



HAL
open science

Etude des huiles et des mélanges à base d'huile minérale pour transformateurs de puissance – Recherche d'une mélange optimal

Christophe Perrier

► To cite this version:

Christophe Perrier. Etude des huiles et des mélanges à base d'huile minérale pour transformateurs de puissance – Recherche d'une mélange optimal. Autre. Ecole Centrale de Lyon, 2005. Français. NNT: . tel-00141418

HAL Id: tel-00141418

<https://theses.hal.science/tel-00141418v1>

Submitted on 12 Apr 2007

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THESE

Présentée devant

L'ECOLE CENTRALE DE LYON

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR

(Arrêté du 30/03/1992)

Spécialité : Génie Electrique

Préparée au sein de

**L'ECOLE DOCTORALE
ELECTRONIQUE, ELECTROTECHNIQUE, AUTOMATIQUE
DE LYON**

par

Christophe PERRIER

**ETUDE DES HUILES ET DES MELANGES A BASE D'HUILE
MINERALE POUR TRANSFORMATEURS DE PUISSANCE –
RECHERCHE D'UN MELANGE OPTIMAL**

Soutenue le 12 avril 2005 devant la commission d'examen :

JURY : MM.

| | | |
|-------------------------|---------------------------------------|-------------------|
| J. MARTINEZ-VEGA | Professeur - Univ. P. Sabatier - LGET | Président |
| C. BROSSEAU | Professeur - Univ. de Bretagne - LEST | Rapporteur |
| I. FOFANA | Professeur - Univ. du Québec - CIGELE | Rapporteur |
| A. BEROUAL | Professeur - ECL - CEGELY | Examineur |
| J-L. BESSEDE | Docteur - AREVA T&D - ARC | Examineur |

A mes parents,

A mon frère,

A mon amie,

A toute ma famille,

Et à tous mes amis.

REMERCIEMENTS

Cette thèse est issue de la collaboration entre le laboratoire Technologie et Matériaux (LTM) de la société AREVA T&D et le Centre de Génie Electrique de Lyon (CEGELY) sur le site de l'Ecole Centrale de Lyon (ECL).

Je tiens à remercier mon directeur de thèse, Monsieur A. BEROUAL, Professeur à l'ECL, de m'avoir accueilli au sein du CEGELY, d'avoir dirigé mon travail de recherche et de m'avoir permis de travailler dans le domaine du génie électrique.

Je tiens à remercier Monsieur J-L. BESSEDE, responsable du LTM, pour avoir co-dirigé ce travail de thèse. Sa disponibilité, ses conseils, ses réflexions ainsi que la grande indépendance qu'il a su m'accorder m'ont été très utiles tout au long de cette thèse.

Je tiens à remercier également Monsieur C. BROSSEAU, Professeur au Laboratoire d'Electronique et Systèmes de Télécommunications de Bretagne, et Monsieur I. FOFANA, Professeur au CIGELE au Québec, pour avoir accepté d'être rapporteurs de ce travail et faire partie du jury de thèse.

Je remercie également Monsieur J. MARTINEZ-VEGA, Professeur au laboratoire de Génie Electrique de Toulouse, pour l'intérêt qu'il a bien voulu porter à ce travail et d'avoir accepté de faire partie du Jury.

Mes remerciements vont aussi à Monsieur J. PORTE, Technicien de recherche au LTM, qui a toujours su répondre à mes nombreuses sollicitations pour la mise en place des essais.

Cette thèse expérimentale a bénéficié de nombreuses collaborations au sein de la société AREVA T&D.

C'est ainsi que je tiens à remercier toutes les personnes du site de St Ouen qui ont su m'apporter leur aide et leur soutien et plus particulièrement Messieurs F. DEVAUX, G. LUNA, B. MIRZA et M. MARTIN et Mademoiselle S. MARY.

Je remercie également le Laboratoire de Toulouse (LOS) et plus particulièrement Madame V. INARD et Monsieur M. BELMILOUD pour leur aide et leurs conseils.

Je remercie le site de Vénissieux et plus particulièrement Monsieur P. LONG pour m'avoir prêté ses appareils de mesure.

Ce travail a également été réalisé grâce à la compétence et à la sympathie de l'équipe du LTM. J'adresse ainsi un grand merci à F. BEGUIN, P. GIANNINI, M. HAIROUR et F. MARIDET pour leurs conseils et leur bonne humeur, mais aussi à Y. KIEFFEL, I. HUET et O. VISATA qui ont toujours répondu à mes nombreuses sollicitations.

RESUME

L'huile minérale constitue le liquide isolant le plus communément employé dans les transformateurs de puissance d'une part pour ses propriétés physico-chimiques et d'autre part pour son faible coût et sa disponibilité. Cependant les performances de cette huile commencent à être limitées par rapport aux nouveaux critères. Pour palier à ce problème, deux solutions sont envisageables : trouver des liquides de substitution ou améliorer les propriétés de l'huile minérale. C'est à cette deuxième solution qu'est dédié ce travail. Il s'agit de trouver un mélange optimal d'huiles à base d'huile minérale, les additifs considérés étant des liquides isolants utilisés également dans les transformateurs tels que les huiles esters synthétiques et les huiles silicones. Des essais permettant d'analyser des caractéristiques fondamentales comme la miscibilité, la viscosité cinématique, la tenue diélectrique, la stabilité au vieillissement des huiles et des mélanges, et des mesures de tendance à la charge statique, ont été effectuées. Différents mélanges à différentes concentrations ont été étudiés. Pour des raisons techniques et économiques, l'accent est mis sur les mélanges composés de 80% d'huile minérale et 20% des autres types d'huile.

Il ressort des différents essais réalisés que chaque type d'huile a un avantage. L'huile minérale est la plus efficace pour évacuer la chaleur de par sa faible viscosité, l'huile ester synthétique présente la meilleure tenue diélectrique de par sa haute solubilité de l'eau, et l'huile silicone est la plus stable au vieillissement. D'autre part, le mélange optimal obtenu se compose de 80% d'huile minérale et 20% d'ester synthétique. Ce mélange permet d'améliorer certaines caractéristiques de l'huile minérale sans toutefois dégrader ses bonnes propriétés, tout en restant dans un coût raisonnable. Il présente, par rapport à l'huile minérale seule, une aptitude à évacuer la chaleur pratiquement équivalente, une tenue diélectrique plus élevée, une meilleure stabilité au vieillissement et une tendance à la charge statique modérée.

Mots clés : *huiles isolantes, huile minérale, huile ester synthétique, huile silicone, mélanges, viscosité et transfert de, tension de claquage, stabilité au vieillissement, densité de charge.*

ABSTRACT

Mineral oil is the most commonly used insulating liquid in power transformers due to its low price and its good properties. However, the performances of this oil start to be limited with respect to the new requirements. Two ways are considered to solve this problem: find substitution liquids or improve the properties of mineral oil. We are interested by the second solution. Our work consists in mixing mineral oil with others types of insulating liquids for transformers, and finding the best oil mixture based on mineral oil. For that, we consider two types of insulating oils as additives: silicon and synthetic ester oils. We analyse and compare these liquids as well as mixtures of these liquids, on the basic of the main properties required for an insulating liquid to be used in a power transformer, namely the miscibility, heat transfer, breakdown voltage, ageing stability and charge density. Different mixtures with different concentrations were studied, however, due to technical and economical reasons, we essentially present the results concerning mixtures based on 80% of mineral oil with 20% of other oils.

Through the different tests we realized, it appears that each oil type has an advantage. Mineral oil is the most efficient to transfer the heat due to its low viscosity, synthetic ester oil presents the best dielectric strength due to its high water solubility, and silicon oil ages slower. This work also gives prominence to the mixture 80% of mineral oil and 20% of synthetic ester oil as a good compromise to get a liquid better than mineral oil alone. In that sense it appears that this mixture improve the characteristics of mineral oil without degrading its good properties and by staying in a reasonable cost. Indeed, this mixture present, with respect to mineral oil alone, practically the same capacity to evacuate the heat, a higher dielectric strength, a better ageing stability and a moderate charging tendency.

Keywords : Insulating oils, mineral oil, synthetic ester oil, silicon oil, mixtures, heat transfer and viscosity, dielectric strength and breakdown voltage, ageing stability, charge density.

