité ϵ_r	Indice de couleur	Indice d'acidité	Point éclair ($^{\circ}\text{C}$)
2.15	< 0.5	0.039	150.5

Tableau II.4. Valeurs moyennes des caractéristiques de l'huile.

II.9. Chromatographie en phase gazeuse

II.9.1. Définition et principe

Pour la détermination de la nature et la teneur des gaz dissous, la méthode de chromatographie est souvent utilisée. Elle représente l'ensemble des procédés applicables à des mélanges moléculaires ou ioniques, basés sur des différences de distribution de solutés.

II.9.2. Echantillonnage de l'huile

Il faut prélever et transporter l'échantillon de telle manière que le gaz dissous dans l'huile ne subit aucune modification, ou bien seulement des modifications que l'on sache évaluer. Il est recommandé d'utiliser des récipients opaques en verre ou en métal. Mieux encore, la méthode de prélèvement par seringue étanche convient quel que soit le mode de transport des échantillons.

La sélection du point de prélèvement des échantillons doit faire l'objet d'un soin particulier. Normalement, l'échantillon sera prélevé en un point où il est représentatif de l'ensemble du matériel et en dehors des points où des modifications de composition peuvent exister.

Il convient de prélever des échantillons lorsque le matériel est en fonctionnement normal, cela est important pour déterminer la vitesse de formation des gaz.

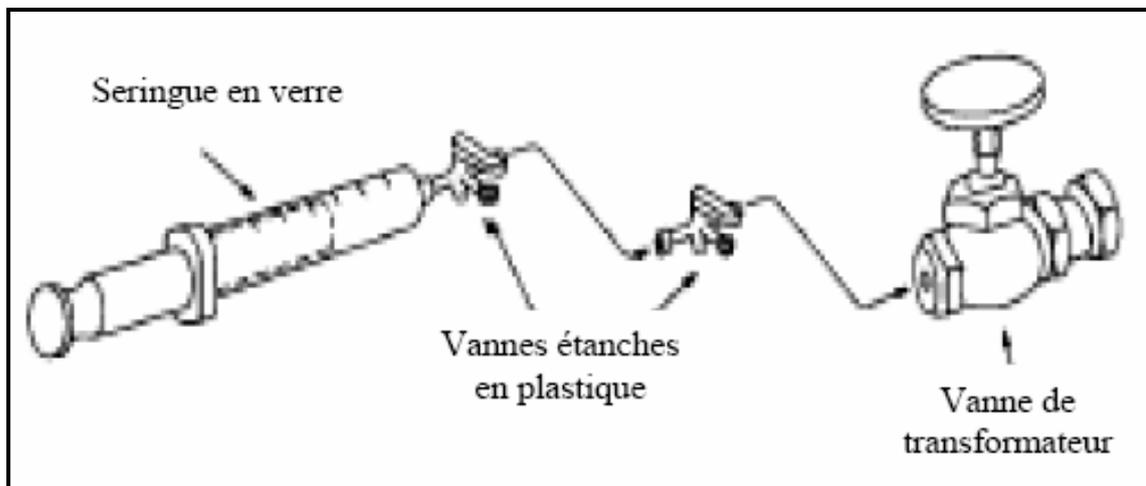


Figure II.10. Échantillonnage de l'huile par seringue

II.9.3. Appareillage

- ❖ Des colonnes en métal ou en plastique ;
- ❖ Des détecteurs à cathomètre, à ionisation de flammes, à capture d'électrons,

spectrographie de masse ;

- ❖ Un four à bain d'air ;
- ❖ Alimentation en gaz vecteur ;
- ❖ Systèmes d'injection.

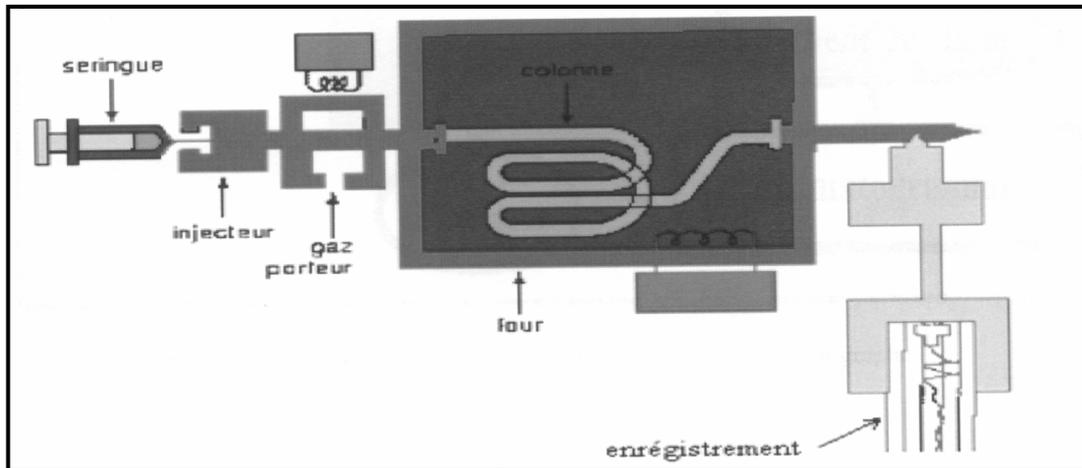


Figure II.11. Schéma de principe d'un appareil de chromatographie en phase gazeuse

II.9.4. Mode opératoire

On prend un échantillon de 100 ml d'huile isolante à injecter à température ambiante collectée au moyen de la seringue. Après démarrage de l'appareil, on vérifie les paramètres et laisse l'analyseur se stabiliser pendant 45 min puis calibre en utilisant un gaz étalon CALCAZ [25]. Les opérations suivantes sont ensuite effectuées :

- ❖ Préparer un échantillon en mélangeant l'huile avec l'air exempt de CO_2 et agiter vigoureusement la seringue pour extraire le gaz de défaut ;
- ❖ Positionner la seringue SHAKE TEST sur le support de l'appareil ;
- ❖ Démarrage du test par ordinateur. Les relevés de chaque gaz de défaut sont obtenus sous 120 secondes ;
- ❖ L'interprétation des analyses des gaz dissous.

Conclusion

Ce chapitre nous a permis de présenter de manière explicite les modes de fonctionnement des différents dispositifs expérimentaux ainsi que les techniques d'essais et de mesure nécessaires pour étudier les paramètres physico-chimiques de différents types d'huiles. Pour la fiabilité des analyses, elles ont été menées selon les normes internationales. Nous nous sommes également efforcés de mener l'analyse des gaz dissous en respect avec les procédés homologués.

Les analyses physico-chimiques et l'analyse des gaz dissous dans l'huile permettent non seulement d'évaluer l'état général de l'huile, mais aussi de déceler la cause d'une dégradation ou l'origine d'un agent contaminant et, dès lors, de prendre la mesure appropriée pour assurer la sûreté de fonctionnement du matériel.

Chapitre III

Etude de l'influence de la teneur en eau et des décharges électriques sur les caractéristiques physicochimiques de l'huile

Introduction

La dégradation de l'huile minérale en service est due aux conditions d'utilisation.

En plus des produits d'oxydation, d'autres agents contaminants tel que l'eau peuvent apparaître dans l'huile en service et altérer ses propriétés. La présence de ces agents contaminants et de tout produit de dégradation de l'huile se traduit par la modification d'une ou de plusieurs propriétés [1-6]. Pour une utilisation optimale de ces huiles minérales, il est indispensable de connaître leurs caractéristiques physico-chimiques et électriques [4,5].

Ainsi, ce travail a pour but d'étudier les propriétés et le comportement d'une huile minérale neuve sans traitement au préalable, contenant en son sein une quantité d'eau dissoute supérieur à celle tolérée par les normes, lorsqu'elle est soumise à des séries de décharges de niveau d'énergie constant. Il concerne les variations de la tension de claquage, de la permittivité relative ϵ_r , le facteur de dissipation $\tan \delta$ et la résistivité ρ en fonction du nombre de décharges.

III.1 Décharges électriques

III.1.1. Tensions de décharge

La tension de claquage est l'élément de base pour apprécier de manière rapide l'état d'évolution d'un isolant liquide. C'est le premier diagnostic. La figure III.1 présente les variations chronologiques de la tension de décharge pour les 240 décharges appliquées à l'huile non traitée dans un système d'électrodes hémisphériques séparées d'un intervalle de 2,5mm, conformément

aux recommandations de la norme CEI 156. Les rigidités ainsi mesurées sont largement en deçà de la valeur limite de 50 kV généralement admise par les normes.

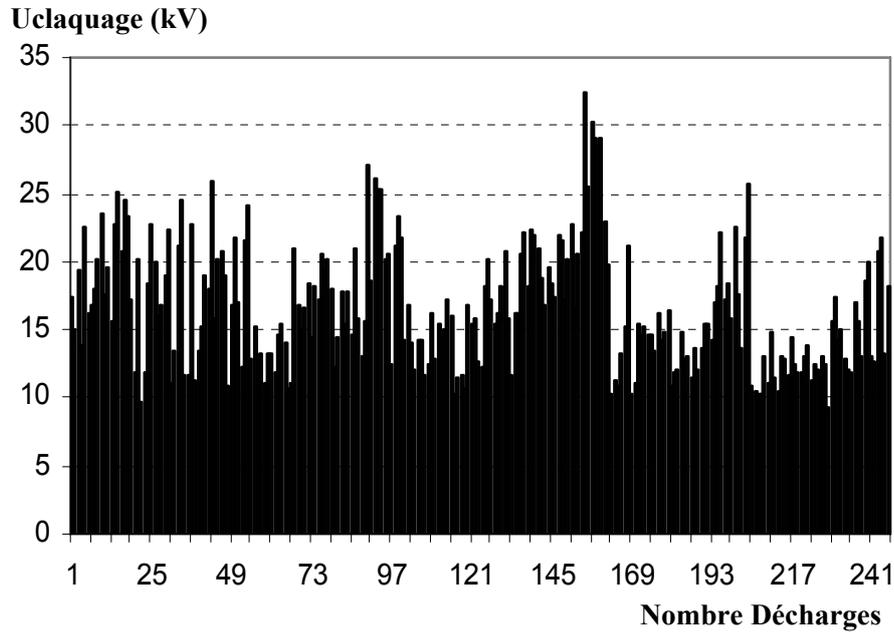


Figure III.1. Chronologie des tensions de décharge en fonction du nombre de claquages

La figure III.2 présente les variations de la tension moyenne de claquage de l'huile et l'écart type des valeurs des séries de mesures en fonction du nombre de claquages.

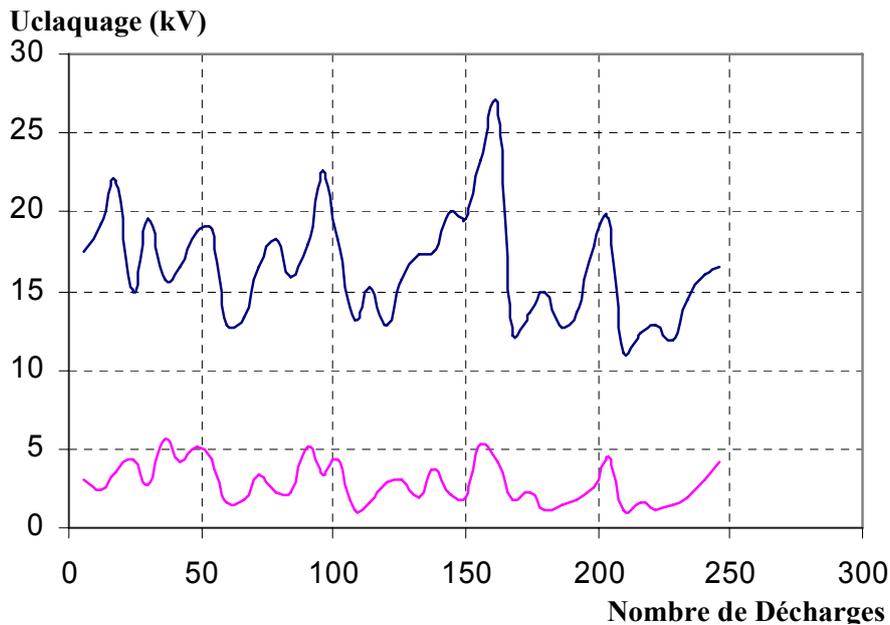


Figure III.2. Tension de claquage moyenne (haut) [kV] et écart type (bas) en fonction du nombre de claquages

Chaque valeur représente la moyenne d'une série de 6 décharges successives, en éliminant le résultat de la première décharge. Le nombre de décharges par rapport au volume du liquide et à l'énergie de ces décharges n'est pas suffisant pour se prononcer sur l'évolution de la qualité isolante de l'huile.

III.1.2. Variations du facteur de dissipation $\text{Tan } \delta$.

Les variations du facteur de dissipation sont plus indicatrices de l'évolution de l'état du liquide après les séries de claquages endurées par l'huile. On observe (figure III.3) une tendance à l'augmentation. Cette caractéristique est intrinsèque au liquide ; elle dénote d'une certaine détérioration moléculaire du liquide, ce qui signifie que la faible énergie relative appliquée à l'huile étudiée est suffisante pour provoquer une détérioration des molécules de l'huile et créer des fragments rendant l'angle de pertes plus important. Cette détérioration à elle seule n'engendre pas forcément une dégradation des propriétés isolantes et réfrigérantes de l'huile. Car les décharges de ce niveau provoquent seulement une vaporisation des traces d'eau dissoutes dans l'huile [49].

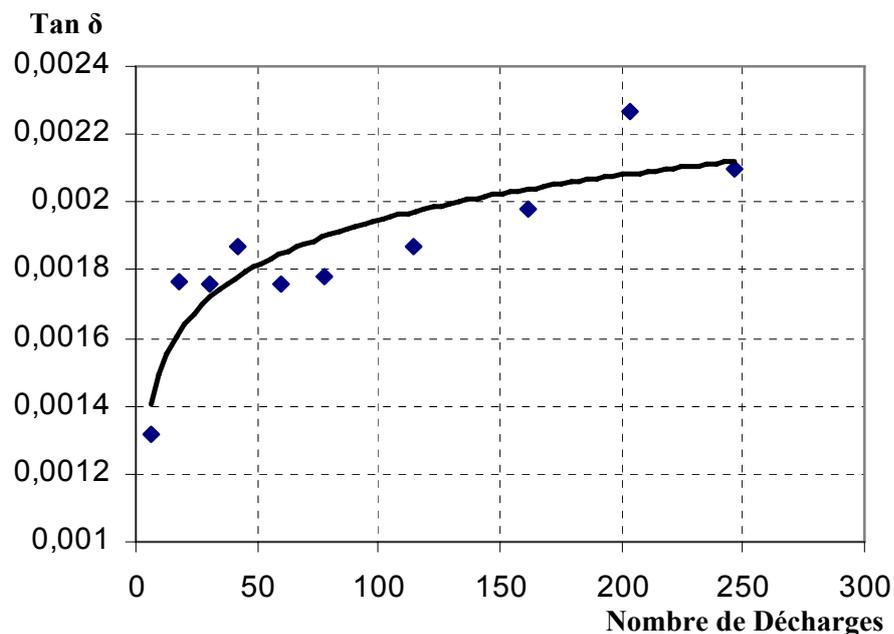


Figure III.3. Variations de l'angle de pertes $\text{Tan } \delta$ en fonction du nombre de décharges

III.1.3. Variations de la permittivité relative ϵ_r .

A l'image de facteur de dissipation l'angle, la permittivité relative est aussi une caractéristique intrinsèque au liquide. Elle traduit l'état de polarisation des molécules à travers leur état capacitif. Cette caractéristique est moins expressive que la précédente. La figure III.4 montre les variations de la permittivité relative en fonction du nombre de décharges. Elles sont quasiment

constantes après 240 décharges. Il est possible de rendre cette caractéristique plus sensible en observant sa variation en fonction de la fréquence.

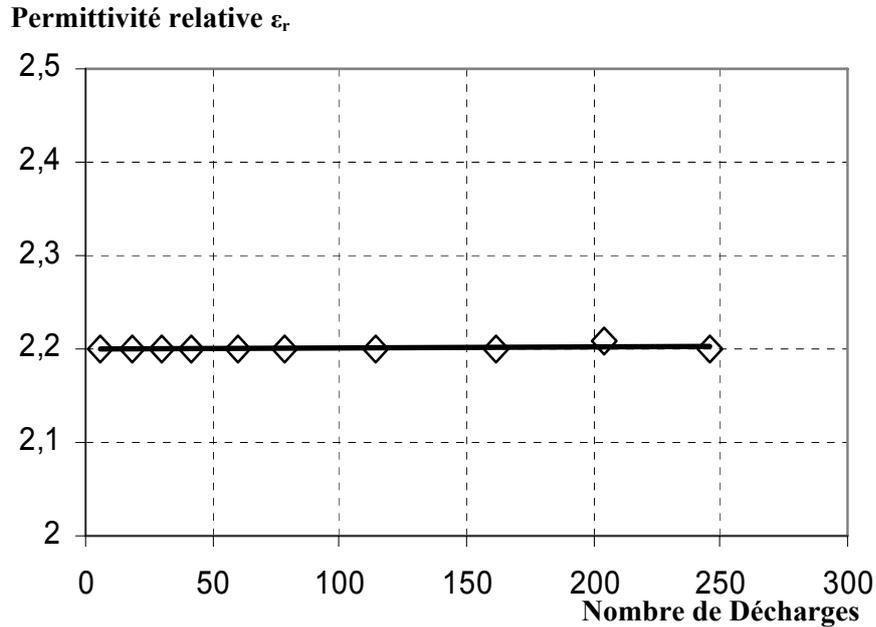


Figure III.4. Permittivité ϵ_r en fonction du nombre de claquages

III.1.4. Variations de la Résistivité

La résistivité dépend de l'aspect moléculaire et des particules préexistantes dans cette huile, surtout si elles sont de nature conductrice. Les variations présentées sur la figure III.5 montrent également une tendance à la diminution de la résistivité au fur des claquages.