SOMMAIRE

| | |
|---|----------|
| INTRODUCTION GENERALE | 1 |
| I LES HUILES ISOLANTES POUR TRANSFORMATEURS | 5 |
| I. 1 GÉNÉRALITÉS | 8 |
| I. 1.1 <i>Technologie des transformateurs de puissance</i> | 8 |
| I. 1.2 <i>Rôle des huiles isolantes dans les transformateurs</i> | 11 |
| I. 1.2.1 Pourquoi des transformateurs remplis d'huile isolante ? | 11 |
| I. 1.2.2 Fonction diélectrique | 12 |
| I. 1.2.3 Fonction transfert de chaleur | 13 |
| I. 1.2.4 Autres fonctions | 14 |
| I. 2 LES CAUSES DE VIEILLISSEMENT DES HUILES ISOLANTES | 15 |
| I. 2.1.1 Oxydation de l'huile minérale | 16 |
| I. 2.1.1.a Mécanisme et conséquences | 16 |
| I. 2.1.1.b Inhibiteurs d'oxydation..... | 18 |
| I. 2.1.1.c Mesure de l'oxydation d'une huile | 20 |
| I. 2.1.2 Humidité..... | 21 |
| I. 2.1.2.a Teneur en eau | 21 |
| I. 2.1.2.b Intéractions papier/huile | 23 |
| I. 2.1.2.c Techniques de mesure | 24 |
| I. 2.1.3 Autres causes de vieillissement | 25 |
| I. 2.1.3.a Décharges partielles..... | 25 |
| I. 2.1.3.b Température..... | 26 |
| I. 3 LES PROPRIÉTÉS DES HUILES ISOLANTES | 27 |
| I. 3.1 <i>Propriétés électriques</i> | 27 |
| I. 3.1.1 Le traitement | 28 |
| I. 3.1.2 Permittivité, résistivité et facteur de dissipation ($\tan \delta$)..... | 29 |
| I. 3.1.2.a Permittivité | 29 |
| I. 3.1.2.b Résistivité / Conductivité..... | 30 |
| I. 3.1.2.c Facteur de dissipation | 31 |
| I. 3.1.2.d Techniques de mesure | 35 |
| I. 3.1.3 Rigidité diélectrique et tension de claquage | 37 |

| | | |
|---------------|--|-----------|
| I. 3.1.3.a | Géométrie des électrodes | 38 |
| I. 3.1.3.b | Influence de la température | 40 |
| I. 3.1.3.c | Influence de la pression | 40 |
| I. 3.1.3.d | Influence des impuretés | 41 |
| I. 3.1.3.e | Techniques de mesure | 46 |
| I. 3.1.4 | Phénomènes de gassing | 48 |
| I. 3.1.4.a | Décharges partielles..... | 48 |
| I. 3.1.4.b | Tendance au gassing..... | 49 |
| I. 3.1.4.c | Techniques de mesure | 50 |
| I. 3.1.5 | Tendance à l'électrisation statique (ECT)..... | 51 |
| I. 3.1.5.a | Phénomène d'électrisation statique..... | 52 |
| I. 3.1.5.b | Facteurs d'influence | 55 |
| I. 3.1.5.c | Techniques de mesure | 59 |
| <i>I. 3.2</i> | <i>Propriétés liées au transfert de chaleur</i> | <i>61</i> |
| I. 3.2.1 | Viscosité et point d'écoulement..... | 61 |
| I. 3.2.1.a | Viscosité dynamique..... | 61 |
| I. 3.2.1.b | Viscosité cinématique..... | 62 |
| I. 3.2.1.c | Point d'écoulement..... | 65 |
| I. 3.2.2 | Conductivité et capacité thermiques..... | 65 |
| I. 3.2.3 | Masse volumique et coefficient de dilatation | 66 |
| I. 3.2.4 | Aptitude au transfert de chaleur..... | 67 |
| I. 4 | SÉCURITÉ D'EMPLOI | 69 |
| <i>I. 4.1</i> | <i>Caractéristiques liées au feu.....</i> | <i>69</i> |
| I. 4.1.1 | Point d'éclair, point de feu et auto-inflammation | 70 |
| I. 4.1.2 | Caractéristiques de combustion | 71 |
| <i>I. 4.2</i> | <i>Toxicologie et ecotoxicologie.....</i> | <i>71</i> |
| I. 4.2.1 | Les propriétés toxicologiques..... | 72 |
| I. 4.2.2 | Les propriétés écotoxicologiques | 72 |
| I. 4.2.3 | Critères toxicologiques et environnementaux..... | 73 |
| I. 5 | SURVEILLANCE DES TRANSFORMATEURS EN SERVICE | 75 |
| I. 5.1 | Analyse des gaz dissous | 75 |
| I. 5.2 | Analyse des dérivés furaniques et dégradation du papier..... | 77 |
| I. 5.3 | Mesure des paramètres physico-chimiques de l'huile..... | 80 |
| I. 5.3.1 | Teneur en eau | 80 |

| | | |
|------------|--|------------|
| I. 5.3.2 | Acidité | 81 |
| I. 5.3.3 | Viscosité, tension interfaciale et couleur | 82 |
| I. 5.4 | <i>Mesures des paramètres électriques</i> | 83 |
| I. 6 | CONCLUSION | 85 |
| | | |
| II | PRESENTATION DES DIFFERENTS LIQUIDES POUR TRANSFORMATEURS | 87 |
| II. 1 | GÉNÉRALITÉS | 89 |
| II. 2 | LES HUILES MINÉRALES | 91 |
| II. 2.1 | <i>Composition et mise en œuvre des huiles minérales</i> | 91 |
| II. 2.1.1 | Composition | 91 |
| II. 2.1.2 | Mise en œuvre | 94 |
| II. 2.2 | <i>Caractéristiques</i> | 95 |
| II. 3 | LES HUILES ESTERS OU ESTER DU PENTAÉRYTHRITOL | 97 |
| II. 3.1 | <i>Caractéristiques</i> | 98 |
| II. 3.2 | <i>Utilisation</i> | 103 |
| II. 4 | LES HUILES SILICONES OU PDMS | 103 |
| II. 4.1 | <i>Caractéristiques</i> | 104 |
| II. 4.2 | <i>Utilisation</i> | 108 |
| II. 5 | LES HYDROCARBURES HALOGÉNÉS OU PCB | 108 |
| II. 5.1 | <i>Caractéristiques</i> | 109 |
| II. 5.2 | <i>Re-remplissage (« retro-filling »)</i> | 109 |
| II. 6 | LES HUILES VÉGÉTALES OU ESTERS NATURELS | 110 |
| II. 6.1 | <i>Caractéristiques</i> | 111 |
| II. 6.2 | <i>Utilisation</i> | 113 |
| II. 7 | CONCLUSION | 114 |
| | | |
| III | CHOIX DES PRODUITS ET ESSAIS DE CARACTERISATION | 115 |
| III. 1 | CHOIX DES TYPES D'HUILE | 117 |
| III. 1.1 | <i>Avantages et inconvénients</i> | 117 |
| III. 1.1.1 | Propriétés électriques | 117 |
| III. 1.1.2 | Propriétés thermiques | 118 |

| | | |
|--------------|--|-----|
| III. 1.1.3 | Stabilité au vieillissement..... | 119 |
| III. 1.1.4 | Sécurité et propriétés écotoxicologiques | 119 |
| III. 1.2 | <i>Synthèse</i> | 121 |
| III. 1.3 | <i>Description des produits choisis</i> | 122 |
| III. 1.3.1 | Huile minérale..... | 122 |
| III. 1.3.2 | Huile ester synthétique | 123 |
| III. 1.3.3 | Huile silicone..... | 123 |
| III. 1.3.4 | Tableau récapitulatif des caractéristiques | 124 |
| III. 2 | DESCRIPTION DES ESSAIS..... | 125 |
| III. 2.1 | <i>Miscibilité</i> | 125 |
| III. 2.1.1 | Analyse qualitative..... | 125 |
| III. 2.1.2 | Etude de compatibilité..... | 126 |
| III. 2.2 | <i>Transfert de chaleur</i> | 127 |
| III. 2.2.1 | Choix de la meilleure caractéristique..... | 127 |
| III. 2.2.2 | La viscosité cinématique | 130 |
| III. 2.3 | <i>Tenue diélectrique</i> | 131 |
| III. 2.3.1 | Tension de claquage | 131 |
| III. 2.3.1.a | Système expérimental..... | 132 |
| III. 2.3.1.b | Système normalisé..... | 133 |
| III. 2.3.2 | Le traitement de l'huile | 134 |
| III. 2.3.3 | Contrôle des impuretés..... | 135 |
| III. 2.4 | <i>Stabilité au vieillissement</i> | 137 |
| III. 2.4.1 | Description de l'essai | 137 |
| III. 2.4.1.a | Essai suivant ASTM D1934..... | 137 |
| III. 2.4.1.b | Les différents cas de vieillissement | 138 |
| III. 2.4.2 | Description des analyses..... | 143 |
| III. 2.4.2.a | Les analyses liées à la dégradation de l'huile | 143 |
| III. 2.4.2.b | Les analyses liées à la dégradation du papier | 144 |
| III. 2.5 | <i>Tendance à l'électrisation statique (ECT)</i> | 147 |
| III. 2.5.1 | Mesure de l'ECT | 148 |
| III. 2.5.2 | Facteurs d'influence et de corrélation..... | 149 |
| III. 3 | CONCLUSION | 150 |

IV RESULTATS EXPERIMENTAUX : COMPARAISON DES LIQUIDES ET DES MELANGES.. 151

| | | |
|-------------|--|-----|
| IV. 1 | ANALYSE QUALITATIVE DE LA MISCIBILITÉ..... | 153 |
| IV. 2 | ETUDE DE LA VISCOSITÉ CINÉMATIQUE | 154 |
| IV. 2.1 | <i>Effet de la température</i> | 154 |
| IV. 2.2 | <i>Loi des mélanges</i> | 157 |
| IV. 2.3 | <i>Conclusion</i> | 159 |
| IV. 3 | ETUDE DE LA TENSION DE CLAQUAGE | 160 |
| IV. 3.1 | <i>Etudes préliminaires</i> | 160 |
| IV. 3.1.1 | Essais préliminaires sur les huiles non traitées | 161 |
| IV. 3.1.2 | Influence du traitement sur la tenue au claquage..... | 162 |
| IV. 3.2 | <i>Etude des probabilités de claquage</i> | 167 |
| IV. 3.2.1 | Loi normale | 167 |
| IV. 3.2.1.a | Distribution normale..... | 167 |
| IV. 3.2.1.b | Droite de HENRI..... | 169 |
| IV. 3.2.1.c | Loi de GAUSS..... | 170 |
| IV. 3.2.2 | Etude sur 12 mesures..... | 171 |
| IV. 3.2.2.a | Fonction de répartition des densités de probabilité de claquage | 172 |
| IV. 3.2.2.b | Droites de HENRI | 175 |
| IV. 3.2.2.c | Courbes de GAUSS..... | 176 |
| IV. 3.2.3 | Etude approfondie sur 32 mesures..... | 178 |
| IV. 3.2.4 | Conclusion..... | 182 |
| IV. 3.3 | <i>Analyse des gaz dissous</i> | 183 |
| IV. 3.4 | <i>Conclusion</i> | 186 |
| IV. 4 | ETUDE DU VIEILLISSEMENT | 187 |
| IV. 4.1 | <i>Evolution de l'acidité et du facteur de dissipation (tan delta)</i> | 187 |
| IV. 4.1.1 | Essais pendant 96h (ASTM D1934)..... | 187 |
| IV. 4.1.2 | Essai pendant 500h..... | 190 |
| IV. 4.2 | <i>Analyse de la teneur en eau</i> | 192 |
| IV. 4.3 | <i>Evolution de la teneur en gaz dissous</i> | 193 |
| IV. 4.4 | <i>Evolution de la tension de claquage</i> | 195 |
| IV. 4.5 | <i>Vieillissement du papier</i> | 198 |
| IV. 4.6 | <i>Conclusion</i> | 202 |
| IV. 5 | ETUDE DE LA TENDANCE À LA CHARGE ÉLECTROSTATIQUE (ECT)..... | 204 |

| | | |
|----------------------------------|---|------------|
| <i>IV. 5.1</i> | <i>Génération de charge et influence de la teneur en eau.....</i> | <i>204</i> |
| <i>IV. 5.2</i> | <i>Corrélation de l'ECT et de la résistivité.....</i> | <i>206</i> |
| <i>IV. 5.3</i> | <i>Conclusion.....</i> | <i>207</i> |
| IV. 6 | CONCLUSION..... | 208 |
| CONCLUSION GENERALE | | 210 |
| BIBLIOGRAPHIE..... | | 213 |

INTRODUCTION GENERALE

Les transformateurs de puissance sont des composants essentiels des systèmes de transport et de distribution de l'énergie électrique. Ils constituent l'un des éléments les plus chers et il est donc fondamental qu'ils fonctionnent correctement durant de nombreuses années. La plupart des transformateurs de puissance à travers le monde sont remplis avec des liquides isolants. Ces liquides permettent d'assurer aussi bien l'isolation électrique (par imprégnation des isolants solides, cellulosiques en particulier) que le transfert de chaleur. En effet, en plus de leurs propriétés diélectriques, ils ont de bonnes propriétés de dissipation de chaleur comparés aux isolants solides et gazeux. L'huile minérale constitue le liquide le plus communément employé dans les transformateurs de puissance, d'une part pour ses propriétés physico-chimiques et d'autre part pour son faible coût [1]. En revanche, cette dernière a une faible résistance au feu et c'est pourquoi entre les années 1930 et le milieu des années 1970, des liquides ininflammables comme les polychlorobiphényles (PCB) ont été utilisés comme isolants dans les transformateurs. Cependant, ces derniers ont été reconnus comme dangereux pour les populations, les animaux et l'environnement, notamment par le fait qu'ils pouvaient dégager des dioxines lors d'une combustion incomplète. Depuis lors, les huiles minérales restent les seules à être utilisées dans les applications transformateurs de puissance. Par ailleurs, de nouveaux liquides de synthèse à basse inflammabilité telles que les huiles silicones ou esters synthétiques, ont été mis au point pour remplacer les PCB, mais leur utilisation reste limitée aux transformateurs de distribution ou de traction de part leur coût plus élevé.

Les progrès achevés sur les matériaux ces dernières décennies ont permis de réduire les distances d'isolement et par la même, et de façon significative, les dimensions des transformateurs, ce qui a eu pour conséquence l'augmentation des contraintes électriques et

des gradients de température. Ainsi, avec des distances d'isolement réduites et pour des tensions équivalentes ou plus élevées encore, les nouveaux matériaux doivent assurer l'isolation électrique et le refroidissement du transformateur. De plus, l'arrêt d'un tel appareil peut provoquer d'énormes pertes financières et stratégiques, amenant ainsi les huiles isolantes à avoir une durée de vie la plus longue possible. Face à ces nouvelles contraintes, l'huile minérale qui est le liquide isolant le plus utilisé dans les transformateurs de puissance, commence à être limitée. Il est par conséquent nécessaire de trouver d'autres liquides de substitution répondant aux critères exigés d'une huile de transformateur.

Actuellement, la plupart des transformateurs de puissance approchent ou excèdent les 25-30ans. Leur remplacement par des neufs tout simplement à cause de leur âge, n'est pas économique et pose d'énormes problèmes techniques. Le re-remplissage est une solution souvent envisagée, mais qui peut poser problème dans le sens où il reste toujours 10% de l'ancien liquide dans les pores des bobinages et les parois de la cuve après la vidange. Aussi, la compatibilité entre les huiles de remplissage et les résidus doit être assurée.

Ainsi, l'objectif principal des constructeurs de transformateurs de puissance serait donc d'arriver à avoir la durée de vie la plus longue possible pour minimiser les coûts d'exploitation, d'obtenir un système d'isolation électrique plus performant pour optimiser les coefficients de sécurité, et de connaître la compatibilité entre les différents types de liquide isolant pour transformateurs. Et c'est dans cette optique que s'inscrit notre étude.

Notre travail porte sur l'étude des principales caractéristiques requises pour une huile de transformateur, à savoir celles liées aux propriétés diélectriques, au transfert de chaleur et à la stabilité au vieillissement. Pour cela, nous avons mené une étude comparative sur la base d'analyses et d'observations expérimentales, entre des huiles de type minérale, ester

synthétique, silicone, et des mélanges à base d'huile minérale. L'étude des mélanges à base d'huile minérale est dictée par les considérations économiques et technologiques. Notre objectif principal est celui de trouver un mélange optimal permettant d'obtenir les meilleures performances à moindre coût et de répondre aux critères requis pour une huile de transformateur. Cette étude permet également de prédire le comportement des transformateurs neufs ou anciens lors de leur remplissage ou re-remplissage respectivement.

Le présent manuscrit est scindé en quatre parties. Dans le chapitre I, nous présentons brièvement la technologie des transformateurs de puissance et le rôle de l'huile isolante. Nous exposons ensuite une synthèse bibliographique sur les causes de vieillissement des huiles isolantes, les principales propriétés requises (propriétés électriques et propriétés liées au transfert de chaleur) avec les différentes techniques de caractérisation, ainsi que les problèmes liés à la sécurité (pour l'homme et pour l'environnement) et les moyens de surveillance.

Le deuxième chapitre présente les différents types de liquides que l'on peut trouver dans l'application transformateurs (traction, distribution, puissance), à savoir les huiles minérales, les esters synthétiques et naturels, les huiles silicones et les PCB. Il illustre leurs caractéristiques principales à partir des différentes spécifications de la Commission Electrotechnique Internationale (CEI) et des données de la littérature.

Le chapitre III établit un bilan des observations faites dans le chapitre précédent et met en exergue les avantages que chaque type d'huile pourrait apporter à l'huile minérale, à savoir la capacité des esters à absorber l'humidité et celle des huiles silicones à rester stables au vieillissement. Les produits spécifiques (huile minérale naphthénique Nynas Nytro 10GBN, esters du pentaérythritol Midel 7131 et ProEco TR3746, huile silicone PDMS Rhodorsil 604V50) que nous avons choisis ainsi que les différents essais de caractérisation sélectionnés

(viscosité, tension de claquage, stabilité à l'oxydation et tendance à la charge électrostatique) y sont également présentés.