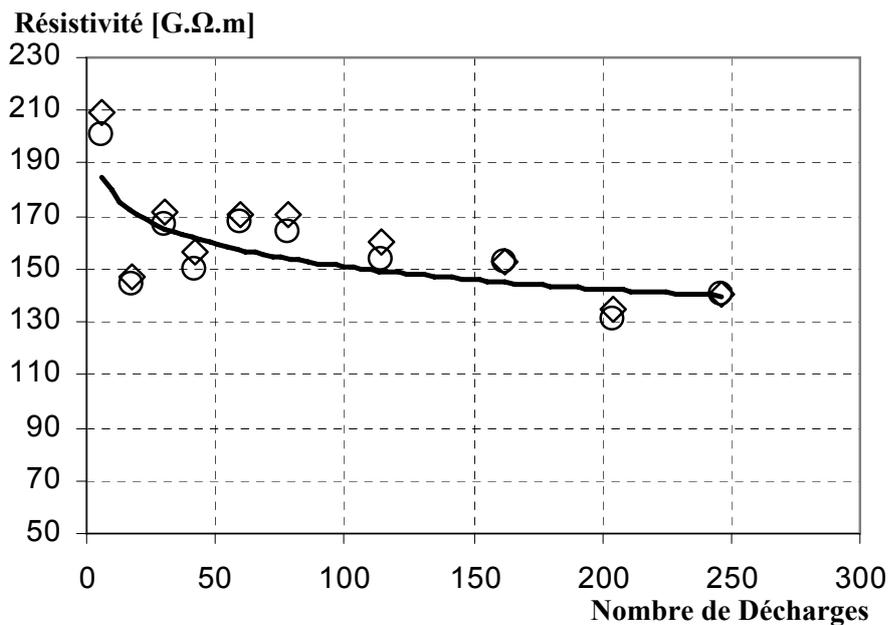


Figure III.5. Résistivité Max et min [G. Ω .m] en fonction du nombre de décharges.

Ceci est aussi un élément suggérant la dégradation moléculaire du liquide suite aux décharges du niveau d'énergie appliqué. L'appareillage utilisé pour la mesure de ce paramètre effectue un certain nombre de mesures et délivre les valeurs max et min. Elles sont représentées dans la figure III.5 et ne présentent pas d'écarts significatifs.

III.1.5. Variations de la teneur en eau.

La figure III.6 exprime les variations de la teneur en eau en fonction du nombre de décharges subies par l'huile étudiée. Elle présente une tendance à la diminution au fil des décharges. Ceci signifie que les décharges appliquées provoquent également, en plus des effets que nous avons discutés précédemment, une vaporisation des traces d'eau présentes dans la zone où la décharge a lieu.

Les mesures effectuées présentent cependant une allure fluctuée du fait que seule une infime partie du liquide est prélevée pour la mesure ; sachant qu'après une série de décharges, cela engendre des zones inhomogènes dans l'ensemble du liquide, malgré l'agitation imposée au liquide durant les essais. Cependant, les différentes approximations : linéaire, logarithmique, exponentielle, puissance et moyenne mobile mettent en évidence une tendance à la diminution de la teneur en eau au fil des décharges.

Il est possible d'observer une diminution de l'ordre de 5 ppm à la suite de 250 décharges. Si la relation est supposée linéaire, cela nous permettra d'avancer le chiffre de 1000 décharges du niveau d'énergie de celles que nous avons appliquées pour aboutir à un niveau de teneur en eau de 15 ppm, donné comme limite satisfaisante par les normes en vigueur.

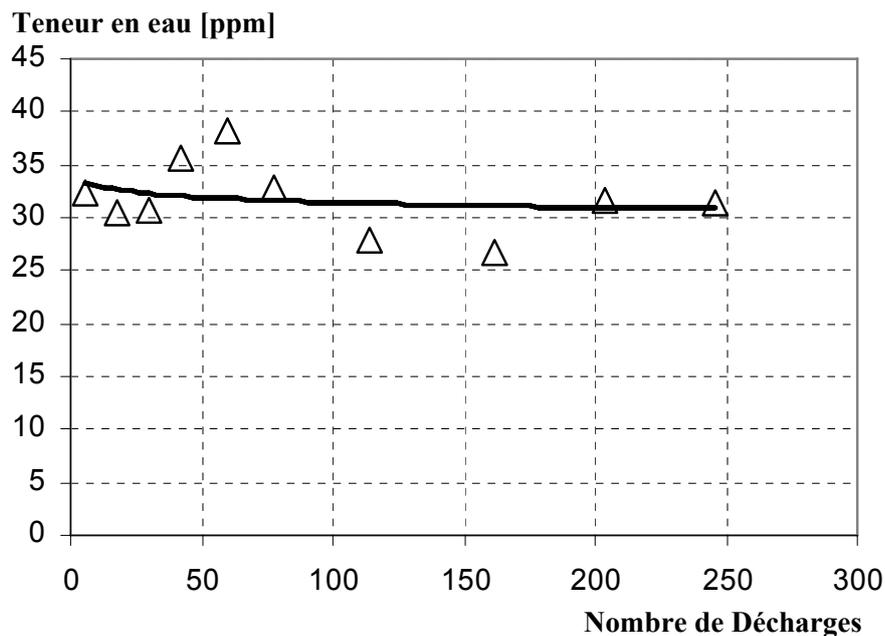


Figure III.6. Teneur en eau [ppm] en fonction du nombre de décharges.

III.2 Influence de la teneur en eau sur les propriétés de l'huile

Trois huiles naphthéniques ont été étudiées dans cette partie. L'huile A est neuve non traitée, la B et la C sont respectivement vieilles d'une année et de 15 ans.

III.2.1. Tension de claquage

La tension de claquage est l'élément de base pour juger l'état de l'huile minérale. La figure III.7 représente la variation de la tension de claquage en fonction de la teneur en eau (T_e). Pour chaque valeur de teneur en eau mesurée en ppm coïncide une valeur moyenne mesurée en kV de la tension de claquage qui est obtenue à la suite d'une série de 6 décharges successives conformément aux recommandations de la CEI 156.

Pour les trois liquides, la rigidité représente la caractéristique la plus explicite quant à l'influence de la teneur en eau sur la qualité diélectrique de l'huile, quelque soit sa qualité d'origine : neuve traitée, non traitée ou usagée. Elle diminue de manière nette, rendant l'huile non conforme après avoir dépassé la dizaine de ppm d'eau dans l'huile.

Cette limite est en accord avec les normes et les caractéristiques des constructeurs. La teneur en eau dégrade de la même manière l'huile quelque soit son état d'origine. La tension de claquage descend à environ 25 kV pour une huile contenant 50 ppm d'eau et à 10 kV lorsqu'elle contient 100 ppm.

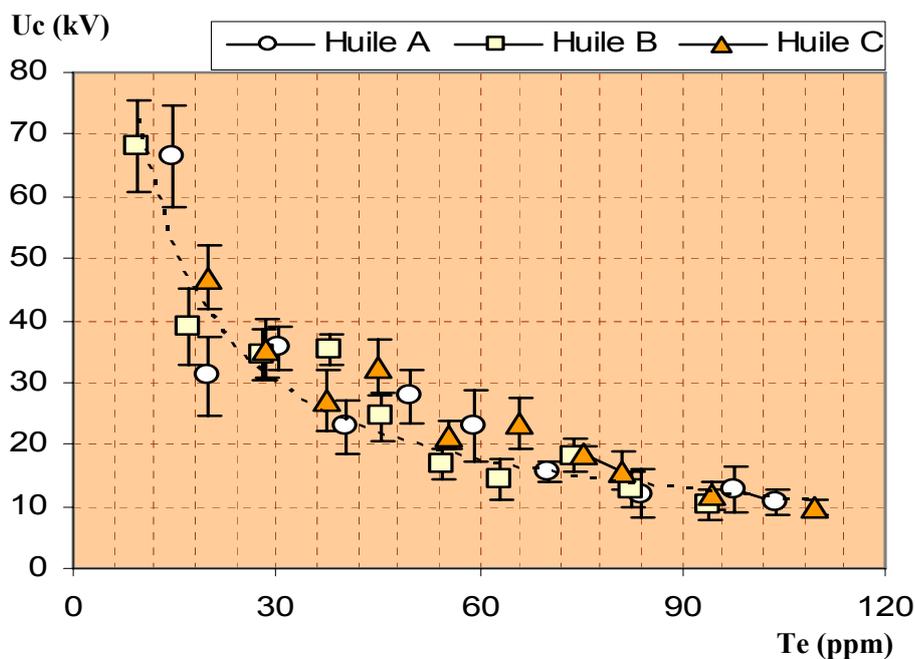


Figure III.7. Variations de la tension de claquage U_c en fonction de la teneur en eau T_e pour les huiles A, B et C

La rigidité au point 0 des deux premières huiles A et B est presque la même ; elle se situe autour d'une moyenne de 65 kV. Cela signifie que l'huile étudiée présente une bonne tenue diélectrique jusqu'à une concentration d'eau de 15 ppm nettement supérieure aux 10 ppm fixés par les normes. L'huile C présente par contre une mauvaise rigidité (45 kV au point 0) malgré la modeste valeur relative de sa teneur en eau, ce qui suggère que cette dernière n'est pas le seul paramètre décisif quant à la rigidité d'une huile.

III.2.2. $\tan \delta$ en fonction de la teneur en eau

La variation du facteur de pertes diélectriques est l'un des éléments qui nous renseigne sur l'état de l'huile minérale. Les mesures effectuées sur la variation du facteur de pertes ($\tan \delta$) en fonction de la teneur en eau de l'huile sont présentées dans la figure III.8.

Les grandeurs de $\tan \delta$ sont différentes d'une huile à l'autre. Nous avons mesuré des valeurs variant entre $(0,5 \text{ et } 2) \cdot 10^{-3}$ pour l'huile A, entre $(1,5 \text{ et } 3,5) \cdot 10^{-3}$ pour l'huile B et entre $(5 \text{ et } 9,5) \cdot 10^{-3}$ pour l'huile C.

Pour une huile donnée, le facteur de pertes diélectriques $\tan \delta$ est l'un des facteurs qui présente le moins de sensibilité à la teneur en eau. Il y a cependant une certaine sensibilité pour l'huile usagée dont les variations sont difficiles à interpréter.

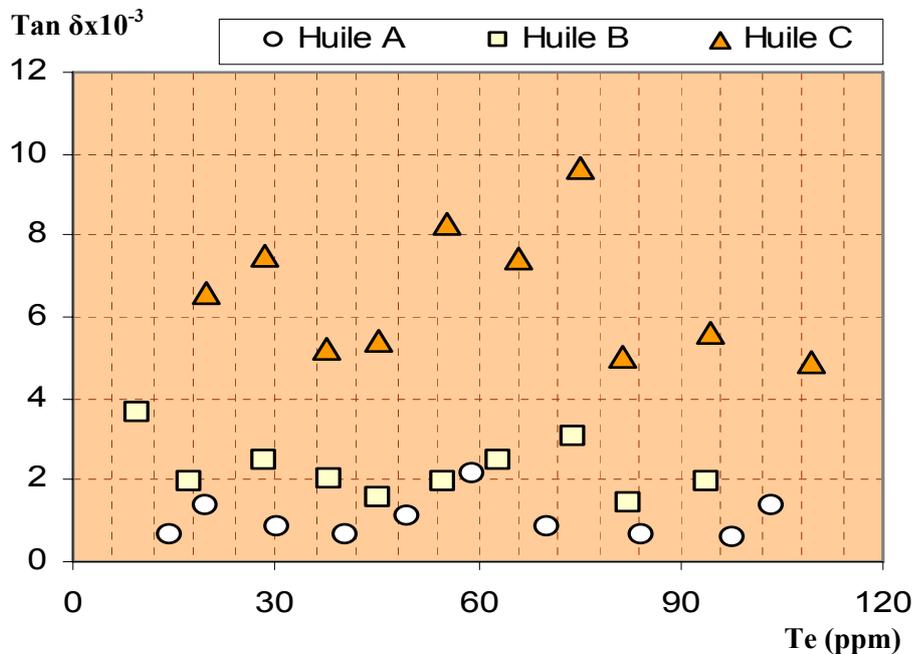


Figure III.8. Influence de la teneur en eau sur le facteur de pertes diélectriques ($\tan \delta$) pour les huiles A, B et C

III.2.3. La résistivité en fonction de la teneur en eau

La résistivité de l'huile dépend de l'aspect moléculaire et des particules existantes dans le liquide. La figure III.9 représente les variations de la valeur moyenne de la résistivité ρ en fonction de la teneur en eau pour les trois huiles étudiées.

Les valeurs de la résistivité sont différentes d'une huile à l'autre. L'huile A présente une valeur moyenne de $350.10^9 \Omega.m$. Celle de l'huile B se situe autour de $150.10^9 \Omega.m$ alors que l'huile C présente une valeur moyenne de $70.10^9 \Omega.m$.

Pour une huile donnée, la résistivité par rapport à la teneur en eau présente les variations les plus inattendues car elle présente globalement une tendance à l'augmentation avec la teneur en eau.

Cette tendance est marquée par le passage par un point minimum. Ces résultats dénotent de la mauvaise miscibilité de l'eau distillée dans l'huile minérale naphthénique, malgré les longues phases d'agitation appliquées au mélange. Comme les mesures de la résistivité demandent une période relativement élevée, les particules d'eau auront le temps de se décanter et descendre vers le fond, redonnant à l'échantillon de mesure ses propriétés initiales, c'est à dire celle de l'état zéro. Le minimum de résistivité relevé pour chaque type d'huile pourrait correspondre à une plage de miscibilité de l'eau dans l'huile. Elle est de l'ordre de 20 ppm pour l'huile A, 25 ppm pour l'huile B et 40 ppm pour l'huile C.

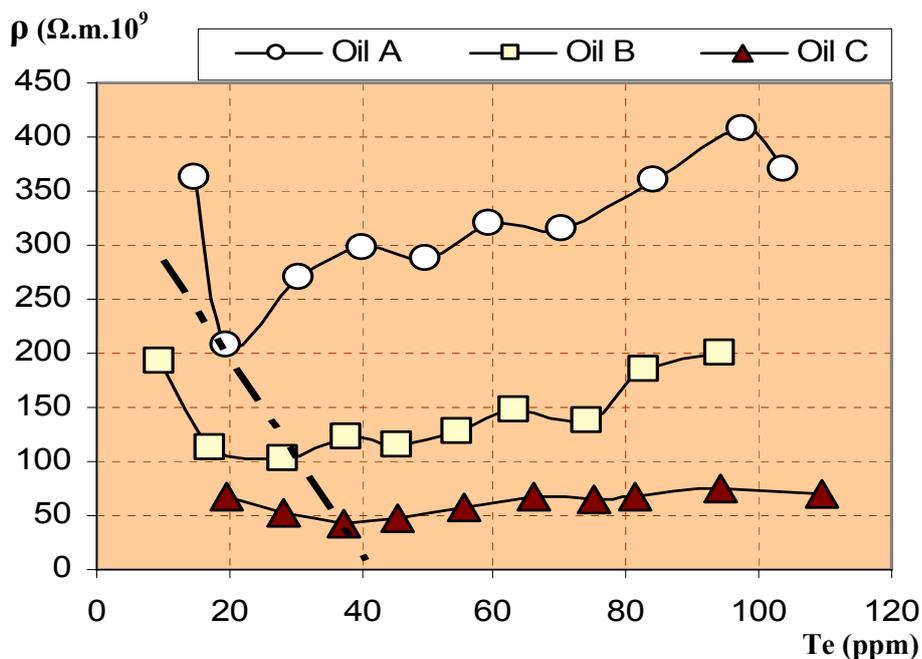


Figure III.9. Variations de la résistivité en fonction de la teneur en eau pour les huiles A, B et C.

III.2.4. Permittivité en fonction de la teneur en eau

La permittivité relative dépend de la structure interne de l'huile et possède un lien avec la polarité entre les molécules. La figure III.10 présente les variations de la permittivité ϵ_r de l'huile en fonction de la teneur en eau.

Elle représente l'une des caractéristiques intrinsèques de l'huile les plus difficiles à altérer. Malgré l'état de dégradation avancé de l'huile de type C, sa permittivité est peu différente de celle d'une huile neuve (l'huile B). Elle reste également inchangée avec des teneurs en eau allant jusqu'à 100 ppm. Ce résultat signifie que l'ajout de quantités d'eau à l'huile n'agit pas sur les propriétés microscopiques propres de l'huile ; il agit plutôt sur ses propriétés macroscopiques.

Les valeurs relativement petites de la permittivité mesurées dans l'huile A pourraient être dues à la présence de particules d'eau de très petites dimensions ou de particules solides dans l'huile non traitée. Il est possible que la permittivité puisse montrer une certaine sensibilité en étudiant ses deux composantes séparément ($\epsilon_r = \epsilon_r' - j.\epsilon_r''$) ou en effectuant des mesures à des fréquences variables.

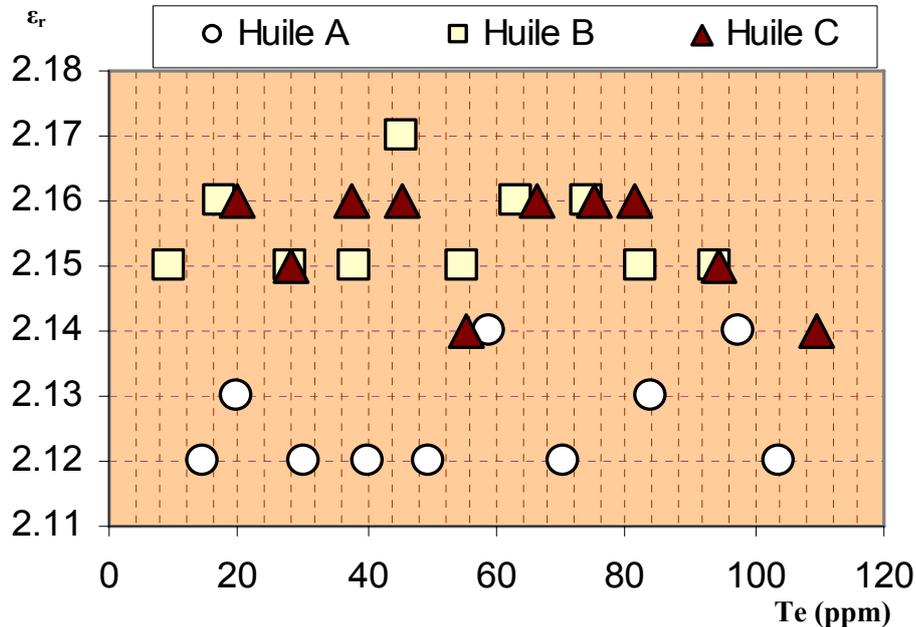


Figure III.10. Variations de la permittivité relative en fonction de la teneur en eau pour les trois huiles.