Enfin, dans le chapitre IV nous présentons et discutons les résultats expérimentaux issus des mesures de : (i) la viscosité cinématique réalisées selon l'ISO 3104, (ii) la tension de claquage réalisées selon les recommandations de la CEI 60156 et analysées au moyen des probabilités de GAUSS, (iii) divers paramètres physico-chimiques (acidité, teneur en eau, teneur en gaz) et électriques (facteur de dissipation, tension de claquage) pour évaluer la stabilité au vieillissement et (iv) la tendance à la charge électrostatique au moyen du « ministatic charge tester ». Le but est de faire ressortir la composition optimale d'un mélange répondant aux critères requis pour une huile de transformateur.

I LES HUILES ISOLANTES POUR TRANSFORMATEURS

Introduction

Les isolants électriques se définissent comme des substances ayant une conductivité électrique suffisamment faible pour être utilisées afin de séparer des pièces conductrices portées à des potentiels différents.

A l'origine, l'isolation électrique des transformateurs était assurée par des produits naturels non imprégnés en contact direct avec l'air. Cette dernière provoquait leur oxydation rapidement. En 1854, l'immersion d'enroulements dans l'essence de térébenthine [2] a permis d'augmenter leur tenue diélectrique et leur durée de fonctionnement, et de montrer que l'on peut soustraire l'isolation solide à l'oxydation directe. En 1891, l'huile de pétrole fut utilisée à titre expérimental dans l'isolation de transformateur [3] pour remplacer l'air. C'est seulement au début du XX^{èm} siècle, devant la multiplication des réseaux de distribution d'énergie électrique et l'accroissement des puissances installées, que les transformateurs isolés à l'air (dit « secs ») sont devenus énormes (du point de vue taille). Ils ont été alors peu à peu remplacés par les transformateurs remplis d'huile minérale (dit « immergés ») ; l'huile minérale servant d'isolant électrique et de fluide caloporteur assurant le transfert de chaleur. L'un des inconvénients de l'huile minérale réside dans le fait que sa résistance au feu est faible et c'est pourquoi des liquides de synthèse tels que les PCB ont été mis au point dans les années 30. Dans les années 70, leur usage fut interdit de part leur toxicité et de nouveaux liquides de synthèse à basse inflammabilité, telles que les huiles silicones ou esters synthétiques ont été développés. Cependant, l'usage de ces derniers reste limité aux petits transformateurs (distribution et traction) à cause de leur coût bien plus élevé.

Dans ce chapitre, après avoir brièvement défini la technologie des transformateurs de puissance, ainsi que le rôle des huiles isolantes dans l'appareillage électrique ; nous

présentons les causes de vieillissement d'une huile de transformateur, ainsi que les principales caractéristiques qui définissent les propriétés d'une huile de transformateur (définition, facteurs influents, moyens de mesure), les caractéristiques liées à la sécurité tel que l'inflammabilité, la toxicologie et l'écotoxicologie, et les moyens utilisés pour la surveillance des transformateurs.

I. 1 Généralités

I. 1.1 Technologie des transformateurs de puissance

De nos jours, les transformateurs de puissance sont tous de type immergés, c'est à dire remplis d'huile, afin : (1) d'assurer une isolation électrique efficace, par imprégnation avec des isolants celluloseux (bois, papier Kraft, carton) qui sont en fait des polymères naturels, ou bien des polymères synthétiques (nomex) ; et (2) de réaliser une bonne évacuation de la chaleur générée par le circuit magnétique (CM) et les bobinages. Des propriétés électriques et physico-chimiques satisfaisantes, une bonne compatibilité avec les isolants solides et un faible coût, font de l'huile minérale (issue des hydrocarbures) le liquide isolant préférentiel utilisé dans les transformateurs de puissance. Elle est essentiellement employée en combinaison avec les isolants celluloseux qui sont aussi très bon marché. Les transformateurs de puissance s'étendent de manière générale sur une gamme allant de 5MVA et 20kV à 1000MVA et 800kV. On peut les trouver en type colonne ou galette mais aussi respirants ou hermétiques.

- Colonne ou galette ?

Il existe deux types de transformateurs de puissance :

- Les transformateurs de type colonne (figure I.2.a), constitués d'un circuit magnétique en colonnes verticales autour desquelles sont placés les bobinages cylindriques recouverts d'isolants en fibre de cellulose.
- Les transformateurs de type galette (figure I.2.b), constitués d'enroulements en forme de galettes rectangulaires, séparées par des écrans isolants en fibre de cellulose. Autour de ces bobines à axe horizontal est placé le circuit magnétique, formé d'un empilage de tôles. Avec cette technique, l'huile circule moins bien et son mouvement doit être forcé.

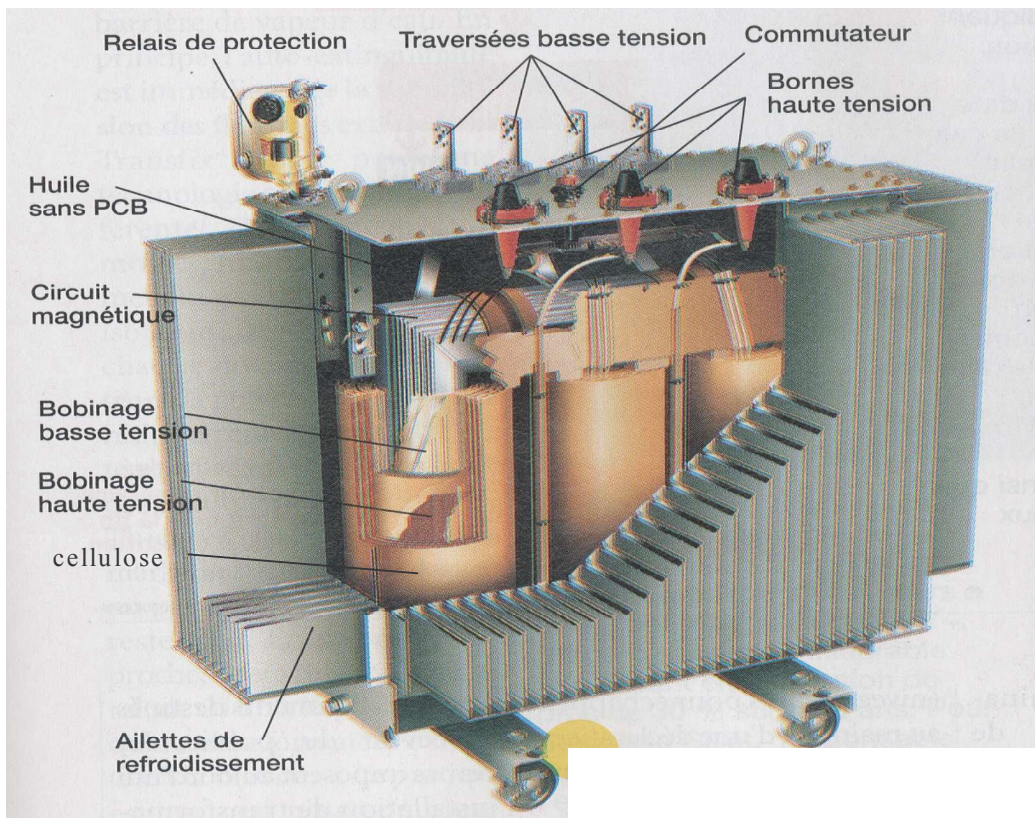
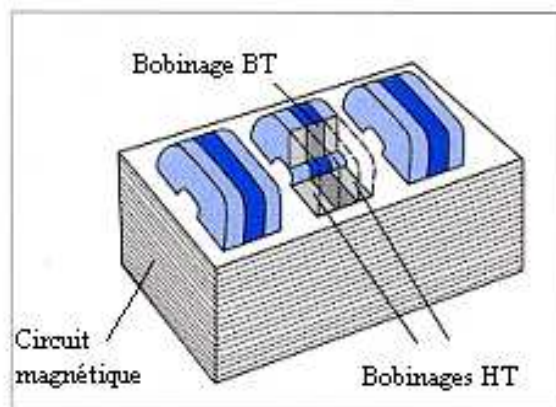
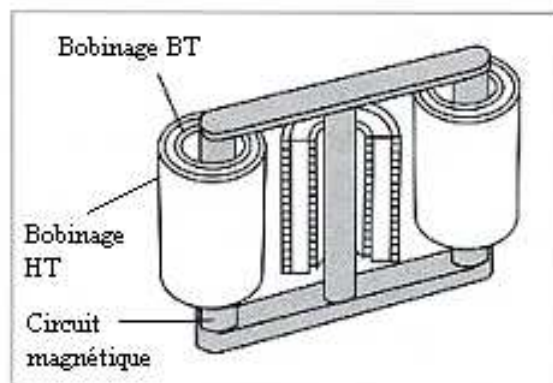


Figure I.1 : Vue intérieure d'un transformateur, type colonne



(a)



(b)

Figure I.2 : Types de transformateur de puissance, galette (a) et colonne (b) [4]

- Respirant ou hermétique ?