III.1.6. Variations de la tension de claquage en fonction de la teneur en eau.

Afin d'apprécier l'influence de la teneur en eau seule sur les propriétés de l'huile, notamment la tension de claquage, nous avons reporté sur la figure III.11 ces variations pour la même huile mais prélevée à des intervalles de temps bien définis à partir d'un cas réel d'un transformateur (60/30 kV ; 25 MVA ; refroidissement : ONAN-ONAF) en défaut subissant des traitements après chaque prélèvement, si cela s'avère nécessaire. Afin de quantifier la différence entre ces variations et les valeurs moyennes de celles obtenues sur le même type d'huile dopée au laboratoire, nous les présentons sur la même figure.

Il apparaît que la rigidité diélectrique de l'huile est sévèrement réduite par l'augmentation de la teneur en eau. Elle varie selon une fonction de type : $U_c = 590.t_e^{-0,8}$, où U_c est la tension de claquage et t_e la teneur en eau.

Les opérations de prélèvement et de traitement ont été effectuées entre le 13 juin 2006 et le 23 septembre de la même année avec des intervalles de temps variant entre 2 et 20 jours en fonction des résultats des mesures.

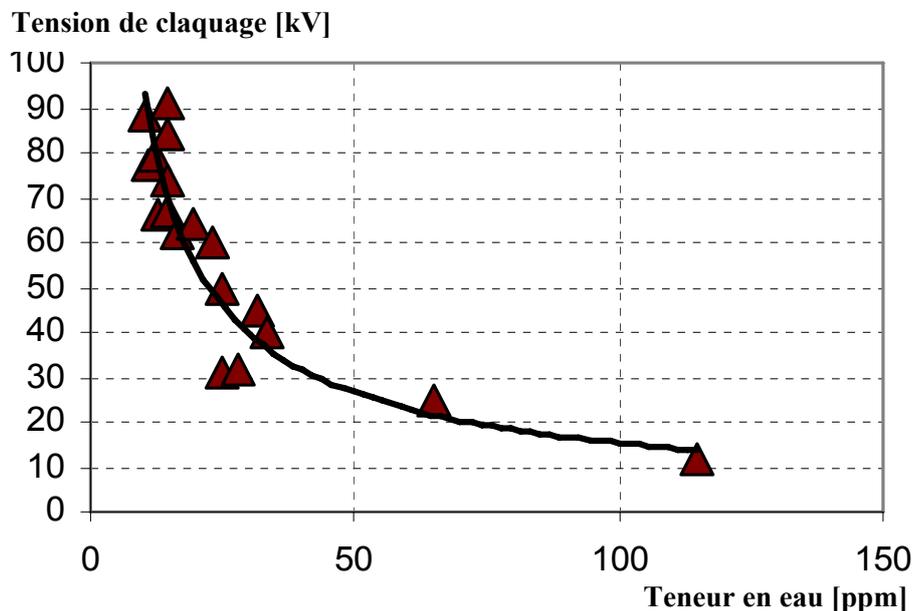


Figure III.11. Tension de claquage en fonction de la teneur en eau pour une huile du même type que celle étudiée mais prélevée à des intervalles de temps sur un transfo en fonctionnement. En trait continu : la valeur moyenne des mesures obtenues sur l'huile dopée au laboratoire.

La figure III.12 montre les variations de la tension de claquage et de la teneur en eau en fonction de la chronologie des prélèvements et traitements, du premier au 110ème jour. Il faut signaler que certains prélèvements et traitements ont été effectués à l'arrêt du transformateur.

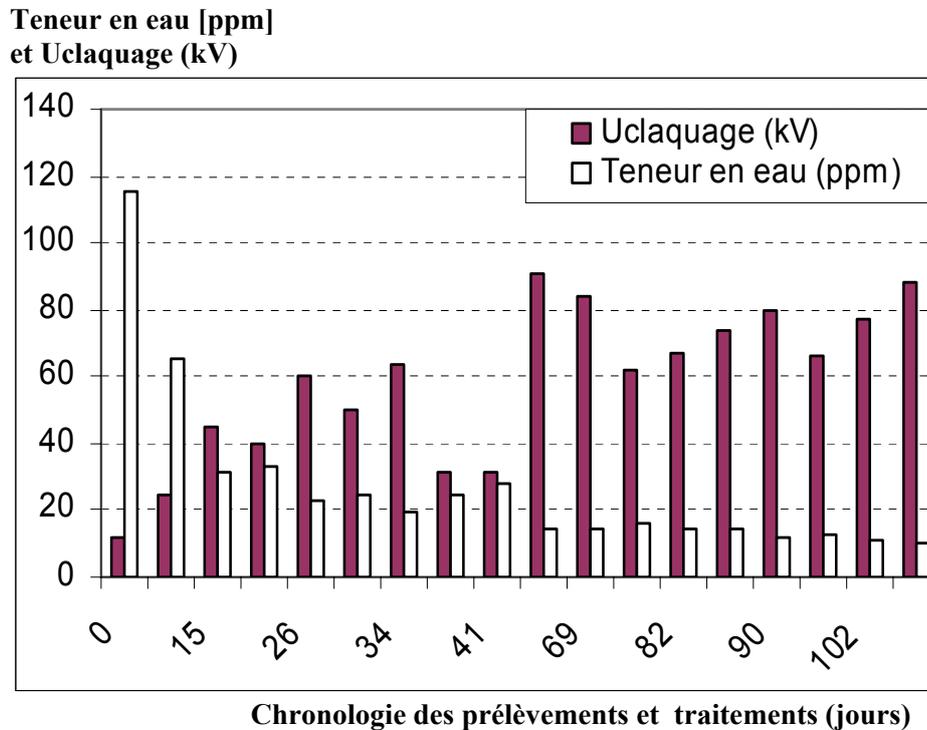


Figure III.12. Tension de claquage et teneur en eau en fonction du temps de retard au traitement pour une huile prélevée d'un transfo en défaut.

La mise à l'arrêt a été imposée par la difficulté de ramener l'huile à des niveaux de rigidité acceptables. Il y a lieu de discuter les conditions de cette mise à l'arrêt et les intervalles choisis entre opérations de prélèvement/traitement qui ont été relativement longs. Il est vrai que les intervalles entre prélèvements prévus par la norme IEEE Std C157.104 sont annuels, trimestriels, mensuels, hebdomadaires ou quotidiens lorsque le diagnostic met en évidence une dégradation avancée de l'isolation. Ce diagnostic est basé sur les quantités de gaz dissous présents dans l'huile. Pour ce qui est du cas du diagnostic sur la teneur en eau dans l'huile étudiée, la chronologie adoptée et l'humidité mesurée dans le papier sont présentées sous forme d'histogramme dans la figure III.13. Ce choix a poussé les opérateurs en charge de la maintenance du transformateur à adopter une chronologie longue de 110 jours ayant forcé sa mise à l'arrêt pendant 29 jours.

A cet effet, nous présentons sur la figure III.13, en courbe continue, une chronologie des traitements à appliquer pour remettre le transformateur dans des conditions de fonctionnement acceptables (tension de claquage > 50 kV ; teneur en eau < 15 ppm et humidité dans le papier < 2 %). La durée du traitement passerait à seulement 55 jours.

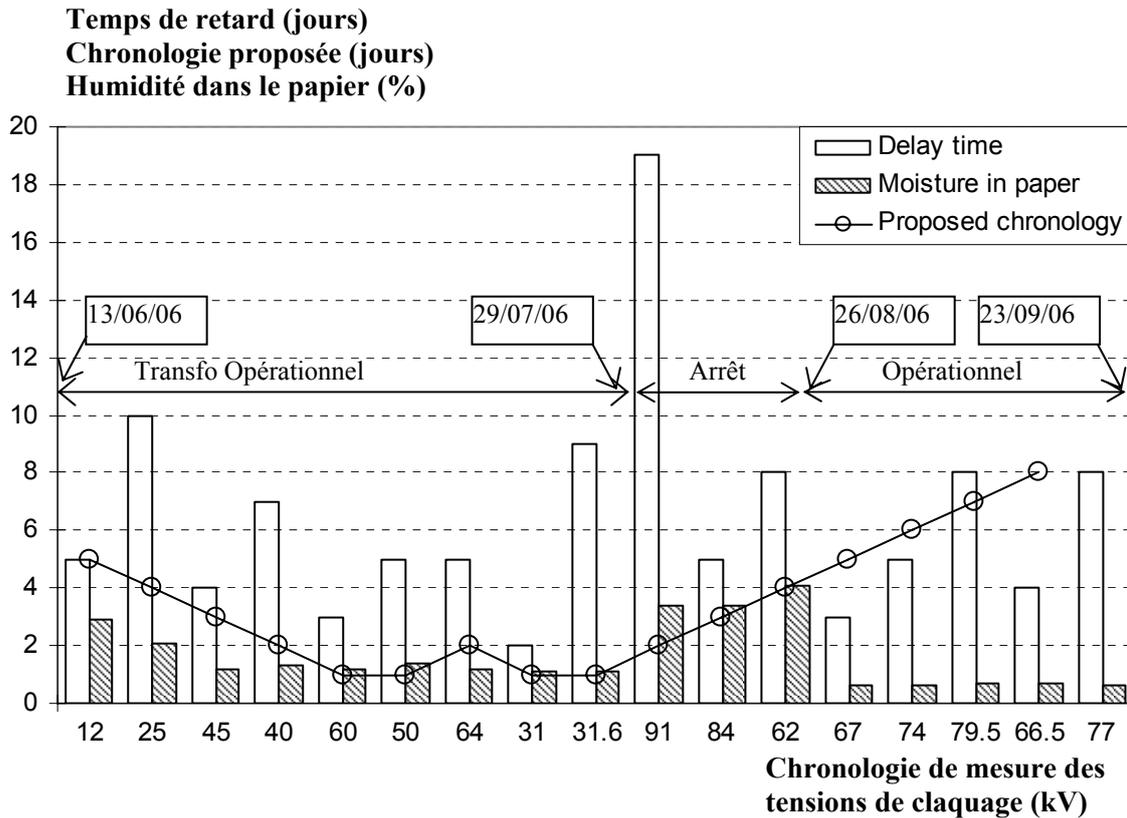


Figure III.13. Temps de retard entre 2 prélèvements en fonction de la tension de claquage mesurée: adoptée par les opérateurs (histogramme) et proposée (courbe continue). Les valeurs correspondantes de l'humidité dans le papier sont en histogramme hachuré.

Conclusion

La permittivité relative de l'huile minérale de transformateur est très peu affectée par son état de dégradation. Elle est quasiment égale à 2.20. Ceci signifie que la dégradation de l'huile minérale seule n'altère que faiblement la structure macromoléculaires de l'huile. Une investigation de la permittivité à des fréquences élevées pourrait donner des indications sur l'aspect qualitatif de cette huile. La résistivité présente quant à elle une tendance à la décroissance alors que l'angle de pertes présente une croissance au fur et à mesure que l'huile subit les décharges. Il y a par contre une bonne corrélation entre la rigidité diélectrique de l'huile et la teneur en eau. Cela fait de ce paramètre un des plus favorisés par les spécialistes dans leurs diagnostics. L'action de la teneur en eau n'est pas seule mais associée à celle du changement de structure du liquide engendrée par les décharges appliquées au liquide. Au fur et à mesure que le liquide subit les décharges, la teneur en eau diminue, mais en même temps l'angle de pertes augmente et la résistivité diminue. La permittivité relative ne présente aucun changement notable. En conséquence, La tension de claquage présente une tendance à l'augmentation, donc à l'amélioration des qualités isolantes de l'huile.

Cette étude peut être étendue à l'influence de la température qui est un élément fondamental dans le fonctionnement en service des transformateurs.

Chapitre IV

Influence combinée de la température et des décharges électriques sur l'huile minérale

Introduction

Cette partie est consacrée à l'influence de la température sur la rigidité diélectrique, le facteur de dissipation, la résistivité, la permittivité et la teneur en eau dans trois huiles de différents niveaux de dégradation. Une huile neuve non traitée (A') servant de référence, une huile (B') extraite à partir d'un transformateur en service depuis 30 ans et l'huile (C') provenant d'un transformateur venant de subir un déclenchement Buckholtz après quelques années de service. Cet effet de la température sera combiné avec l'effet des décharges électriques de faible niveau d'énergie.

IV.1. Tension de claquage ou/et rigidité

La figure IV.1 montre les différents résultants de variation de la tension de claquage en fonction de la température pour des échantillons des trois huiles A', B' et C'.

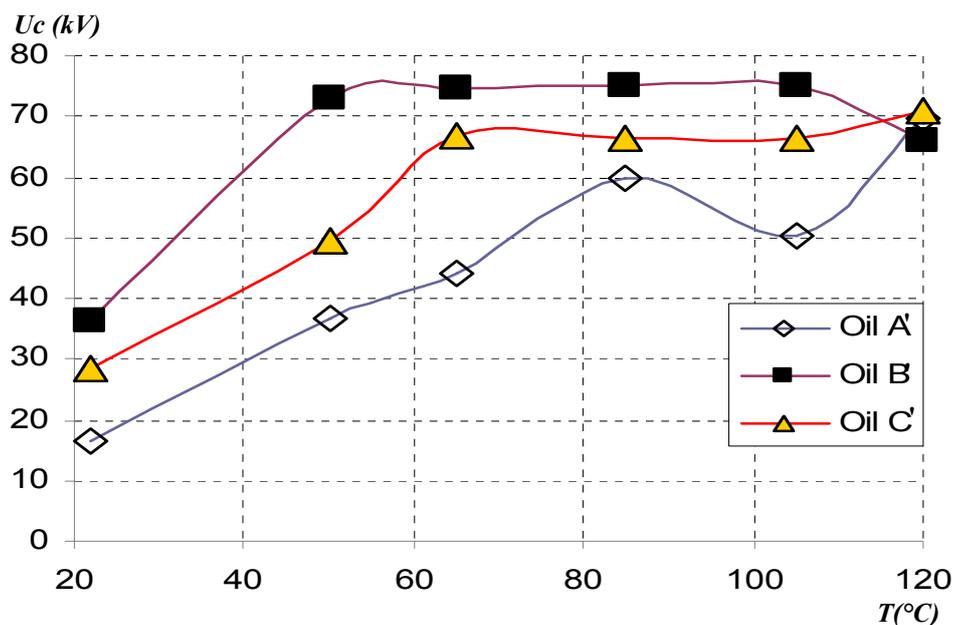


Figure IV.1. Tension de claquage U_c en fonction de la température T pour les trois huiles A', B' et C'.

On remarque qu'à température ambiante, la tension de claquage est faible et augmente avec l'élévation du champ de température. La tension de claquage reprend des valeurs conformes avec les normes à partir de 70 °C pour l'huile A', 50 °C pour l'huile B' et 30 °C pour l'huile C'. Ce qui révèle la présence de produits contaminants tels que l'eau, nécessitant entre autres une déshydratation de cette huile avant sa mise en service. La tension de claquage est fortement affectée par la température car elle permet la vaporisation des traces d'eau contenues dans l'huile d'origine. L'augmentation de la rigidité diélectrique sous l'effet de la température est toujours accompagnée par une diminution de la teneur en eau. Ceci est valable pour les trois huiles. Cet effet est cependant plus spectaculaire dans l'huile A'. Cette amélioration est atténuée lorsque la teneur en eau est réduite à 15 ppm. Une température de l'ordre de 60°C est suffisante pour mener l'huile à ce niveau de qualité en ce qui concerne la rigidité et la teneur en eau. De la même manière, l'application de décharges aux trois huiles présente une tendance à décroître la teneur en eau aux faibles températures, notamment pour l'huile A' [50]. Cet effet est réduit et perd sa prédominance lorsque l'huile est soumise à des températures plus élevées.

IV.2. Teneur en eau en fonction de la température

La figure IV.2 présente les variations de la teneur en eau en fonction de la température pour les trois huiles considérées. Elle décroît fortement pour l'huile A' qui contient des quantités substantielles à l'origine. Autour de 60 °C, la variation est moins pour les trois liquides.

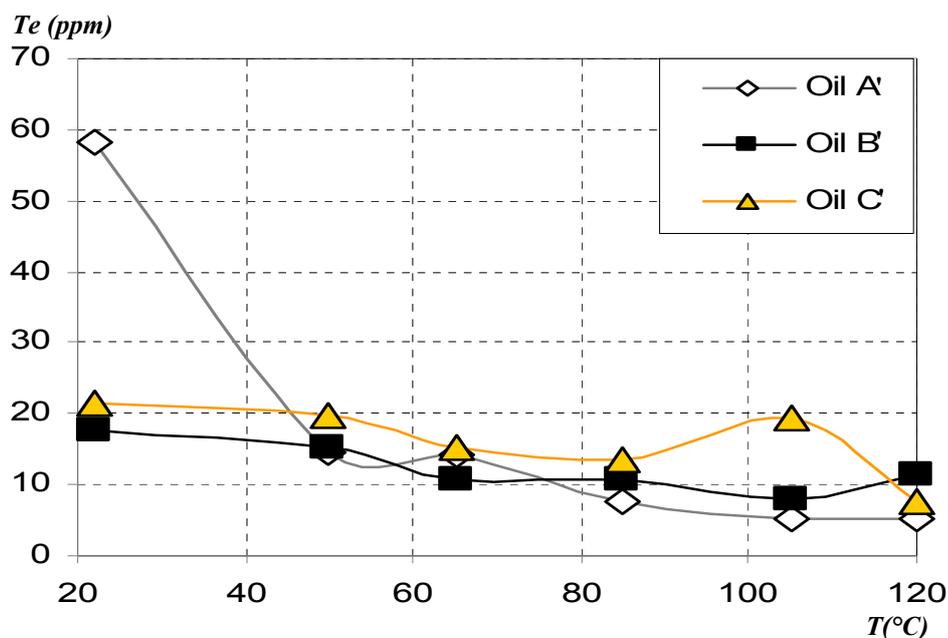


Figure IV.2. Teneur en eau W_c en fonction de la température T pour les trois huiles A', B' et C'.

L'opération devient assez délicate car pouvant augmenter au moment des manipulations suite à son interaction avec l'humidité présente au laboratoire ; cela est suspecté autour de 105 °C pour l'huile C'. En dépit des niveaux élevés de température appliqués, la teneur en eau n'est pas nulle. Elle devient cependant inférieure à la limite des 10 ppm fixée par les normes les plus sévères.

IV. 3. Permittivité relative ϵ_r en fonction de la température

La permittivité dépend de la structure interne de l'huile, et caractérise la polarité ente les molécules. La figure IV.3 présente la chronologie de variation de la permittivité relative en fonction de la température pour les différents échantillons d'huile. La permittivité présente une tendance complexe à la variation lorsque la température est augmentée. Cette variation est cependant modeste (entre 2.13 et 2.15 pour l'huile A', entre 2.19 et 2.21 pour l'huile B' et entre 2.16 et 2.18 pour l'huile C'). Une interprétation de l'état de l'huile seulement basée sur ce paramètre est difficile. Ceci peut être possible en combinaison avec le facteur de dissipation $\tan \delta$.

D'autre part, il apparaît clairement que la permittivité relative augmente, quelle que soit la température, avec l'âge de l'huile qui est en relation directe avec sa couleur. De plus, le nombre de décharges relativement faible (48 décharges de l'ordre de 20mJ) n'a pas d'effet significatif sur l'état général de l'huile de telle sorte à altérer sa permittivité relative.

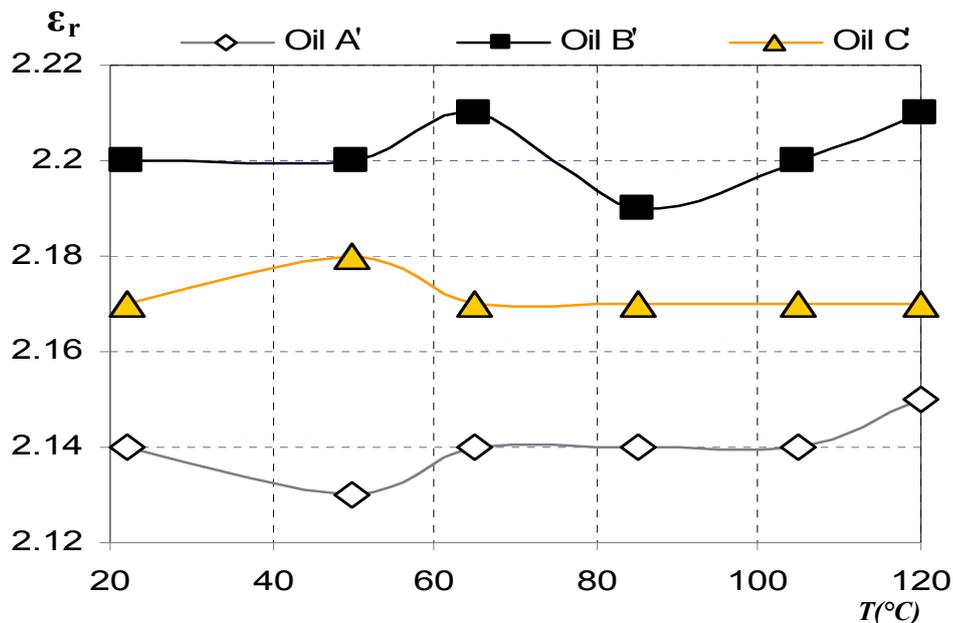


Figure IV.3. Permittivité en fonction de la température T pour les trois huiles A', B' et C'.

IV. 4. Facteur de dissipation ($\tan \delta$) en fonction de la température

La figure IV.4 présente les variations de $\tan \delta$ en fonction de la température pour les trois huiles étudiées. Le facteur de dissipation, de la même manière que la teneur en eau avec laquelle il est fortement lié, est affecté par la température quel que soit le régime de fréquence auquel l'huile est soumise [51].

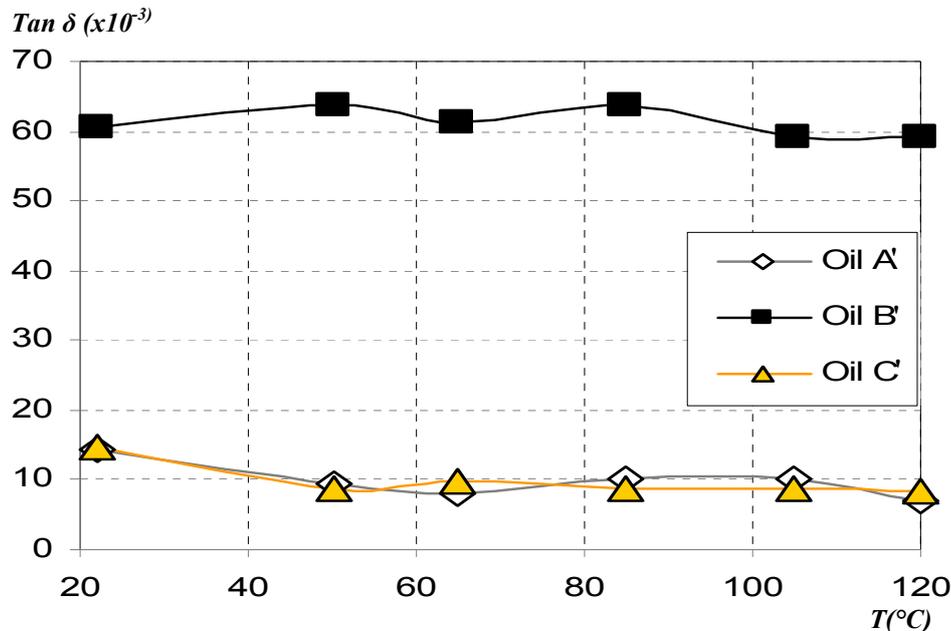


Figure IV.4. Facteur de dissipation $\tan \delta$ en fonction de la température T pour les trois huiles A', B' et C'.

A température ambiante où la teneur en eau est relativement élevée dans les huiles A' et C' (présence de produits de vieillissement de l'huile), la valeur de $\tan \delta$ est relativement importante par rapport à celles enregistrées progressivement lorsque la température est augmentée, ce qui signifie que nous sommes en présence d'une phase aqueuse non soluble. Ainsi, la conductivité de l'eau augmente en conséquence au mouvement des particules d'eau sous l'effet du champ électrique affectant ainsi $\tan \delta$. A partir des faibles valeurs initiales de la teneur en eau dans l'huile B', l'augmentation de température ne présente pas d'effet significatif sur le facteur de dissipation. Ceci peut être aussi bien dû à la bonne miscibilité relative de l'eau dans ce liquide qu'à la présence d'autres produits contaminants dont l'effet est prédominant sur les variations de $\tan \delta$.

D'autre part, le fait que l'huile B' présente, quelle que soit la température, des valeurs de $\tan \delta$ plus élevées que celles des 2 autres types d'huile, suggère que les particules qui sont en plus grand nombre dans cette huile (figure IV.5) jouent un rôle majeur par rapport à la présence d'eau.

En effet, la liaison oxygène entre les cycles glucosiques est affectée par l'eau [15], causant la rupture de la chaîne et la formation de 2 groupes $-OH$, chacun attaché à son monomère. Il en résulte une réduction du degré de polymérisation et un raccourcissement et un affaiblissement des fibres. Les variations du rapport (n_2/n_1) entre le nombre n_2 de particules mesurées dans l'huile B' et le nombre n_1 de particule dans l'huile A' en fonction de leur diamètre D met en évidence le fait que l'huile, au fur et à mesure qu'elle se détériore, les particules de petite dimension ($D < 15 \mu m$) sont générées en plus grand nombre par rapport à celles de grande dimension ($D > 15 \mu m$).

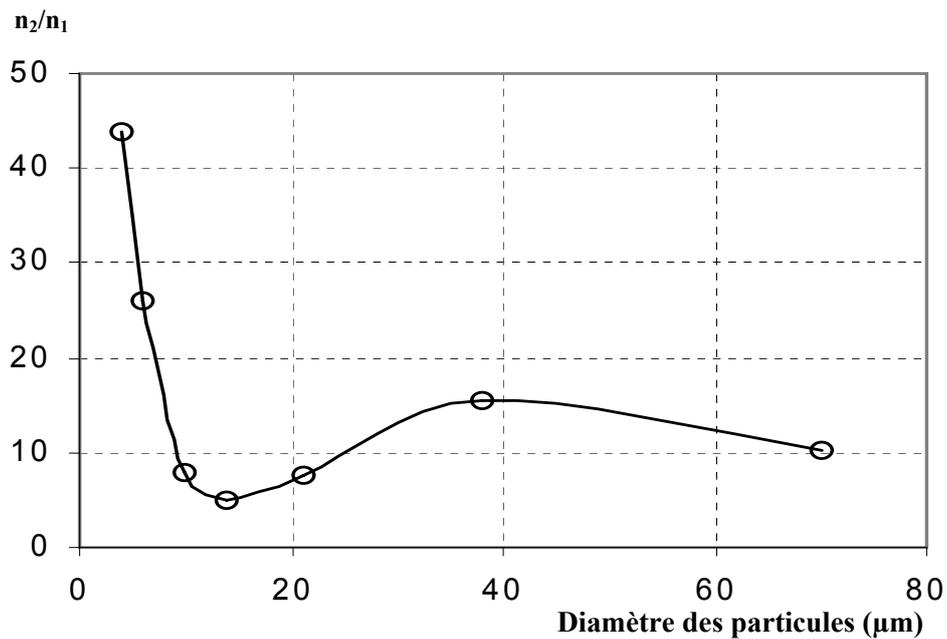


Figure IV.5. Variations du rapport (n_2/n_1) entre le nombre de particules mesurées dans l'huile usagée B' (n_2) et le nombre de particules mesurées dans l'huile neuve A' (n_1) en fonction du diamètre de celles-ci.

IV. 5. Résistivité ρ en fonction de la température

Ce paramètre dépend de l'aspect moléculaire et des particules existant dans l'huile dans le sens électrique, et sous l'effet de la polarité dans le sens physique. Dans la figure IV.6 sont présentées les variations de la résistivité ρ en fonction de la température.

Les résultats obtenus dans les huiles A' et C' montrent que la résistivité augmente avec la température jusqu'à $T=65^\circ C$ à partir de laquelle elle évolue de manière oscillante jusqu'à atteindre la valeur maximale à $120^\circ C$, signifiant que la conductivité diminue lorsque la température est accrue. Cet effet tend à minimiser le déplacement de charge et confirme la bonne

qualité de l'huile isolante. Certaines mesures ont mis en évidence une tendance à la décroissance de la résistivité, comme cela est le cas pour l'huile A à 105°C ; ceci peut être dû à l'effet de l'humidité qui est présente dans le laboratoire.

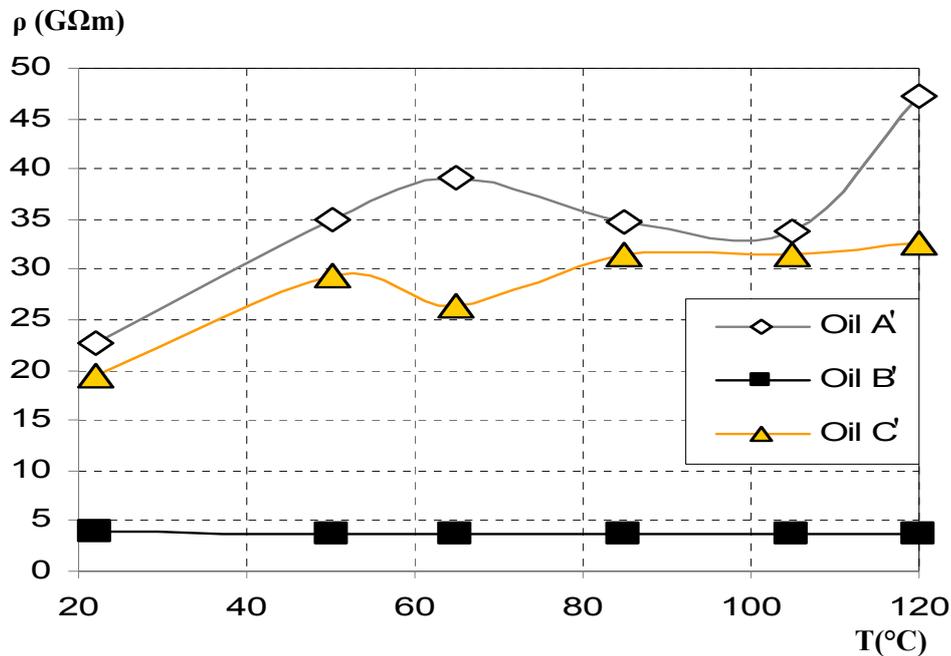


Figure IV.6. Résistivité moyenne en fonction de la température T pour les trois huiles A', B' et C'.

Dans l'huile B', la résistivité varie de manière oscillante autour d'une valeur moyenne presque constante de 3.72 GΩm. Elle présente une faible sensibilité aux variations de la température. Son âge, relativement élevé par rapport aux huiles A' et C', agit de telle sorte que, malgré sa faible teneur en eau, sa résistance demeure faible ; suggérant ainsi que l'état de cette huile est plus dépendant d'autres contaminants.

Contrairement à la permittivité qui est une caractéristique intrinsèque de l'huile, la résistivité est l'un des paramètres qui sont fortement dépendant de l'état de l'huile. En effet, la résistivité de l'huile est influencée par la présence d'impuretés (poussières, particules, gaz et humidité) qui, même en si petite quantité de quelques ppm, ont un effet important sur les valeurs mesurées [3].

D'autre part, plus la température est augmentée, plus la viscosité du liquide est faible et plus grande sera la mobilité des ions, et ainsi plus la conductivité est accrue. Du fait que la dissociation des impuretés en ions est plus importante lorsque la température est élevée, la résistivité du liquide devrait avoir tendance à décroître lorsque la température est augmentée. Cet effet est renforcé dans le cas de l'huile B' qui contient plus d'impuretés que les deux autres liquides, où cet effet compense la limitation de la teneur en eau. Ceci n'est pas le cas pour les

huiles A' et C' où cet effet de limitation de la teneur en eau est dominant.

Malgré les bons paramètres intrinsèques présentés par l'huile C' (ϵ_r , $\tan \delta$ et ρ), cette dernière demeure inutilisable par rapport à l'huile B' qui présente seulement une meilleure rigidité diélectrique et une quantité d'humidité légèrement plus faible. Ces paramètres montrent leur incapacité de donner à eux seuls un diagnostic formel sur l'état de l'huile.

IV.6. Rapport des gaz dissous de l'huile C'

En dépit du fait que le transfo à partir duquel est extraite l'huile C' a subi un déclenchement Buckholtz, les seuls paramètres qui sont en dessous des recommandations des normes sont : la tension de claquage $U_d = 28.57 \text{ kV} < 50 \text{ kV}$ et la teneur en eau qui dépasse légèrement la limite recommandée ($21.52 > 20 \text{ ppm}$). A cet effet, nous avons eu recours à l'historique des gaz dissous dans cette huile. Le tableau 1 présente les résultats de l'analyse des gaz dissous pour cette huile durant les huit dernières années. Dans la figure IV.7 nous avons reporté ces résultats sur une échelle semi-logarithmique où les quantités de gaz sont exprimées en ppm. Cette figure montre de fortes quantités de CO_2 . Ce dernier, avec le monoxyde de carbone CO, est connu pour ne pas être un gaz de défaut [18] et indique clairement que l'origine du déclenchement Buckholtz est localisée dans l'isolation solide.

Gaz détectés	Date			
	11/2001	05/2004	07/2007	03/2008
H ₂	5.0 ppm	<1.0	17.0	493.0
CO	233.0	89.0	84.0	341.0
CH ₄	18.0	<1.0	6.0	121.0
CO ₂	4176.0	1975.0	1724.0	1767.0
C ₂ H ₄	48.0	33.0	61.0	204.0
C ₂ H ₆	46.0	17.0	23.0	29.0
C ₂ H ₂	11.0	14.0	17.0	326.0
Température huile (°C)		42.0	54.0	30.0

Tableau IV.1. Les gaz dissous en fonction de la date de traitement.

Le diagnostic préliminaire que l'on peut émettre est que les volumes relatifs d'acétylène et d'hydrogène sont anormaux; le transfo semble être le siège d'arcs électriques qui dépendraient beaucoup plus de l'état de l'isolation solide ou/et des points de connexion aussi bien que d'une éventuelle surtension pouvant être aussi à l'origine d'arcs électriques.