Lorsque le transformateur est en service, la température des enroulements ainsi que celle du diélectrique liquide augmentent selon la charge. Simultanément le volume du diélectrique augmente. A l'inverse, après la mise hors service du transformateur, ou bien une variation de charge ou un changement des conditions climatiques ; la température diminue et le volume du diélectrique revient à son état initial. Ainsi, dans la conception du transformateur, il faut prendre en compte la dilatation du liquide. Deux types de techniques sont utilisées :

- Les transformateurs dits « respirants » (figure I.3.a), pour lesquels la dilatation du diélectrique se fait dans un réservoir d'expansion appelé conservateur, placé au dessus de la cuve. La surface du diélectrique peut être en contact direct avec l'air ambiant, ou en être séparée par une paroi étanche en matière synthétique déformable (diaphragme). Dans tous les cas, un dessiccateur limite l'entrée d'humidité au niveau du réservoir.
- Les transformateurs dits « hermétiques », qui sont surtout des transformateurs de puissance limités à 10MVA où la quantité de diélectrique est faible. Dans ce type de système, la dilatation du diélectrique peut être absorbée par un matelas de gaz inerte intercalé entre la surface du diélectrique et le haut de la cuve (figure I.3.b), ou par la déformation du système de réfrigération (figure I.3.c).

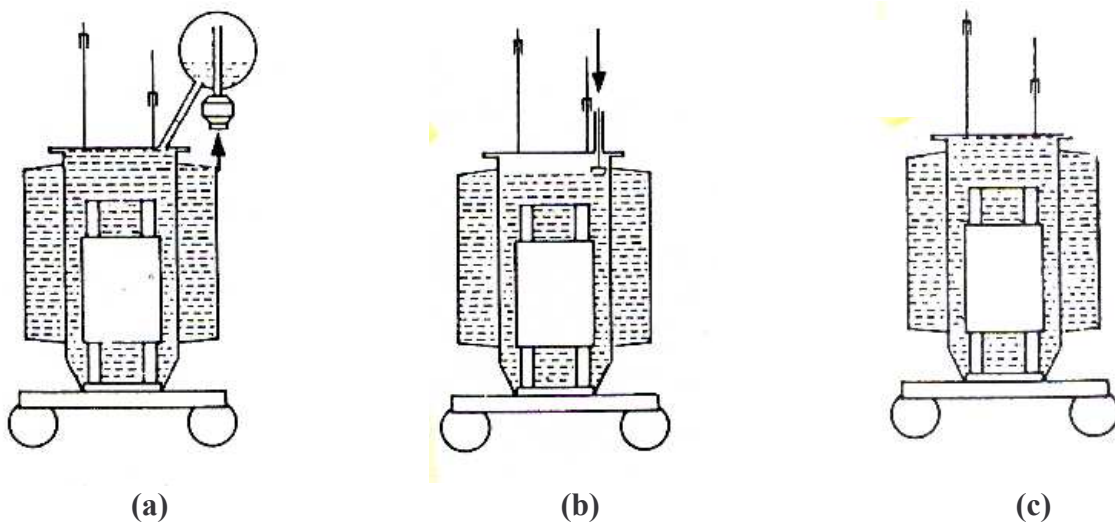


Figure I.3 : *Systèmes de dilatation des transformateurs immergés, respirants (a), hermétiques avec matelas de gaz (b) ou système de déformation (c)*

Pour notre étude, nous nous plaçons dans le cas d'un transformateur type colonne, respirant avec conservateur et dessiccateur, le travail présenté ici étant mené en collaboration avec la société AREVA T&D. Néanmoins, l'huile étant toujours utilisée comme fluide isolant, notre recherche reste applicable pour les deux technologies de transformateur (colonne ou cuirassé).

I. 1.2 Rôle des huiles isolantes dans les transformateurs

Les huiles isolantes sont utilisées en électrotechnique comme imprégnants d'isolations cellulosiques ou comme produit de remplissage de matériels électriques très divers : transformateurs (de puissance, de distribution, de traction, de four, de mesure...), réactances, condensateurs, câbles, traversées, disjoncteurs, changeurs de prise, etc.. [5]. Les volumes d'huiles employés varient de quelques litres pour les condensateurs, à plusieurs dizaines de milliers de litres pour les transformateurs de puissance. Leur rôle principal est d'éliminer l'air et les autres gaz de façon à améliorer la tenue diélectrique de l'isolation solide, sachant que la rigidité diélectrique des liquides est nettement supérieure à celle des gaz. Cependant, dans beaucoup d'applications, ils servent à la fois à assurer l'isolation électrique et l'évacuation de la chaleur d'un assemblage, comme dans le cas des transformateurs.

I. 1.2.1 Pourquoi des transformateurs remplis d'huile isolante ?

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 » aussi, 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 compact 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.. c. f. § I.5) 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.

I. 1.2.2 Fonction diélectrique

Dans la partie active d'un transformateur, l'isolation entre les éléments portés à des potentiels électriques différents est assurée :

- Soit par le diélectrique liquide seul, lorsqu'il s'agit d'une isolation entre deux pièces métalliques nues (plots de commutateur par exemple).
- Soit par une couche solide (papier ou carton) imprégnée de diélectrique liquide ; c'est le cas par exemple de l'isolation entre deux conducteurs voisins d'un même enroulement.
- Soit par une isolation mixte : combinaison de films de diélectrique liquide et de barrières d'isolants solides ; c'est le cas d'une isolation entre deux enroulements concentriques de tensions différentes.

Les principales propriétés qui permettent de juger de l'aptitude d'une huile à remplir sa fonction de diélectrique sont la rigidité diélectrique, le facteur de dissipation ou facteur de perte ($\tan \delta$), la permittivité et la résistivité. Ces quatre caractéristiques, qui dépendent de la

température et de la fréquence pour une tension donnée, sont essentielles pour le dimensionnement d'un transformateur.

I. 1.2.3 Fonction transfert de chaleur

Bien que son rendement soit exceptionnellement élevé (99 à 99.9%), un transformateur ne peut échapper à la perte d'énergie qui accompagne toute conversion. L'énergie perdue se dissipe sous forme de chaleur nécessitant ainsi le refroidissement de l'appareil. En raison des pertes, les températures de chacun des éléments s'élèvent jusqu'à établissement d'un équilibre entre les vitesses de production et d'évacuation de la chaleur.

La chaleur à évacuer est véhiculée par circulation naturelle ou forcée de l'huile, vers les radiateurs extérieurs (figure I.4). Un dispositif de refroidissement bien dimensionné permet d'éviter la formation de points chauds grâce à une circulation importante et bien régulée.

Le refroidissement se fait par convection et par conduction thermique [6], et les principales caractéristiques qui permettent de juger de l'aptitude d'une huile à évacuer la chaleur sont la viscosité, la conductivité thermique et la chaleur spécifique.

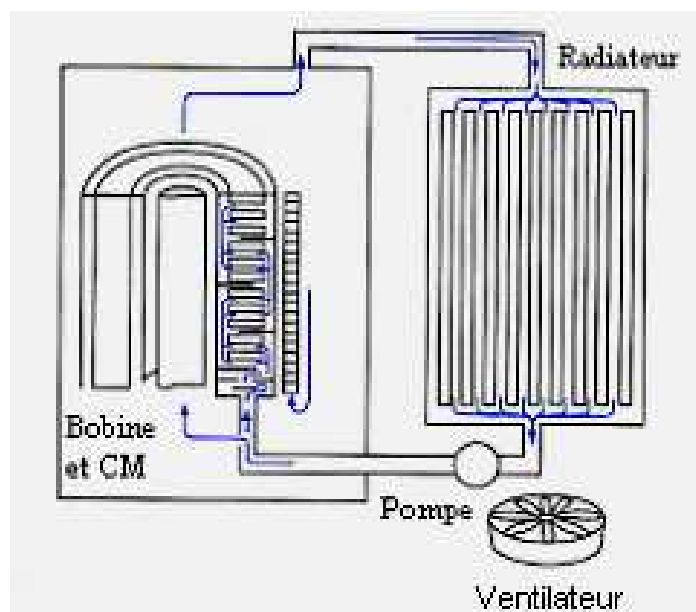


Figure I.4 : Schématisation de l'évacuation de chaleur dans un transformateur [4]

I. 1.2.4 Autres fonctions

Les huiles peuvent être aussi utilisées pour leur pouvoir extincteur d'arc électriques (dans les chambres de coupure des commutateurs en charge et de certains disjoncteurs), en raison de leur pouvoir lubrifiant pour les matériels renfermant des pièces en mouvement (sélecteurs de prises, pompes immergées), et, dans certains cas, pour améliorer la résistance au feu, comme c'est le cas dans les transformateurs de distribution proche de la population. Enfin, il ne faut pas oublier la fonction d'isolant du matériel solide au sens strict du terme, c'est à dire, qui est celle de ralentir l'oxydation directe de l'isolation cellulosique.