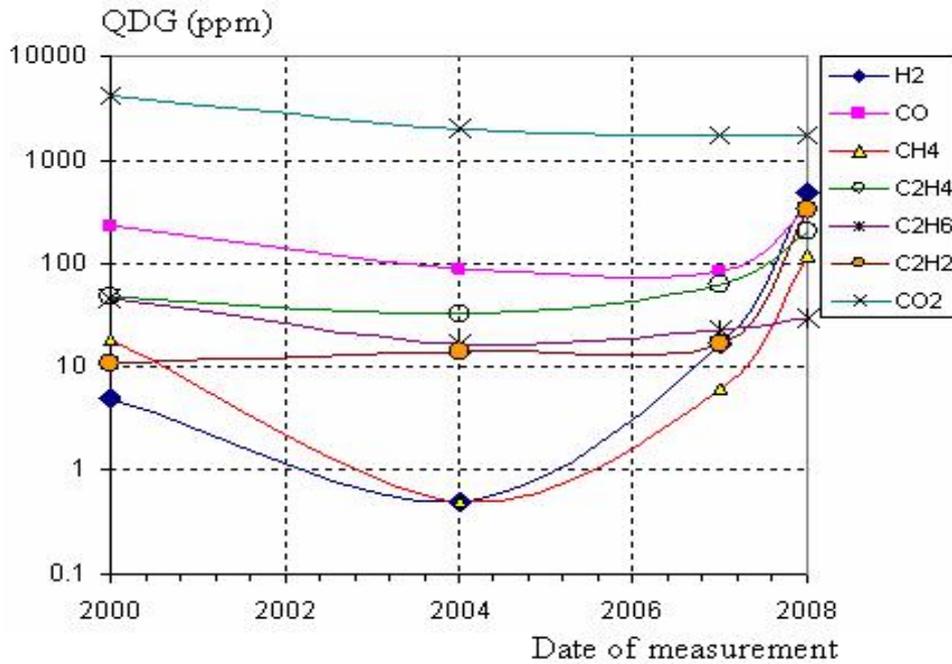


Figure IV.7. Evolution chronologique des quantités de gaz dissous (QDG) (échelle logarithmique) en fonction de la date de mesure.

IV. 7. Chronologie des tensions de claquage

Pour les trois huiles, la rigidité augmente avec le nombre de claquages sous la température ambiante (figure IV.8) ;

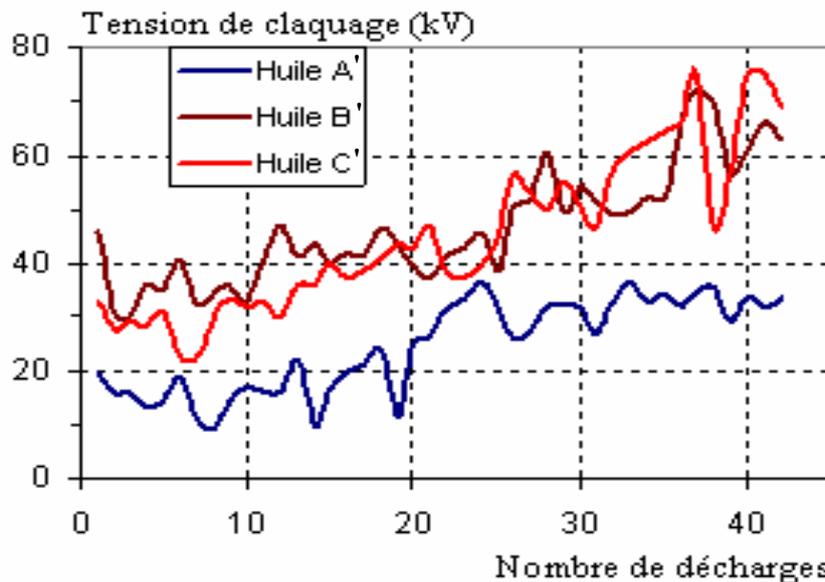


Figure IV.8. Tension de claquage en fonction du nombre de décharges dans les trois huiles à température ambiante $T = 20^{\circ}\text{C}$

elle tend à s'améliorer et se stabiliser à 105°C au fur et à mesure que l'huile subit des décharges (figure IV.9).

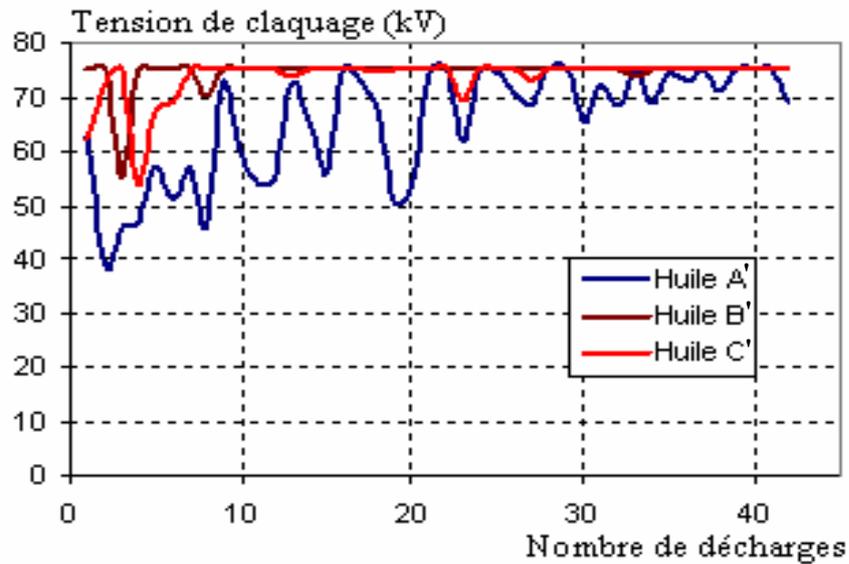


Figure IV.9. Tension de claquage en fonction du nombre de décharges dans les trois huiles à température T= 105°C.

L'huile dans ce cas, subit l'effet dominant de la vaporisation des traces d'eau à ce niveau de température. A 120°C, la rigidité est toujours meilleure qu'à 20°C mais varie de manière très fluctuée (fig. IV.10). Ce qui peut être imputé à la faible viscosité de l'huile à ces températures proches du point éclair de l'huile.

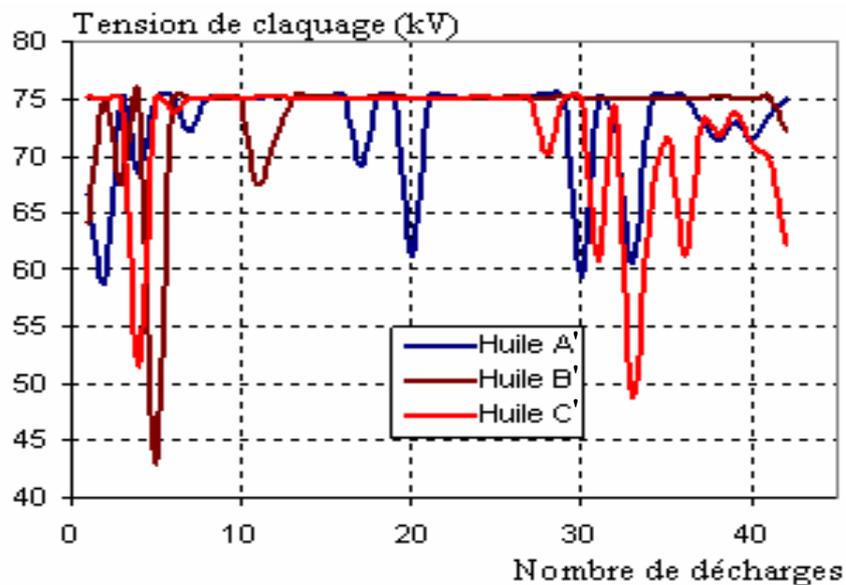


Figure IV.10. Tension de claquage en fonction du nombre de décharges dans les trois huiles à T= 120°C

IV. 8. Rapports des teneurs en eau

Afin d'analyser de manière globale les différentes variations, nous avons préféré analyser les rapports entre les valeurs des différents paramètres avant claquage et celles après claquage (Ab/Aa pour l'huile A', Bb/Ba pour l'huile B' et Cb/Ca pour l'huile C'). La figure IV.11 présente les rapports entre les teneurs en eau avant claquage et celle mesurées après claquage pour les trois huiles A', B' et C'.

Pour l'huile A', un comportement inattendu de la teneur relative en eau en fonction de la température a été relevé. Aux températures inférieures à 70 °C, l'application de décharges réduit la teneur en eau, alors que pour les températures supérieures, cette teneur a tendance à augmenter avec l'application des décharges et de manière d'autant plus importante que la température est élevée. Ceci peut être imputé à l'humidité présente au laboratoire ou à un phénomène physique peu connu.

Pour l'huile B', le rapport des teneurs en eau oscille autour de 1. Ce qui signifie que les claquages appliqués sur cette huile n'ont pas eu le même effet que les deux autres huiles. Le claquage, dans cette huile, mettrait en contribution beaucoup plus les ponts d'impuretés solides présentes en son sein que les particules d'eau également présentes.

Le rapport des teneurs en eau avant claquage et après claquage de l'huile C' (Cb/Ca) diminue avec l'augmentation de la température jusqu'à 80°C où les deux quantités deviennent égales pour ensuite augmenter et marquer un pic aux environs de 105 °C.

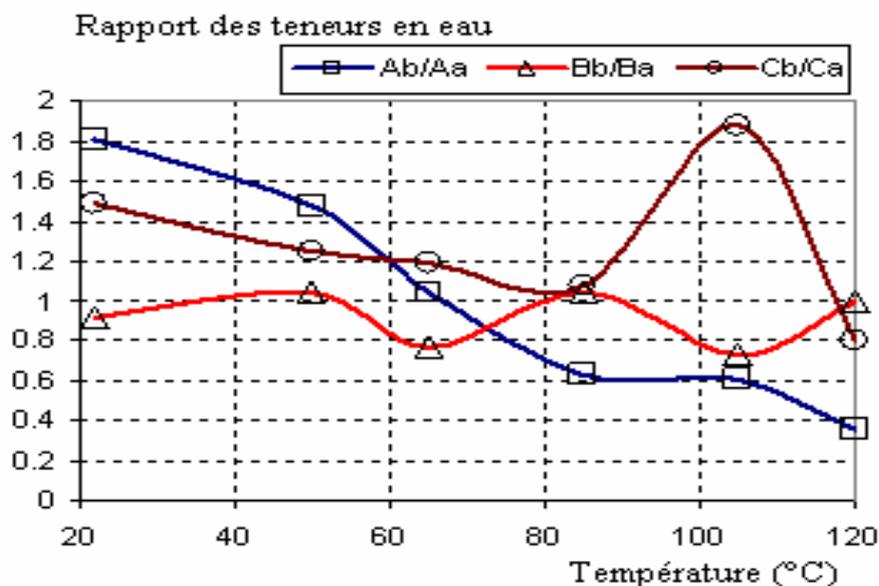


Figure IV.11. Variations des rapports des teneurs en eau en fonction de la température avant (Ab) et après (Aa) l'application des séries de décharges.

IV.9. Rapports des Permittivités relative ϵ_r

A température ambiante, le rapport des permittivités reste inchangé après l'application des décharges aux huiles B' et C' alors qu'il est légèrement supérieur à 1 pour l'huile A' (figure IV.12).

Aux alentours de 60 °C, on observe des pics supérieurs à 1 pour les huiles B' et C' et un pic inférieur à 1 pour l'huile A'. Pour les températures supérieures, le rapport des permittivités tendra à se stabiliser autour de l'unité pour les trois liquides.

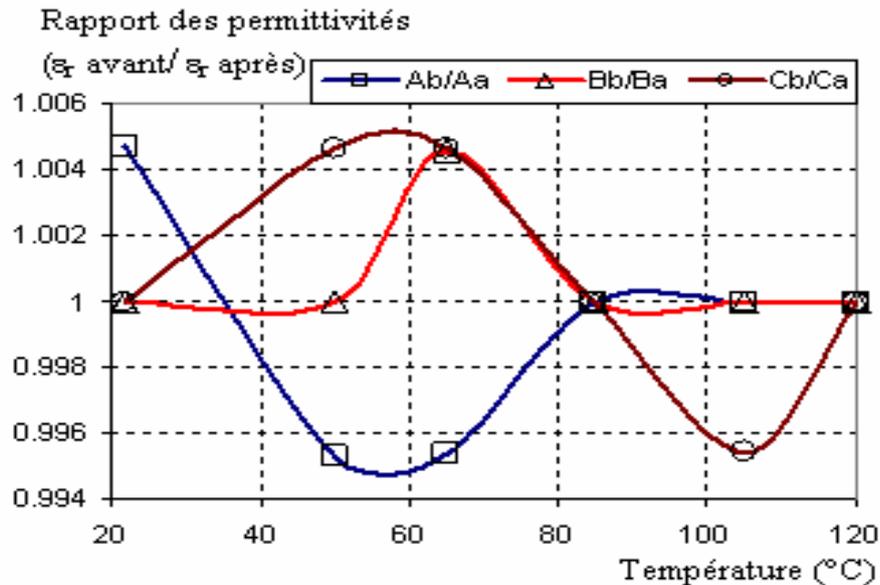


Figure IV.12 Variations de la permittivité ϵ_r en fonction de la température pour les trois huiles.

IV. 10. Rapports des Facteurs de dissipation ($\tan \delta$)

L'application des décharges diminue le facteur de dissipation à la suite de la vaporisation localisée d'une certaine quantité de l'eau contenue dans l'huile.

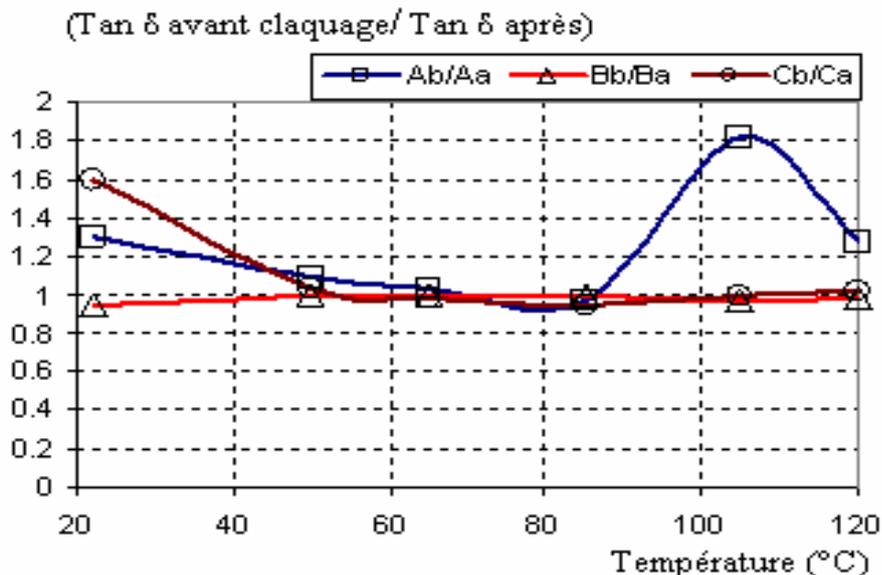


Figure IV.13. Rapport des facteurs de dissipation Tan δ en fonction de la température dans les trois huiles.

La figure IV.13 montre les variations du rapport des facteurs de dissipation pour les trois huiles. Il diminue généralement avec la température, avec cependant un pic pour l'huile A' à 105 °C. Ceci signifie que l'huile retrouve une résistivité après la série de claquage meilleure que celle d'avant.

Cet effet peut être imputé à la forte diminution de la teneur en eau pour cette huile lorsqu'elle est soumise aux champs de température sachant que l'eau contenue dans cette huile est formée par condensation lors de son stockage, alors que le processus de formation de l'eau contenue dans les deux autres huiles est beaucoup plus long et obéit à des mécanismes plus complexes liés aux interactions huile-papier.

Ce qui est inattendu dans cette figure, concerne le fait que les valeurs des rapports de l'huile C' sont supérieures à celles des deux autres huiles pour les températures entre 20 et 50 °C. Le facteur de dissipation pour cette huile est fortement affecté par les décharges alors que celles-ci semblent n'avoir aucune influence sur l'huile B' pour toute la plage de températures appliquées, malgré que cette huile présente les valeurs de $\tan \delta$ les plus élevées.

IV.11. Variation des rapports des Résistivités

L'application des décharges aux huiles A' et C' a tendance à améliorer leur qualité en ce qui concerne la résistivité. Cette dégradation est d'autant plus importante que l'huile est froide. En effet, l'application des décharges à ces huiles, sous des températures entre 20 et 60 °C, augmente les rapports des résistivités (figure IV.14). Cette augmentation tend cependant à se stabiliser à la valeur 1 pour toute la gamme de températures entre 60 et 120°C.

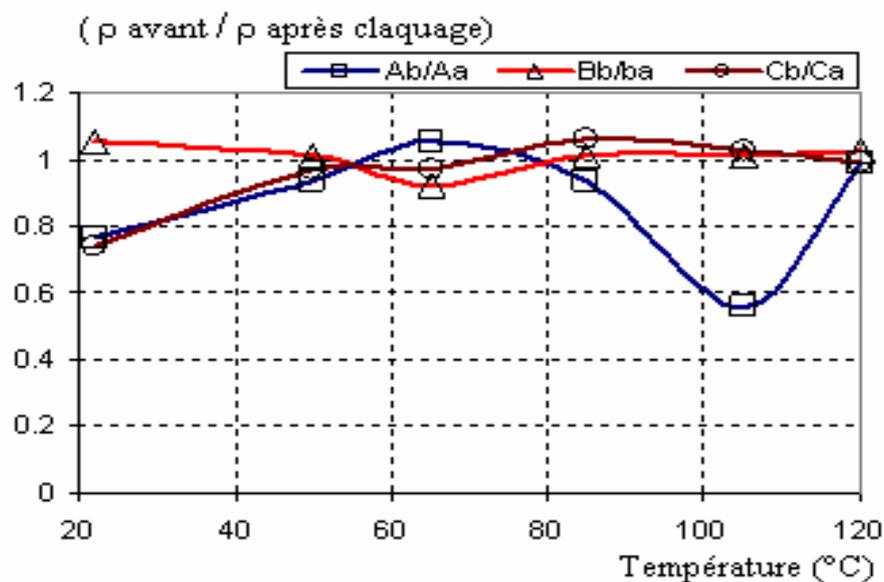


Figure IV.14. Rapports des résistivités moyennes ρ en fonction de la température pour les trois huiles : A', B' et C'.

Par contre, ce rapport varie très peu pour l'huile B' (autour de 1 pour les températures ente 20 et 120 °C). Ce qui signifie que la résistivité de l'huile B' est quasiment inaffectée par les décharges sur toute la gamme de température. Ceci est lié à la qualité de cette huile de 30 années dont les propriétés sont plus altérées par les particules que par l'humidité qu'elle contient.

Conclusion

La température améliore de manière très sensible la rigidité diélectrique et diminue la teneur en eau pour les trois échantillons d'huile étudiés. L'huile B', bien que beaucoup plus vieille que les deux autres huiles présente une meilleure rigidité diélectrique même après avoir réduit la teneur en eau à des niveaux comparables pour les trois huiles. De plus, la présence de fortes quantités de particules dans l'huile B' (40 fois plus que l'huile A' pour les particules de 5 μm) semble ne pas avoir d'effet sur la rigidité diélectrique de cette huile.

La permittivité et le facteur de dissipation augmentent alors que la résistivité diminue avec l'âge de l'huile quelque soit la teneur en eau, sur toute la plage de température appliquée.

Pour une huile "jeune" en défaut (l'huile C'), seule la chromatographie en phase gazeuse est capable de donner un diagnostic formel. Les mauvaises valeurs de la rigidité et de la teneur en eau ne sont pas suffisantes pour expliquer les raisons de la défaillance du transformateur à partir duquel cette huile est extraite.

L'eau semble être présente dans l'huile sous différentes manières. Ceci est au moins visible dans les caractéristiques des rapports des caractéristiques avant et après la série de claquages. Ce rapport est pratiquement insensible à la température pour l'huile B' alors qu'il réagit de manière différente pour les huiles A' et C'.

Chapitre V

Techniques de diagnostic et analyse des gaz dissous dans l'huile en relation avec l'énergie des décharges électriques.

Introduction

Cette partie est dédiée à la caractérisation des décharges initiées dans l'huile étudiée ainsi que les gaz qu'elles peuvent générer en relation avec le niveau d'énergie de ces décharges. Chaque type de décharge sera analysé à travers les gaz résultants et les processus impliqués dans la détérioration de l'huile seront discutés conformément aux spécifications des normes.

V.1. Différentes techniques de diagnostic par les gaz dissous

V.1.1. Méthode CEI/IEEE [17]

Au cours de la vie d'un appareil, les surtensions du réseau peuvent provoquer l'apparition de décharges partielles conduisant à la génération de gaz et autres sous-produits solubles ou insolubles. De même, un échauffement local prolongé peut provoquer la dégradation de l'imprégnant avec également production de sous-produits. Le vieillissement d'un appareil peut être suivi par l'analyse régulière de l'état du liquide.

L'analyse des gaz dissous ou libres est surtout utilisée pour les transformateurs de puissance. Dans ce cas particulier, des guides ont été rédigés pour l'interprétation de ces analyses. Cependant, l'interprétation des résultats de l'Analyse des gaz dissous (AGD) est souvent complexe et il convient qu'elle soit toujours faite avec prudence, en s'entourant de personnel expérimenté en maintenance d'isolation.

Les techniques principales de diagnostic utilisent cinq rapports caractéristiques des gaz dissous (tableau V.1).

Rapport	CH_4/H_2	$\text{C}_2\text{H}_2/\text{C}_2\text{H}_4$	$\text{C}_2\text{H}_2/\text{CH}_4$	$\text{C}_2\text{H}_6/\text{C}_2\text{H}_2$	$\text{C}_2\text{H}_4/\text{C}_2\text{H}_6$
Abréviation	R1	R2	R3	R4	R5

Tableau V.1. Définition des rapports utilisés dans les méthodes de diagnostic

A cet effet, plusieurs méthodes de diagnostic ont été proposées [17-22]. Parmi les plus importantes, la technique CEI 60599 est l'une des plus consensuelles. Le diagnostic est basé sur les rapports des gaz clés : $\text{C}_2\text{H}_2/\text{C}_2\text{H}_4$, CH_4/H_2 et $\text{C}_2\text{H}_4/\text{C}_2\text{H}_6$.

Nous présentons sur le tableau V.2 les codifications et diagnostics proposés par la norme CEI.

Le résultat du diagnostic conditionne la décision à prendre vis-à-vis du transformateur et de son isolation. Dans le cas où l'huile minérale a beaucoup évolué, elle peut être retraitée, soit sur place, soit après arrêt et transport de l'appareil. Le traitement consiste généralement en un dégazage (pour éliminer les gaz et l'eau) et une filtration (élimination des particules solides), accompagnée éventuellement d'un passage sur terre adsorbante (pour diminuer sa conductivité).

Ce genre de surveillance tend à s'étendre à d'autres types d'appareils, notamment les traversées, les diviseurs capacitifs, et même les condensateurs. Cependant, dans ces deux derniers cas, on ne dispose pas encore du recul suffisant pour établir des règles de diagnostic.

		Codification de la valeur des rapports (1)		
		$\frac{\text{C}_2\text{H}_2}{\text{C}_2\text{H}_4}$	$\frac{\text{CH}_4}{\text{H}_2}$	$\frac{\text{C}_2\text{H}_4}{\text{C}_2\text{H}_6}$
Rapport des gaz caractéristiques				
< 0,1		0	1	0
0,1 à 1		1	0	0
1 à 3		1	2	1
> 3		2	2	2

Tableau V.2. Code d'examen des gaz dissous dans l'huile minérale - extrait du guide CEI 60599 (1ère partie)

		$\frac{C_2H_2}{C_2H_4}$	$\frac{CH_4}{H_2}$	$\frac{C_2H_4}{C_2H_6}$	
Cas n°	Défaut caractéristique				Exemples typiques
0	Pas de défaut	0	0	0	Vieillessement normal
1	Décharges partielles de faible densité d'énergie	0	1	0	Décharges des poches de gaz provenant d'une imprégnation incomplète, ou d'une sursaturation, ou d'une teneur en eau élevée
2	Décharges partielles de haute densité d'énergie	1	1	0	Comme ci-dessus, mais provoquant du cheminement ou la perforation de l'isolation
3	Décharges de faibles énergies	1 → 2 (c'est-à-dire 1 à 2)	0	1 → 2 (c'est-à-dire 1 à 2)	Amorçage continu dans l'huile dû à de mauvaises connexions ou à des potentiels flottants. Rupture diélectrique d'huile entre matériaux solides
4	Décharges de hautes énergies	1	0	2	Décharges de puissance ; arc ; rupture diélectrique d'huile entre des enroulements ou entre spires ou entre spire et masse. Courant de coupure dans le sélecteur
5	Défaut thermique de basse température < 150 °C (2)	0	0	1	Échauffement généralisé de conducteurs isolés
6	Défaut thermique de basse température gamme 150 à 300 °C (3)	0	2	0	Surchauffe locale du circuit magnétique due à des concentrations de flux. Points chauds de températures croissantes, allant de petits points chauds dans le circuit magnétique, surchauffe du cuivre due aux courants de Foucault, mauvais contacts (formation de carbone par pyrolyse) jusqu'à des points chauds dus à des courants de circulation entre circuit magnétique et cuve.
7	Défaut thermique de température moyenne gamme 300 à 700 °C	0	2	1	
8	Défaut thermique de haute température > 700 °C	0	2	2	
<p>(1) H₂ : hydrogène ; CH₄ : méthane ; C₂H₆ : éthane ; C₂H₄ : éthylène ; C₂H₂ : acétylène (2) Dans ce cas les gaz proviennent principalement de la dégradation de l'isolation solide. (3) Ce type de défaut se traduit normalement par une augmentation de la concentration des gaz.</p>					

Tableau V.2. Code d'examen des gaz dissous dans l'huile minérale - extrait du guide CEI 60599 (2ème partie)

V.1.2. Méthode de Rogers [20]

Elle représente la première méthode dans le domaine. Proposée en 1973, affinée en 1975 et ensuite en 1977, elle utilise principalement 4 rapports de gaz caractéristiques. Le tableau V.3 présente la première tentative de Rogers. Par la suite, le diagnostic a été amélioré avec la proposition de deux tableaux : l'un pour la définition des codes (tableau V.4) et l'autre pour le diagnostic proprement dit (tableau V.5).

CH ₄ /H ₂	C ₂ H ₆ /CH ₄	C ₂ H ₄ /C ₂ H ₆	C ₂ H ₂ /C ₂ H ₄	Diagnostic
0	0	0	0	Si CH ₄ /H ₂ = 0.1 → décharges partielles, sinon détérioration normale.
1	0	0	0	Faible échauffement – inférieur à 150 °C
1	1	0	0	Faible échauffement – 150-200 °C
0	1	0	0	Faible échauffement – 200-300 °C
0	0	1	0	Echauffement des conducteurs
1	0	1	0	Courants de circulation ou/et points chauds
0	0	0	1	Décharges de faible puissance
0	1	0	1	Étincelles sur le sélecteur du régulateur.
0	0	1	1	Arc puissant ou faibles décharges persistantes

Tableau V.3. Tableau original de diagnostic de la méthode des rapports de Rogers.

Rapport des gaz	Grandeur	Code
CH ₄ /H ₂ (R1)	< 0.1	5
	entre 0.1 et 1.0	0
	entre 1.0 et 3.0	1
	>3.0	2
C ₂ H ₆ /CH ₄ (R4)	< 1.0	0
	>1.0	1

C ₂ H ₄ /C ₂ H ₆ (R5)	<1.0	0
	entre 1.0 et 3.0	1
	> 3.0	2
C ₂ H ₂ /C ₂ H ₄ (R2)	< 0.5	0
	entre 0.5 et 3.0	1
	> 3.0	2

Tableau V.4. Définition des codes de la méthode affinée des rapports de Rogers.

R1	R4	R5	R2	Diagnostic
0	0	0	0	Détérioration normale
5	0	0	0	Décharges partielles
1 ou 2	0	0	0	Faible échauffement – inférieur à 150 °C (?)
1 ou 2	1	0	0	Faible échauffement –150-200 °C (?)
0	1	0	0	Faible échauffement –200-300 °C (?)
0	0	1	0	Echauffement des conducteurs
1	0	1	0	Courants de circulation dans les bobinages
1	0	2	0	Courants de circulation dans le noyau et la cuve, points chauds
0	0	0	1	Décharges de faible puissance
0	0	1 ou 2	1 ou 2	Arc puissant
0	0	2	2	Faibles décharges continues à potentiel flottant
5	0	0	1 or 2	Décharges partielles continues

Tableau V.5. Diagnostic par la méthode affinée des rapports de Rogers.

V.1.3. Méthode de Doernenburg [21]

Doernenburg utilise dans son diagnostic 4 rapports et six gaz caractéristiques (tableau V.6). Il a pu séparer les défauts thermiques des défauts électriques et établi des valeurs limites des gaz clés (tableau V.7).

Défaut	R1	R2	R3	R4
Décomposition thermique	>1.0	<0.75	<0.3	>0.4
Couronne (DP de faible intensité)	<0.1	Non significatif	<0.3	>0.4
Arcs (Décharges de fortes intensités)	>0.1 et <1.0	>0.75	>0.3	<0.4

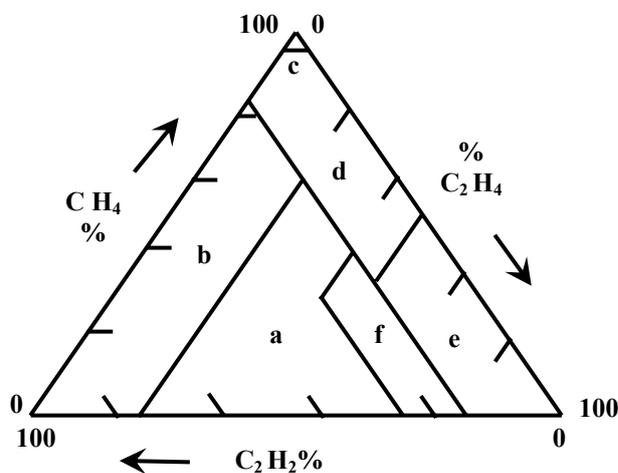
Tableau V.6. Méthode des rapports de Doernenburg

Gaz	H ₂	CH ₄	CO	C ₂ H ₂	C ₂ H ₄	C ₂ H ₆
limite L1 (ppm)	100	120	350	35	50	65

Tableau V.7. Limites L1 de Doernenburg

V.1.4. Méthode de Duval [19]

Duval a proposé une méthode basée uniquement sur trois gaz clés dont les quantités sont disposés dans un triangle dont la surface est divisée en zones de défauts (figure V.1).



- a. Décharges de forte énergie-arcs ($I > 20$ In)
- b. Décharges de faible énergie
- c. Décharges couronne
- d. Points chauds, $T < 200^\circ\text{C}$
- e. Points chauds, $200 < T < 400^\circ\text{C}$
- f. Points chauds, $T > 400^\circ\text{C}$

Figure V.1. Triangle de Duval

Les coordonnées du triangle :

$$\% C_2H_2 = \frac{100x}{x+y+z} ; \quad \% C_2H_4 = \frac{100y}{x+y+z} ; \quad \% CH_4 = \frac{100z}{x+y+z} ;$$

Avec $x = [C_2H_2]$; $y = [C_2H_4]$; $z = [CH_4]$;

V.1.5. Application de la méthode des gaz clés

La norme IEEE std C 57.104 présente également une méthode de diagnostic basée sur les taux de gaz caractéristiques enregistrés (tableau V.8).

Défaut	Gaz clé	Critère	Taux de gaz en %
Arc	Acétylène (C ₂ H ₂)	Fort taux de H ₂ et C ₂ H ₂ , et faibles quantités de CH ₄ et C ₂ H ₄ . CO et CO ₂ peuvent aussi exister si la cellulose est impliquée.	H ₂ : 60 % C ₂ H ₂ : 30 %
Couronne (Décharge Partielle)	Hydrogène (H ₂)	Fortes quantités de H ₂ et CH ₄ , et faibles quantités de C ₂ H ₆ et C ₂ H ₄ . CO et CO ₂ peuvent être comparables si la cellulose est impliquée.	H ₂ : 85 % CH ₄ : 13 %
Echauffement de l'huile	Ethylène (C ₂ H ₄)	Fortes quantités de C ₂ H ₂ faibles quantités de C ₂ H ₆ , quelques quantités de CH ₄ et H ₂ . Traces de CO.	C ₂ H ₄ : 63 % C ₂ H ₆ : 20 %
Echauffement de la cellulose	Monoxyde de carbone (CO)	Fortes quantités de CO et CO ₂ . Les gaz hydrocarbures peuvent exister	CO : 92 %

Tableau V.8. Critères de diagnostic de la méthode des gaz clés

V.2. Courant et énergie des décharges

Dan le but de déterminer le niveau de décharge à appliquer, nous avons étudié les variations de la tension de claquage pour trois configurations d'électrodes différente. La figure V.2 représente les variations de la tension de claquage en fonction du nombre de décharges.

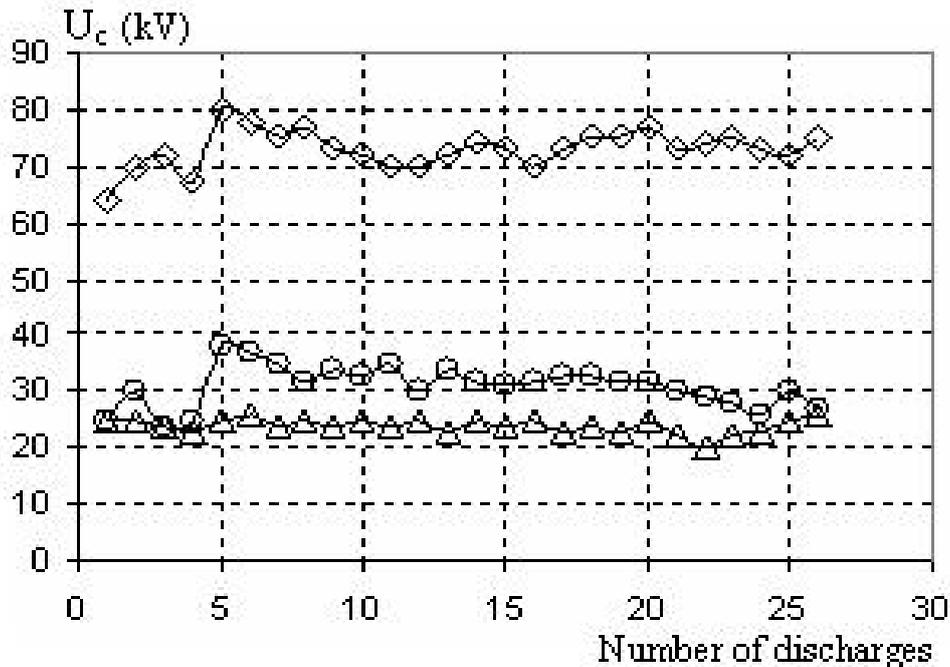


Figure V.2. Tension disruptive U_c en fonction du nombre de décharges pour le 3 configurations, $d=2.5\text{mm}$: (◇) hémisphère – hémisphère; (○) hémisphère – pointe avec $r_p=500\ \mu\text{m}$; et (△) hémisphère – point avec $r_p=200\ \mu\text{m}$

Lorsque le rayon de la pointe est réduit, le champ électrique est ainsi renforcé et la tension de décharge diminue. La charge moyenne est d'autant plus importante que le rayon de courbure de l'électrode pointe est grand et les tensions de décharge correspondantes sont plus importantes (figure V.3).

Les énergies mesurées pour chaque configuration d'électrodes sont d'autant plus faibles que le rayon de courbure est faible. Il faut noter que l'application d'une centaine de décharges d'énergie inférieure à 5mJ n'affecte pratiquement pas les caractéristiques de l'huile ; et quasiment aucun gaz dissous n'a été détecté.