I. 2 Les causes de vieillissement des huiles isolantes

Les principaux agents présents dans les transformateurs, susceptibles de dégrader les huiles isolantes (et la cellulose), sont l'oxygène et l'humidité. L'oxygène est présent sous forme dissoute dans l'huile et l'humidité est présente dans le papier (même après séchage, il reste de l'humidité, supérieure à 0,2% en masse). Ces sources de vieillissement sont d'autant plus présentes dans le cas des transformateurs de puissance, qui sont dits « respirants » (comme la plupart en Europe [7]), en contact avec l'atmosphère par l'intermédiaire d'un conservateur et d'un dessiccateur (c.f § I.1.1).

L'oxygène et l'humidité amènent respectivement la dégradation de l'huile par oxydation et hydrolyse. A ces deux facteurs de vieillissement « naturels », s'ajoutent deux autres catalyseurs non négligeables qui sont la température (pyrolyse) et le champ électrique. Enfin, la présence des matériaux de construction de l'appareil, tels que le fer, le cuivre ou la cellulose viennent s'ajouter aussi comme catalyseurs de vieillissement.

La figure I.5 résume succinctement le mécanisme de dégradation des isolants électriques des transformateurs de puissance.

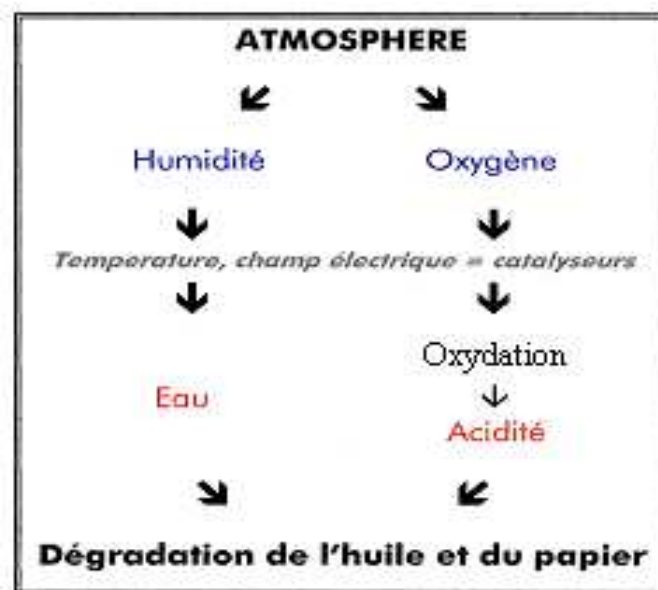


Figure I.5 : Synthèse du mécanisme principal de dégradation des isolants électriques, dans un transformateur de puissance dit « respirant »

I. 2.1.1 Oxydation de l'huile minérale

I. 2.1.1.a Mécanisme et conséquences

L'oxydation de l'huile minérale résulte principalement de l'action simultanée de l'oxygène moléculaire et de la température en présence des matériaux de construction des appareils (cuivre, fer, cellulose, etc..). L'action de l'humidité et du champ électrique est encore mal connue sur le phénomène d'oxydation.

L'oxydation constitue le facteur prédominant dans le vieillissement des isolants liquides, et plus particulièrement dans celui des huiles minérales. On désigne ainsi un ensemble de réactions chimiques complexes et lentes au cours desquelles les hydrocarbures réagissent avec l'oxygène dissous [8]. Les huiles, comme tous les produits naturels s'oxydent en donnant des produits de dégradation qui se caractérisent d'abord par une évolution de la couleur et de l'odeur, liée à la formation de composés acides légers, puis par une apparition de dépôts et de résidus agressifs, liée aux acides lourds, et accompagnée en général d'une augmentation de la viscosité.

Il est généralement admis que l'oxydation procède selon un mécanisme de réactions en chaînes initiées par les radicaux libres (molécules ou fragments de molécules dans un état électronique excité qui ont une valence libre, et qui sont chimiquement très réactifs et électriquement neutres). De telles réactions sont dites autocatalytiques, c'est à dire que les produits formés par oxydation servent de catalyseurs.

La figure I.6 relate les mécanismes de réactions d'oxydation de l'huile minérale les plus cités dans la littérature [8, 9]. L'oxydation d'une huile minérale conduit à la formation d'un ester et de l'eau. Dans un premier temps, il se forme des produits de décomposition solubles (liés aux composés naphthéniques et paraffiniques), tels que des aldehydes (RCHO), des cétones (RCRO) et des acides carboxyliques (RCOOH). Puis, par polymérisation, il se forme des

dépôts insolubles (liés aux composés aromatiques) aussi appelés boues, qui augmentent la viscosité de l'huile et peuvent obturer les circuits de refroidissement.

L'oxydation des huiles minérales croît avec la température et la concentration en oxygène. La vitesse de réaction double approximativement tous les 8 à 10°C, à partir de 60°C [10].

EMANUEL [9] a montré que le taux d'avancement de la réaction suit une loi du type :

$$w = K.[R^0].[O_2] \quad (I.1)$$

où

w est la vitesse de consommation de l'oxygène,

K est la constante de réaction,

$[R^0]$ est la concentration en radicaux d'hydrocarbures,

$[O_2]$ est la concentration en oxygène dans la phase liquide.

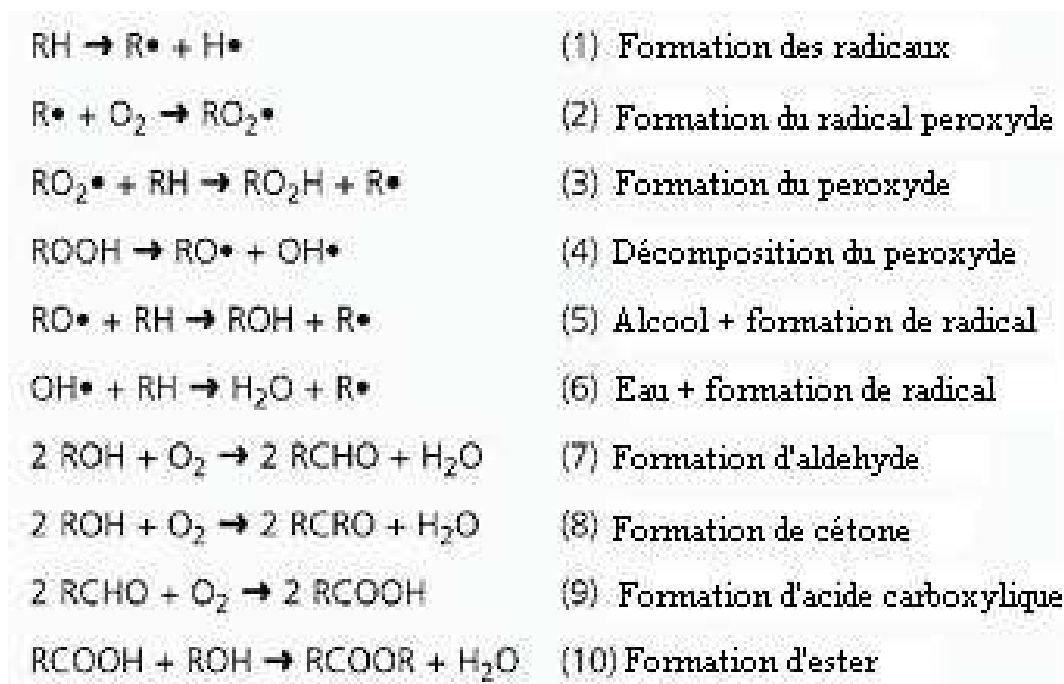


Figure I.6 : Mécanismes de réactions d'oxydation de l'huile minérale [4]

DUVAL et CRINE [11] ont mis en évidence l'augmentation de $\tan \delta$ et l'oxydation de l'huile (c.f. § I.3.1.2.c, figures I.15 et I.16). MESHKATODDINI [12] a mis en évidence le fait que

l'acidité évoluait de façon significative avec le vieillissement du transformateur et l'oxydation de l'huile, en la mesurant sur neuf transformateurs de puissance différents (figure I.7).

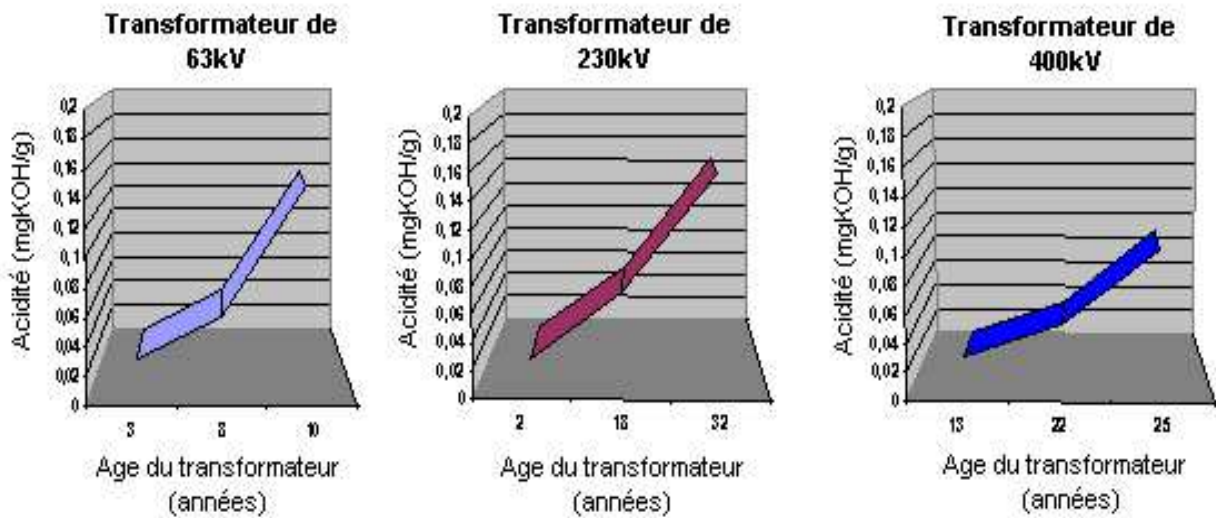


Figure I.7 : Evolution de l'acidité en fonction du temps pour neuf transformateurs de puissance en service [12]

Ainsi, pour résumer, on peut dire que les conséquences de ce phénomène d'oxydation de l'huile sont :

- une augmentation de $\tan \delta$ et de l'acidité ;
- une augmentation de la viscosité liée aux boues d'oxydation, d'où une diminution de la capacité à éliminer les calories ;
- une augmentation de la corrosivité vis-à-vis de la cellulose et des parties métalliques, liée à la formation d'acides carboxyliques et l'augmentation d'acidité ;
- une augmentation de la teneur en eau liée à l'oxydation.

I. 2.1.1.b Inhibiteurs d'oxydation

Comme on l'a vu précédemment, l'oxydation de l'huile minérale est un phénomène autocatalytique, initié par les radicaux libres. Les additifs inhibiteurs d'oxydation (antioxydants) ont pour rôle de bloquer les radicaux libres formés de façon intermédiaire dans la réaction en chaîne d'oxydation. Les additifs les plus courants sont du type phénol comme le DBPC, et leur teneur varie de 0,1 à 0,4% en masse dans l'huile. L'utilisation d'antioxydant a été longtemps sujette à controverse par rapport aux effets néfastes que ces derniers pouvaient avoir sur le papier, ou bien un vieillissement accéléré lorsque l'antioxydant était consommé. De nombreuses recherches ont prouvé le contraire [13].

Les huiles minérales contiennent aussi des inhibiteurs naturels qui sont des hétérocycles soufrés et des hydrocarbures polyaromatiques. La figure I.8 montre comment est choisi le degré de raffinage d'une huile minérale pour contenir le maximum d'inhibiteurs naturels, et obtenir une plus faible acidité et formation de boues.

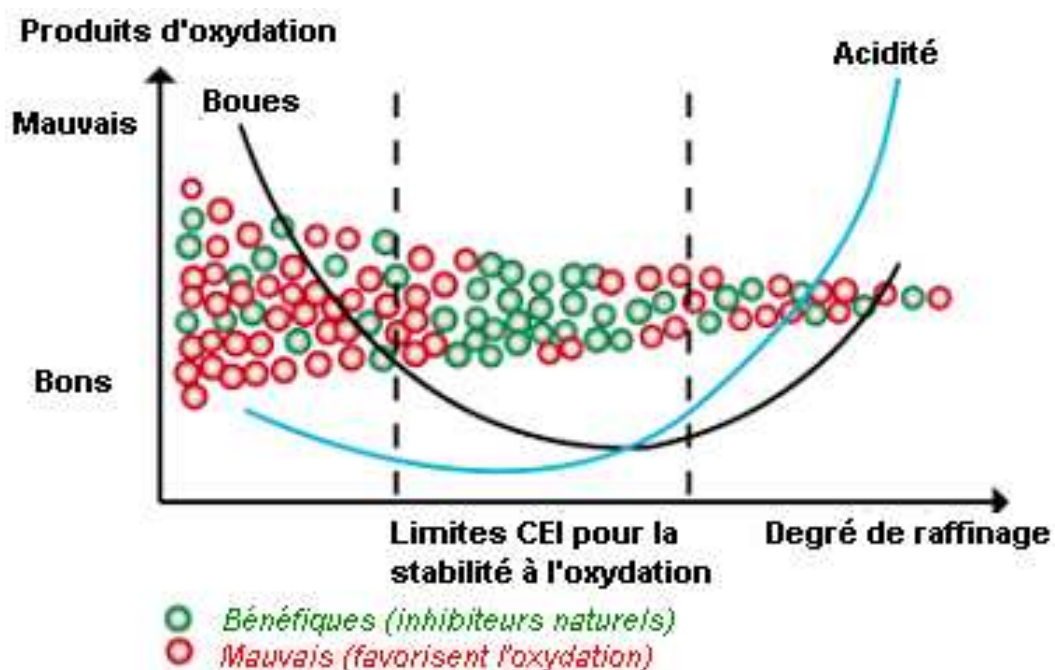


Figure I.8 : Choix du degré de raffinage [14]

I. 2.1.1.c Mesure de l'oxydation d'une huile

Le test le plus utilisé pour pouvoir quantifier l'oxydation d'une huile est la mesure de l'acidité ou indice de neutralisation. Cette mesure consiste à quantifier la masse de potasse alcoolique (mg de KOH) pour neutraliser un gramme d'huile. Cette méthode est décrite dans la CEI 60296 [15] ou la norme ISO 6618 [16]. Une méthode plus récente, basée sur un titrage potentiométrique, est décrite dans la CEI 62021-1 [17].

Un autre moyen de mesure permettant d'apprécier le vieillissement d'une huile est la mesure de $\tan \delta$ (c.f. § I.3.1.2.c et § I.3.1.2.d).

Le test de viscosité cinématique (c.f. § I.3.2.1.b et § III.2.2.2) permet d'évaluer la formation de boues et de dépôts.

Il existe différents tests normalisés pour évaluer la tenue à l'oxydation d'une huile. Le plus répandu est celui spécifié dans la CEI 61125 [18]. Il consiste à faire vieillir une petite quantité d'huile dans un tube (figure I.9), à 100°C ou 120°C pendant 164h, en présence d'oxygène et de cuivre catalytique ; puis de mesurer l'acidité, le pourcentage de boues et le facteur de dissipation.

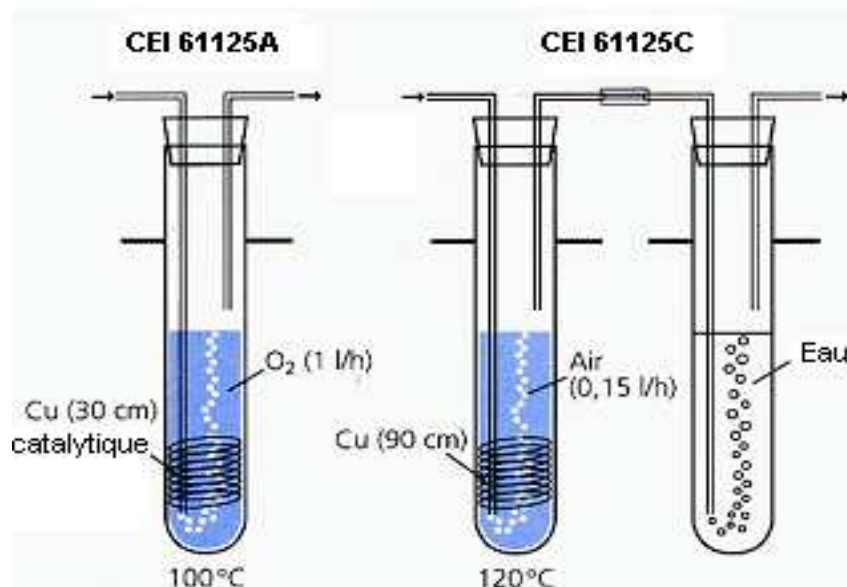


Figure I.9 : Tube d'oxydation suivant la CEI 61125 [18]

Le test de DSC (Differential Scanning Calorimetry) est un test beaucoup plus rapide que les méthodes de vieillissement habituelles. Il permet d'établir une première évaluation de la tenue à l'oxydation des huiles, et consiste à faire chauffer l'huile sous pression et avec un débit d'oxygène donné, jusqu'à obtention d'un temps d'induction de l'oxydation. Une norme (CEI 62036 [19]) est en cours de publication.