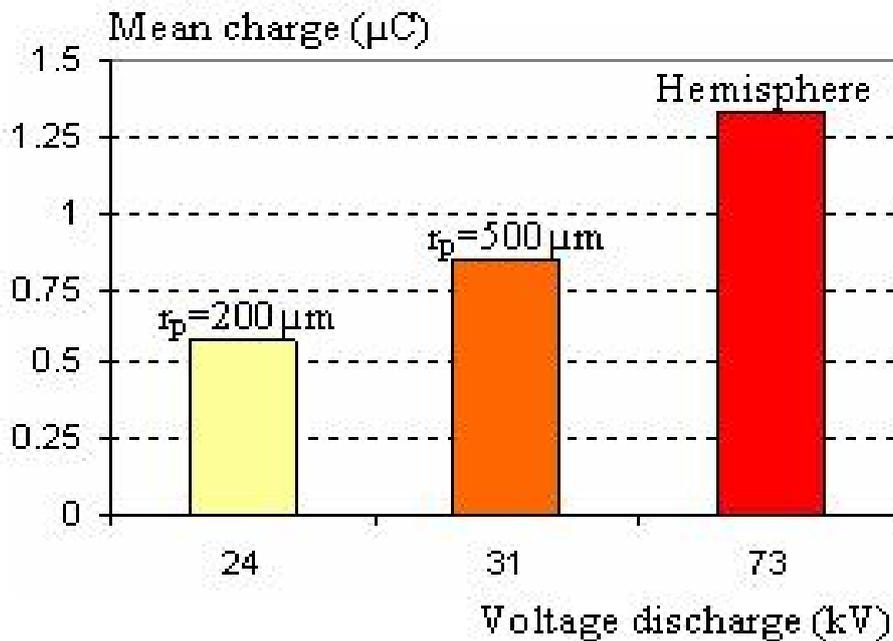


Figure V.3. Charge moyenne pour différentes tensions de décharge et rayons de courbure de l'électrode HT

Les signaux de courant sont caractérisés par des impulsions discrètes positives et négatives d'amplitudes comparables. La figure V.4 présente les signaux les plus fréquemment enregistrés. Nous observons que les premières impulsions (2 à 5) sont de même polarité (positive ou négative) et apparaissent en un laps de temps de l'ordre de 1 à 4 ms. Elles sont suivies par des paquets de 2 à 5 impulsions qui évoluent de manière alternative à des fréquences entre 500 Hz et 20 kHz. Ces alternances ne sont pas liées à celles de la tension appliquée car la durée totale de l'événement est inférieure à la demi-période de la tension (10 ms). Ceci peut être la conséquence d'une charge d'espace cumulée qui aurait tendance de s'écouler périodiquement dans le sens opposé des charges ayant contribué à sa formation.

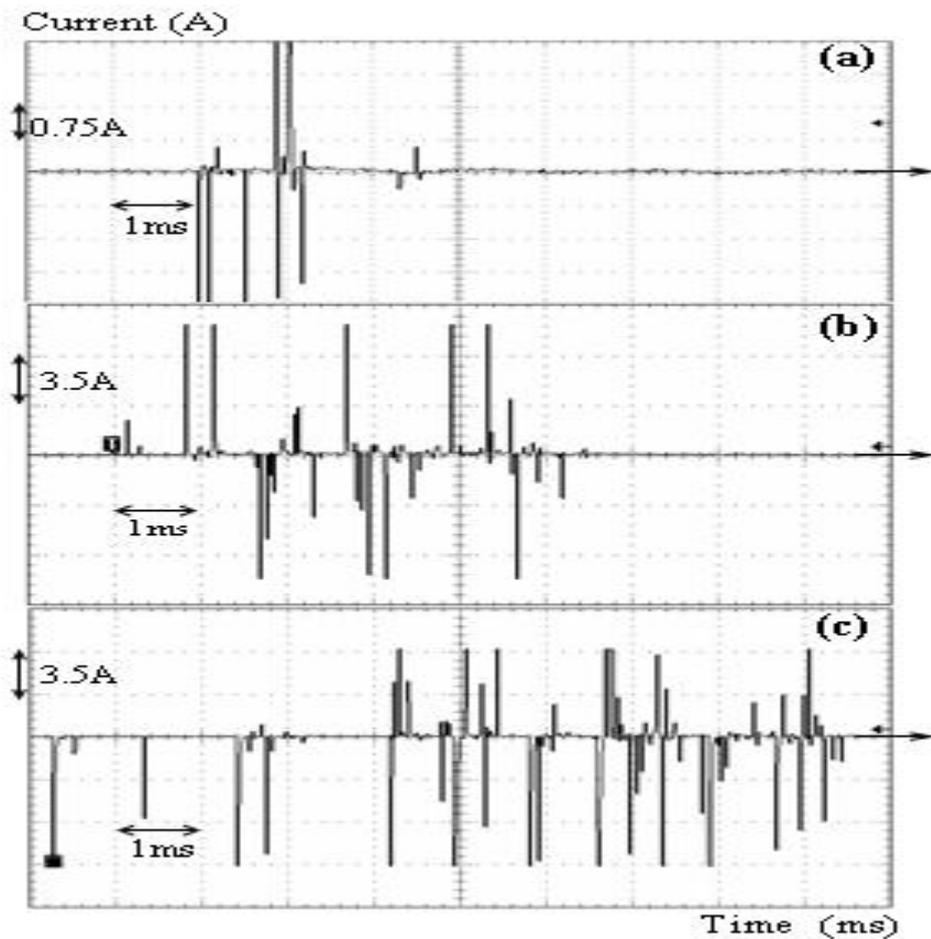


Figure V.4. Signaux typiques des courants de décharge dans l'huile minérale.
(a) faible, (b) moyen et (c) haut niveau d'énergie. $d=2.5\text{mm}$; $U=25\text{kV}$,
 $r_p=200\mu\text{m}$.

La densité spectrale de la FFT de ces signaux de courant montre 2 fréquences caractéristiques de l'ordre de 1 à 4 kHz pour les signaux de moyenne et haute énergie avec une amplitude de 40 dB et 7 kHz pour les signaux de faible niveau d'énergie avec une amplitude de 10dB (figure V.5).

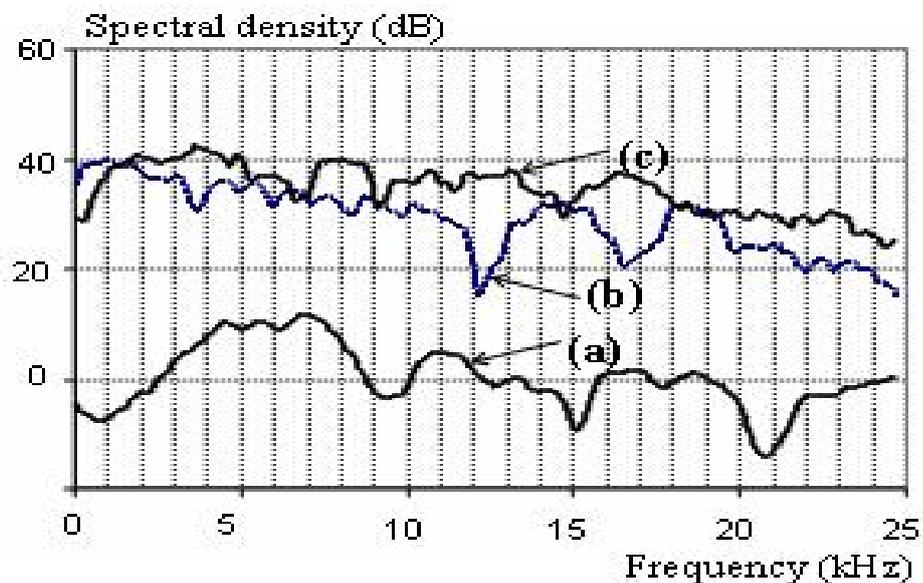


Figure V.5. Variations de la densité spectrale des trois signaux de courant de la figure V.4.

Et comme la vitesse de la décharge (streamer) dans l'huile dans des conditions similaires a été estimée à plus de 1.4 km/s [52, 53], la durée de chaque impulsion est suffisante pour la propagation de décharges jusqu'à l'électrode opposée.

La figure V.6 montre les variations chronologiques de l'énergie correspondant à chaque décharge (ou pic de courant). L'énergie maximale enregistrée pourrait dépasser 15 mJ pour certains pics. La valeur moyenne de l'énergie dissipée est de 4.5 mJ alors que la charge moyenne est de l'ordre de 200nC. Cette charge est largement plus grande que la limite des décharges partielles, dépendant de la tension et de la dimension du transformateur, et qui varie entre 100 et 500 pC [23].

V.3. Analyse Chromatographique

Dans le but de mettre en évidence la particularité des décharges énergétiques par rapport aux décharges intermittentes de type "étincelle" d'énergie moyenne, nous avons appliqué 2 séries de décharges de forte et de faible niveau d'énergie.

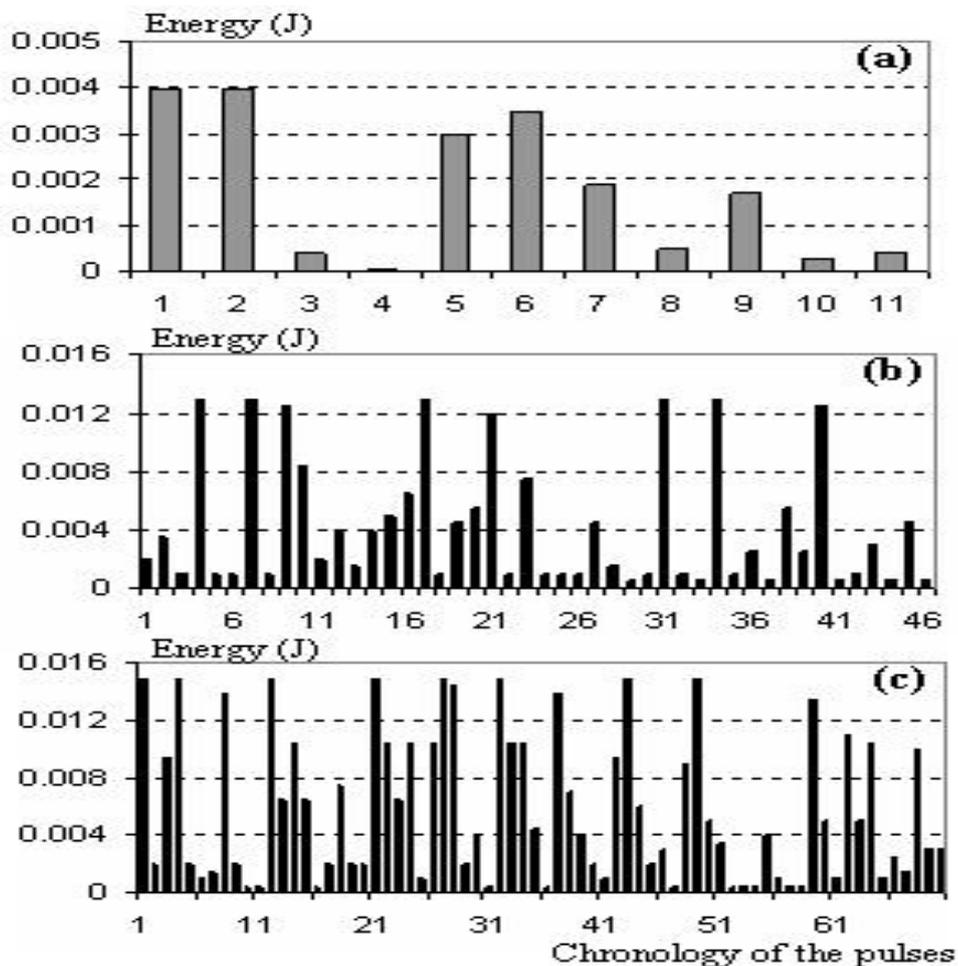


Figure V.6. Energies des impulsions de courant de la figure V.4 en fonction de leur chronologie ; $d=2.5\text{mm}$; $U=25\text{kV}$; $r_p=200\mu\text{m}$

Le tableau V.9 donne les concentrations des différents gaz dissous mis en évidence, où il apparaît que la quantité d'acétylène et la quantité totale des gaz de combustion sont respectivement 6 et 25 fois plus grandes que celles détectées dans la première série de tests. Il y a lieu de mentionner que les quantités inférieures à 1 ppm sont indétectables (ND) par l'appareillage utilisé et sont ainsi négligées. Le rapport entre deux faibles quantités est donc non déterminé.

Type de gaz	Colonne de détection	Concentration en ppm
Hydrogène (H ₂)	A	ND <1
Méthane (CH ₄)	A	ND <1
(CO)	A	3
(CO ₂)	B	582
Ethylène (C ₂ H ₄)	B	26
Ethane (C ₂ H ₆)	B	ND < 1
Acétylène (C ₂ H ₂)	B	231 >>3
Equivalent TCG (%)		0.02

Tableau V.9. Type et concentration des gaz dissous détectés dans le premier échantillon

Type de gaz	Colonne	Concentration en p.p.m.
Hydrogène (H ₂)	A	175
Méthane (CH ₄)	A	70
(CO)	A	3
(CO ₂)	B	433
Ethylène (C ₂ H ₄)	B	186
Ethane (C ₂ H ₆)	B	ND < 1
Acétylène (C ₂ H ₂)	B	1437 >>>3
Equivalent TCG (%)		0.50

Tableau V.10. Type et concentration des gaz dissous détectés dans le deuxième échantillon

Le tableau V.10 présente les rapports des quantités de gaz dissous et la codification correspondante conformément à la CEI 60599. Les grandes valeurs du premier rapport C_2H_2/C_2H_4 sont codifiées comme étant générées par des décharges de forte densité d'énergie dans l'huile, alors que les faibles quantités de CH_4 et H_2 indiquent la présence de décharges partielles ou une surchauffe persistante de l'huile. Le grand rapport C_2H_4/C_2H_6 est caractéristique de grandes températures prolongées.

En appliquant la méthode de diagnostic de Doernenburg [18, 21], nous avons relevé que les conditions d'interprétation des gaz dissous ne sont pas satisfaites (Tableau V.12). Les quantités enregistrées de H_2 , CH_4 , C_2H_4 et C_2H_6 sont inférieures à celles requises pour la validation du diagnostic. Cependant, l'application de cette méthode pour les résultats du deuxième échantillon met en évidence des décharges de forte énergie.

D'autre part, en appliquant la méthode de Rogers pour les deux échantillons d'huile, nous obtenons les rapports des gaz clés présentés dans le tableau V.13. Du fait des valeurs indéterminées des deux premiers rapports, cette méthode est également incapable de diagnostiquer les résultats du premier échantillon. Elle diagnostique seulement des décharges de forte énergie (arcs) ou des décharges continues de faible intensité pour le deuxième échantillon. Ce diagnostic n'est pas aussi tranchant que ceux obtenus par les méthodes CEI ou de Doernenburg.

		$\frac{C_2H_2}{C_2H_4}$	$\frac{CH_4}{H_2}$	$\frac{C_2H_4}{C_2H_6}$
Rapports des gaz caractéristiques	Echantillon 1	8.88	ND/ND	> 26
	Echantillon 2	7.72	0.4	> 186
Codification des rapports	Echantillon 1	2	ND	2
	Echantillon 2	2	0	2

Tableau V.11. Rapports des quantités de gaz et la codification correspondante.

	Rapports des gaz clés			
	Rapport principal		Rapport auxiliaire	
	CH_4/H_2	C_2H_2/C_2H_4	C_2H_6/C_2H_2	C_2H_2/CH_4
Echantillon 1	ND	8.88	ND	>0.3
Echantillon 2	0.4	7.72	< 0.4	20.53

Tableau V.12. Rapports des quantités de gaz pour la méthode de Doernenburg.

	Rapports des gaz clés	
	Echantillon 1	Echantillon 2
CH ₄ /H ₂	ND/ND	0.4
C ₂ H ₆ /CH ₄	ND/ND	<0.014
C ₂ H ₄ /C ₂ H ₆	>26	>186
C ₂ H ₂ /C ₂ H ₄	8.88	7.72

Tableau V.13. Rapports des quantités de gaz obtenues dans les deux échantillons selon la méthode de Rogers.

Les codes CEI et IEEE sont très pratiques pour un diagnostic rapide des huiles de transformateur. Cependant, le nombre et les types de défauts prévus par ces codes sont inférieurs au nombre de combinaisons théoriques possibles.

Bien que la détérioration de l'huile étudiée résulte de décharges électriques, l'effet thermique induit par ces décharges n'est pas moins impliqué dans le processus de dégradation de l'huile.

La génération d'une grande quantité de C₂H₄, bien connu pour être un gaz caractéristique des défauts thermiques [18, 27], est un indicateur de cet effet. La quantité de ce gaz mesurée dans le deuxième échantillon est fortement élevée par rapport à celle tolérée par les normes.

V.4. Interprétation

Les volumes de liquide susceptibles d'être évaporés (la région de liquide la plus concernée par les décharges) sont : (1) le cône ayant l'électrode pointe comme sommet et l'électrode hémisphérique comme base, pour les premières séries de test ; et (2) approximativement le volume cylindrique inter électrodes sphériques pour la deuxième série de tests. Les volumes correspondants sont approximativement de 100 et 300mm³ respectivement pour la première et la deuxième série de tests. L'énergie nécessaire pour évaporer de tels volumes de liquide peut être estimée par la loi de Trouton qui donne (avec une bonne approximation) la densité minimale d'énergie pour évaporer un liquide donné. Elle est de 1.2 10⁶ J/m³. Ainsi, pour le premier échantillon, cela nécessite 120 mJ pour évaporer 100 mm³ d'huile. Comme nous avons appliqué 38 décharge cumulatives, l'énergie moyenne de chaque décharge serait alors de 3.16 mJ. Sachant que l'énergie mesurée pour chaque décharge est plus grande (5 à 15 mJ), l'énergie de chaque décharge partielle est alors assez suffisante pour évaporer le liquide. Pour la seconde série de tests, cela nécessite 360 mJ pour évaporer 300 mm³ de liquide. L'énergie moyenne pour chacune des 4 décharges de type arc serait de 90 mJ, alors que celles mesurées sont de l'ordre de 100 mJ.

Les estimations précédentes sont faites en supposant que la totalité du volume considéré de liquide entre les électrodes est évaporé. En effet, le volume considéré est plus faible et l'énergie nécessaire à l'évaporation est plus petite que celle estimée précédemment. Par conséquent, l'énergie totale des décharges n'est pas seulement dispensée dans l'évaporation du liquide mais aussi sous différentes autres formes (dissociation, ionisation, ...) [38, 54-60].

Considérons maintenant le volume total de gaz dissous mesuré dans chacun des deux échantillons par chromatographie. D'après les tableaux V.9 et V.10, nous avons 280 mm³ pour le premier échantillon et 760 mm³ pour le deuxième. D'autre part, la dissociation requiert 10 eV par molécule, ce qui donne 43 J/cm³ [54]. Cette énergie représente une valeur maximale. Par conséquent, le volume de gaz produit dans le premier échantillon par chaque décharge (5 à 15 mJ) serait entre 0.116 et 0.348 mm³ et le volume total pour 38 décharges cumulatives serait entre 4.41 et 13.24 mm³. Ce volume est très petit comparé à celui des gaz dissous estimé par chromatographie, à savoir 280 mm³. Ainsi, le mécanisme de dissociation est improbable pour générer un tel volume. L'énergie injectée dans le premier échantillon peut contribuer à l'échauffement du liquide jusqu'à des températures supérieures à celle d'évaporation du liquide (148°C).

En ce qui concerne le deuxième échantillon, l'énergie de chaque arc est de l'ordre de 100 mJ. Ceci peut produire 2.3 mm³ de gaz par décharge et 9.2 mm³ pour les 4 décharges. Ce volume est aussi plus petit que celui mesuré, à savoir 760 mm³. Les mêmes commentaires que précédemment sont valables, sauf que, pour ce cas, le fort excédent d'énergie est largement suffisant pour provoquer la cassure des liaisons C-C des molécules d'huile pour générer les fortes quantités d'acétylène mesurées. Le processus de création de ces dérivés peut avoir lieu selon le schéma proposé sur la figure V.7. On notera que l'ionisation requiert une énergie du même ordre de grandeur que celle nécessaire à la dissociation.

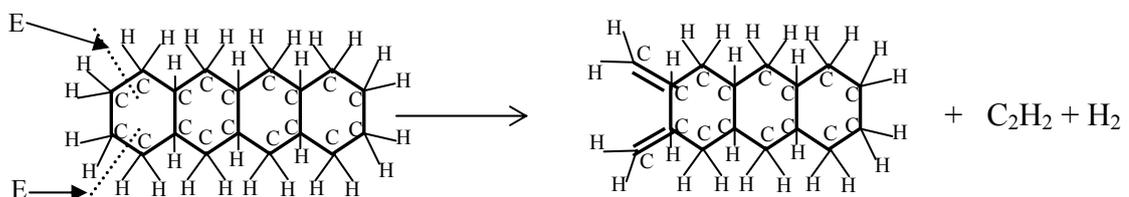


Figure V.7. Mécanisme chimique possible pour la génération d'acétylène.

Conclusion

Les courants associés aux décharges dans l'huile sont constitués par des impulsions sur lesquelles sont superposés d'autres pics de différentes fréquences caractéristiques. La nature de ces courants et la constitution moléculaire de l'huile étudiée dénote de la complexité des processus physiques et chimiques impliqués dans ces décharges. L'énergie correspondant à ces pics de courant est la plus décisive par rapport au nombre de décharges aussi bien pour le processus de détérioration de l'huile que pour la nature et la quantité des gaz dissous. Les gaz de défaut, notamment les plus compromettants tels que le C_2H_2 , sont générés pour des niveaux d'énergie excédant les 7 joules, et leur quantité augmente fortement, de manière non linéaire, au fur et à mesure que les décharges ont lieu : Seulement 2 décharges de type arc dans un volume d'huile de 330ml sont suffisantes pour générer des quantités d'acétylène plus grandes que celles tolérées par les normes.

Conclusion générale

La teneur en eau sous forme dissoute dans l'huile est le paramètre essentiel qui affecte la rigidité diélectrique (tension de claquage). Elle n'est cependant pas le seul paramètre décisif. Son action est combinée avec celles des autres paramètres. Le vieillissement de l'huile à travers lequel des réactions d'acidification pouvant être enclenchées par la présence de l'eau fait que de faibles quantités d'eau rajoutées à une telle huile permettent de réduire sensiblement ses propriétés d'isolement. Ceci est illustré par les valeurs des mesures de $\tan \delta$ et de la résistivité obtenues sur l'huile A qui sont de meilleure qualité que celles de l'huile B, alors que cette dernière est sensée avoir subi un traitement.

Au travers des différents essais que nous avons réalisés sur l'huile étudiée et les événements observés à travers la surveillance et le suivi durant son utilisation, il apparaît d'un point de vue technique que la dégradation progressive de celle-ci est due à la combinaison simultanée des contraintes physiques, chimiques et électriques.

L'augmentation de la teneur en eau (humidité) joue un rôle prépondérant dans l'accélération du processus de cette dégradation. Les conséquences peuvent s'exprimer sous forme de :

- Diminution de la rigidité.
- Augmentation des pertes à long terme.
- Diminution de la résistivité quand l'huile et l'eau sont dans la phase de miscibilité.
- Augmentation de l'acidité à long terme.

Les vieillissements thermique et électrique sont peu liés ; seule la rigidité semble être affectée par les défauts électriques de l'huile C. Les autres paramètres (résistivité, $\tan \delta$, ϵ_r et teneur en eau) demeurent peu sensibles à ce type de défaut. La génération de grandes quantités de gaz de défaut affecte faiblement ces paramètres.

Les mesures physico-chimiques combinées avec l'analyse des gaz dissous permettent non seulement d'évaluer l'état général de l'huile mais aussi de mettre en évidence les raisons de détérioration de l'isolation ou l'origine des facteurs de contamination, et ainsi prendre les mesures appropriées pour assurer un fonctionnement sûr des équipements.

Ainsi, nous avons pu identifier les niveaux d'énergie limites des décharges au delà desquels un certain nombre de gaz compromettants à la qualité de l'huile, et par conséquent du transformateur, peuvent être générés. Les décharges de forte énergie, telles que celles menant aux arcs, sont capables de casser les liaisons C-C et générer davantage de gaz et de composés moléculaires dérivés. La création de gaz par vaporisation est aussi importante pour les décharges de faible énergie que pour celles de forte énergie.

Dans certains cas, la chromatographie en phase gazeuse n'est pas suffisante à elle seule de donner un diagnostic formel de l'état de l'huile. Les composés furaniques résultant de la décomposition du papier sont également déterminants.

Bibliographie

- [1] N. Berger, M. Randoux, G. Ottmann et P. Vuarchex, “*Revue des isolants liquides*”, *ELECTRA*, N°171, p.32-57, Avril 1997.
- [2] P.J. Vuarchex “*claquage au choc de foudre des huiles pour transformateur*”, *Journées d'études sur la conduction et le claquage dans les liquides isolants*, 13 et 14 Mars 1986, Grenoble, France, p.105-111.
- [3] N. Berger, *Liquides isolants en électrotechnique, présentation générale*, *Techniques de l'Ingénieur*, D 2 470, France, 5-2002.
- [4] N. Berger, *Liquides isolants en électrotechnique, Caractéristiques des produits*, *Techniques de l'Ingénieur*, D 2 471, France, 5-2002.
- [5] R. Tobazeon, *Préclaquage et claquage des liquides diélectriques*, *Techniques de l'Ingénieur*, D 2 450, France, 11-1997.
- [6] K.Miners, “*Particles and moisture effect on dielectric strength of transformer oil using VDE electrodes*” *IEEE Trans. on Pow. App. And Syst.* , PAS-101, 1982, p. 751-756.
- [7] I. Fofana, H. Borsi and E. Gockenbach “*Fundamental investigations on some transformer liquids under various outdoor conditions*”, *IEEE Trans. on Diel. and Elect. Ins.* Vol.8 No.6 December 2001
- [8] C. Ekanayake, S.M. Gubanski, A. Graczkowski and K. Walczak, “*Frequency response of oil impregnated pressboard and paper samples for estimating moisture in transformer insulation*”, *IEEE Trans on Power Delivery*, Vol.21 No.3, July 2006.
- [9] P. M. Balma, R. C. Degeneff, H.R.Moore and L.B. Wagenaar, “*The effects of long term operation and system conditions on the dielectric capability and insulation coordination of large power transformers*”, *IEEE Trans on Power Delivery*, Vol.14 No.3, July 1999.
- [10] M. A. Abdel Ouahab, M.M. Hamada, A.G. Zeitoun and G. Ismail, “*A newly modified forced oil cooling system and its impact on in-service transformer oil characteristic*”, *IEEE Trans on Power Del.*, Vol.18 No.3, July 2003.

- [11] B. Garcia, J.C. Burgos, A.M Alonso, J. Sanz: A moisture-in-oil model for power transformer monitoring-Part I : Theoretical foundation, IEEE Trans. on Power Delivery, Vol.20, No.2, April 2005, pp. 1417-1422.
- [12] B. Garcia, J.C. Burgos, A.M Alonso, J. Sanz: A moisture-in-oil model for power transformer monitoring-Part II: Experimental verification, IEEE Trans. on Power Delivery, Vol.20, No.2, April 2005, pp. 1423-1429.
- [13] I. Holhein, A. J. Kachler: Aging of cellulose at transformer service temperatures. Part2. Influence of moisture and temperature on degree of polymerization and formation of furanic compounds in free-breathing systems, IEEE Electrical insulation magazine, Vol. 21, No.5, September/October 2005. pp. 20-24.
- [14] A. W. Galli, M. D. Cox: Temperature rise of small oil-filled distribution transformers supplying nonsinusoidal load currents, IEEE Trans. on Power Delivery, Vol.11, No.1, January 1996, pp. 283-291.
- [15] W. J. McNutt: Insulation thermal life considerations for transformer loading guides, IEEE Trans. on Power Delivery, Vol.7, No.1, January 1992, pp. 392-401.
- [16] B. C. Lecieutre, W. H. Hagman, J. L. Kirtley Jr: An improved transformer top oil temperature model for use in an on-line monitoring and diagnostic system, IEEE Trans. on Power Delivery, Vol.12, No.1, January 1997, pp. 249-256.
- [17] Norme CEI 60 599 (Ed. 2) : Matériels électriques imprégnés d'huile minérale en service- Guide pour l'interprétation de l'analyse des gaz dissous et des gaz libres, Mars 1999.
- [18] Guide for interpretation of gases generated in oil-immersed transformers, IEEE Std. C57.104, 1991.
- [19] M. Duval, J. Dukarm, "Improving the reliability of transformer gas-in-oil diagnosis", IEEE elect. Ins. Magazine, Vol. 21, No. 4, July/August 2005, pp. 21-27.
- [20] R. R. Rogers, "IEEE and IEC codes to interpret incipient faults in transformers using gas in oil analysis," IEEE Trans. Dielect. Elect. Insulation, vol. E1-13, pp. 349–354, Oct. 1978.
- [21] E. Döernenburg and W. Strittmatter, "Monitoring oil-cooled transformers by gas analysis," Brown Boveri Rev., Vol. 61, No. 5, pp. 238–247, May 1974.
- [22] V.G. Arakelian, "Effective diagnostics for oil-filled equipment". IEEE electrical insulation magazine, Vol. 18, No. 6, November/December 2002, pp. 26-38.
- [23] M. Wang, A.J. Vandermaar, K. D. Srivastava, "Review of condition assessment of power transformers in service". IEEE electrical insulation magazine, Vol. 18, No. 6, November/December 2002, pp. 12-25.

- [24] Mang-Hui Wang, "A Novel extension method for transformer fault diagnosis", IEEE Transactions on power Delivery, Vol. 18 No. 1, January 2003, pp.163-169.
- [25] K.F. Thang, R. K. Aggarwal, A. J. McGrail and D. G. Esp, "Analysis of power transformer dissolved gas data using the self-organizing map", IEEE Transactions on power Delivery, Vol. 18 No. 4, October 2003, pp.1241-11248.
- [26] Yann-Chang Huang, " A new data mining approach to dissolved gas analysis of oil-insulated power apparatus", IEEE transactions on power delivery, Vol. 18, No. 4, October 2003, pp. 1257-1261.
- [27] D. R. Morais, J. G. Rolim, "A hybrid tool for detection of incipient faults in transformers based on the dissolved gas analysis of insulating oil", IEEE Transactions on power Delivery, Vol. 21 No. 2, April 2006, pp.673-680.
- [28] Christophe Perrier, *Etude des huiles et des mélanges à base d'huiles minérales pour transformateurs de puissance- recherche d'un mélange optimal* », Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Lyon, Avril 2005.
- [29] S. E. Chitour : *Raffinage du pétrole*, Tome 01, OPU, Alger, 1983.
- [30] R. Tobazeon : *conduction électrique dans les liquides*, Techniques de l'ingénieur, Traité D2430, Novembre 1996.
- [31] P. J. Vuarchex : *huiles et liquides isolants*, Techniques de l'ingénieur, Volume DAB, Traité D230, Juin 1995.
- [32] Norme ASTM D 1500 équivalente à NFT 60 - 104 et à NF ISO 2049 : *Produits pétroliers : Détermination de la couleur* (échelle ASTM), Mars 1998.
- [33] Norme CEI 60 422 (Draft Ed. 3) : *Guide de maintenance et de surveillance des huiles minérales isolantes en service dans les matériels électriques*, 2004.
- [34] F Guerbas, A Boubakeur, A Beroual, M Zitouni : Effet d'une barrière isolante sur la tension de claquage de l'huile de transformateur dans un système pointe-plan sous tension alternative, 7^{ème} CNHT, Sidi Belabbes, 19-21 Avril 2009, p. 80-83
- [35] R. Papoular : *Phénomènes électriques dans les gaz*, Dunod, 1963.
- [36] T. J. Gallagher: *Simple Dielectric Liquids Mobility*, Conduction and Breakdown, Oxford Science Research Papers, Clarendon Press – Oxford, 1975.
- [37] W.G.Chadband: *On variations in the propagation of positive discharges between transformer oil and silicone fluids*, J. Phys, D. Appl phys, Vol.13, 1980.

- [38] A. Beroual: *Electronic and gaseous processes in prebreakdown phenomena of dielectric liquids* J. Appl. Phys.73 (9), 1993.
- [39] Norme ISO 2909, «Produits pétroliers - Calcul de l'indice de viscosité à partir de la viscosité cinématique », Décembre 2002.
- [40] NFT 60-104 équivalente à NF ISO 2049 «Produits pétroliers - Détermination de la couleur (échelle ASTM), Mars 1998.
- [41] Norme ISO 6618, «Produits pétroliers et lubrifiants - Détermination de l'indice d'acide ou de l'indice de base - Méthode par titrage en présence d'un indicateur coloré», Février 1997.
- [42] NF.T. 60-103, « point éclair en vase clos des lubrifiants et huiles combustibles », Décembre 1968.
- [43] Norme CEI 60 814 (Ed. 2), «Isolants liquides - Cartons et papiers imprégnés d'huile - Détermination de la teneur en eau par titrage coulométrique de Karl Fisher automatique », Août 1997.
- [44] Norme CEI 60 156 (Ed. 2), «Isolants liquides - Détermination de la tension de claquage à fréquence industrielle - Méthode d'essai », Août 1995.
- [45] Norme CEI 60 247 (Ed. 3), « Liquides isolants - Mesure de la permittivité relative, du facteur de dissipation électrique ($\tan \delta$) et de la résistivité en courant continu », Février 2004.
- [46] Norme CEI 60475 : *Méthode d'échantillonnage des diélectriques liquides*, 1974
- [47] I. Khelfane, F. Benlhafsi : *Service d'analyses physico-chimiques – Méthode d'analyses des huiles lubrifiantes et diélectriques – Masse volumiques des liquides*, SONELGAZ DPE / R, Mai 2001
- [48] Norme CEI 60567 (Ed. 2) : *Guide d'échantillonnage de gaz et d'huile dans les matériels électriques immergés pour l'analyse des gaz libres et dissous*, Juillet 1992.
- [49] H. Moulai, A. Nacer, A. Beroual, 'Characterisation of partial discharges in mineral oil, Int Conf on Power and Energy systems', IASTED Europes 2006 26-28 juin 2006 Rhodes Greece.
- [50] H. Moulai, A. Nacer, I. Khelfane, A. Debche: Water content influence on physico-chemical properties of a transformer naphtenic oil, Proceedings of the 8th IASTED international conference on Power and Energy Systems, Corfu, Greece, June 23-25 2008, pp. 249-253.
- [51] C.T. Dervos, C.D.Paraskevas, P. Skafidas, P. Vassiliou: Dielectric characterisation of power transformer oils as a diagnostic life prediction method, IEEE Electrical Insulation Magazine, Vol. 21, No. 1, January/February 2005, pp. 11-19.

- [52] Beroual A, Tobazéon R (1986) Prebreakdown phenomena in liquid dielectrics. *IEEE Trans. on Electrical Insulation*, EI - 21, No. 4: 613-627.
- [53] Beroual A, Zahn M, Badent A et al. (1998) Propagation and Structure of Streamers in Liquid Dielectrics. *IEEE Electr. Insul. Magazine*, Vol. 14, No. 2: 6-17.
- [54] Felici NJ, Blazing a fiery trail with the hounds, *IEEE Trans. On Elect. Insul.* Vol. 23, No. 4, 1988, 497-503.
- [55] Beroual A, Tobazéon R, Marteau C, Behaviour of streamers in liquids under step voltages in point-plane Geometry. *IEEE Trans. on Elect. Insul.* EI - 23, No. 6, 1988, 955-959.
- [56] W F Schmidt, Electronic conduction processes in dielectric liquids, *IEEE Trans. on Elect. Ins.*, EI 19, No 5, 1984, p. 389-418.
- [57] J. C. Devins, S. J. Rzed, R. J. Schwabe, Breakdown and pre breakdown phenomena in liquids *J. Appl. Phys.*, Vol 52, 1981, p. 4531-4545.
- [58] T.J. Lewis, ‘New electro-mechanical Concepts of the primary mechanisms of electrical breakdown in liquids’, *Conf. Rec. On the ICDL '96, 12th International Conference on Conduction and Breakdown in Dielectric Liquids*, Roma, Italy, July 15-19, 1996.
- [59] T.J. Lewis, ‘Basic electrical processes in dielectric liquids’, *IEEE Trans. on Diel. And Elect. Ins.*, Vol.1, No.4, August 1994, pp.630-643.
- [60] A. Beroual, ‘Spectral analysis of light emitted by streamers and gas chromatography in liquid dielectrics’, *Jpn. J. Appl. Phys.*, Vol. 32, pp. 5615-5620, 1993.