I. 2.1.2 Humidité

L'humidité est « l'ennemi numéro un » [20] des isolants électriques (c. f. § I.3.1.3.d), dans le sens ou contrairement à eux, elle conduit l'électricité. Ce phénomène est d'autant plus prononcé dans les huiles isolantes car ces dernières ont une faible solubilité de l'eau. On parle souvent de phénomène d'hydrolyse pour définir l'influence de l'eau sur le vieillissement de l'huile.

Avant le remplissage du transformateur, l'huile est séchée pour atteindre une faible teneur en humidité (ou teneur en eau). A partir de ce moment, cette teneur en humidité va continuellement augmenter pour différentes raisons. Les deux principales sources d'augmentation de la teneur en eau de l'huile sont la pénétration de l'humidité provenant de l'atmosphère et la dégradation de la cellulose. La pénétration d'humidité provenant de l'atmosphère vient du fait que les transformateurs de puissance sont souvent respirants [7] (c.f. § I.1.1). 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. 2.1.2.a Teneur en eau

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/kg ou ppm. Elle dépend de l'état de l'huile, de la température et du type d'huile. La variation de la solubilité de l'eau dans l'huile est exprimée par [21] :

$$W_S = W_{oil} \cdot e^{(-B/T)} \quad (I.2)$$

où

W_S est la solubilité de l'eau dans l'huile (mg/kg 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 [21] qui permet de ramener la valeur de la teneur en eau d'une huile minérale prélevée à une certaine température ($> 20^\circ\text{C}$) à la température de 20°C pour avoir un critère de comparaison :

$$f = 2.24 \cdot e^{(-0,04 \cdot T_s)} \quad (I.3)$$

où

f est le facteur de correction,

T_s est la température d'échantillonnage de l'huile ($^\circ\text{C}$).

Cependant, cette relation (équation I.3) 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 dit « 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 appelé humidité relative :

$$\% \text{ Saturation} = (\text{Teneur en eau} / W_s) * 100 \quad (\text{I.4})$$

Pour une huile minérale isolante neuve, la solubilité de l'eau est donnée par la relation suivante [21]:

$$\text{Log } W_s = 7.0895 - (1567/T) \quad (\text{I.5})$$

I. 2.1.2.b Intéractions papier/huile

L'huile est utilisée dans les transformateurs comme imprégnant d'isolants cellulosiques tel le papier Kraft. L'humidité entre l'huile et le papier est le résultat d'interactions continues qui évoluent en fonction de la température. FABRE et PICHON [22] ont mis en évidence cet équilibre entre les deux matériaux (figure I.10). On peut alors voir que l'humidité du papier a tendance à diminuer avec la température alors que celle de l'huile augmente (la solubilité de l'eau augmente avec la température).

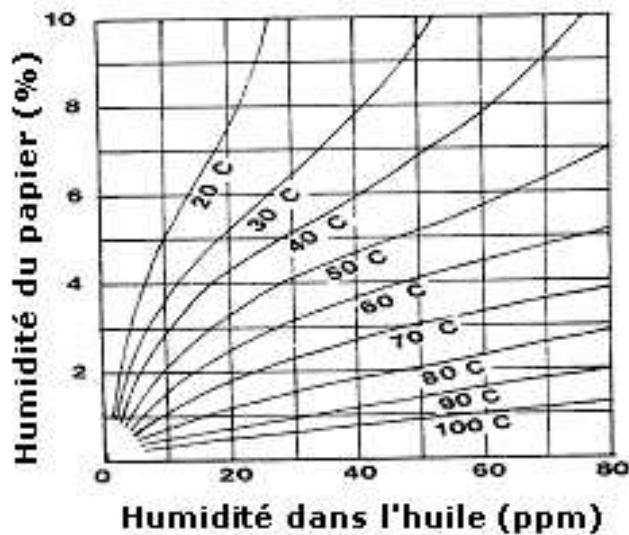


Figure I.10 : Courbes de Fabre-Pichon sur la distribution d'humidité dans le complexe papier/huile [22]

I. 2.1.2.c Techniques de mesure

La méthode de mesure préconisée pour la mesure de l'humidité dans les huiles isolantes est celle de la CEI 60814 [23]. Cet essai fait appel au titrage coulométrique selon KARL FISHER ; il consiste à faire réagir l'eau avec l'iode et le dioxyde de soufre en présence de méthanol et d'une base selon l'équation suivante :



Plus exactement, la technique coulométrique a pour but de former de l'iode par électrolyse d'une anolyte iodé ($2\text{I}^- \rightarrow \text{I}_2 + 2\text{e}^-$).

Dès que toute l'eau est consommée par la réaction, il suffit de quantifier la quantité d'iode formée, sachant que cette dernière est proportionnelle au courant d'électrolyse d'après la loi de Faraday. Une mole d'eau (18g) correspond à 2×96500 Coulombs, ce qui veut dire que le courant mesuré est de 10,72 Coulombs par milligramme d'eau.

Il suffit alors d'injecter l'huile dans la cellule de mesure d'un coulomètre (figure I.11) pour connaître sa teneur en eau qui s'exprime en mg/kg ou ppm.

Pour les isolants solides comme le papier ou le carton, on parle de pourcentage car l'humidité est plus importante. Pour la mesurer, il suffit de dissoudre un échantillon dans du méthanol et de doser ensuite le méthanol au moyen du coulomètre.

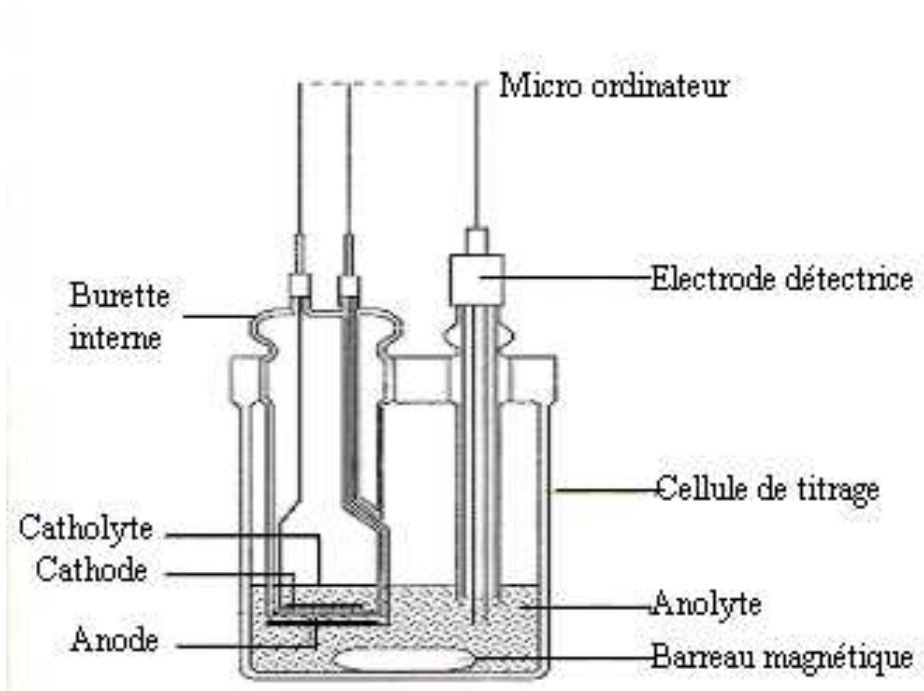


Figure I.11 : cellule de mesure du coulomètre

I. 2.1.3 Autres causes de vieillissement

I. 2.1.3.a Décharges partielles

Sous l'effet du champ électrique et des inhomogénéités locales (gaz, humidité, particules), il peut apparaître des micro-décharges qui décomposent l'huile en générant des gaz (c. f. § I.3.1.4.a). A long terme, ces décharges peuvent devenir nocives si elles tendent à se fixer sur les isolants solides imprégnés et parviennent à un niveau suffisant pour les détériorer.

I. 2.1.3.b Température

Comme on l'a vu précédemment, la température agit comme un catalyseur d'oxydation. C'est aussi un facteur qui dégrade peu à peu les huiles isolantes. On parle souvent de stabilité thermique pour définir le comportement du produit à température élevée, en faisant abstraction de toute autre contrainte telle que l'oxydation, l'hydrolyse ou les décharges partielles. L'effet de la température sur le vieillissement d'une huile est souvent défini comme la pyrolyse. Dans les conditions normales d'utilisation des transformateurs (température située entre 80 et 100°C)*, la stabilité des liquides isolants existants est largement suffisante. La température agit donc principalement comme catalyseur et non comme déclencheur. Cependant, il peut y avoir des points chauds dans certaines parties du transformateur qui dégradent l'huile.

* : la norme CEI 60076, relative aux transformateurs de puissance, précise qu'il ne faut pas dépasser 65°C au delà de la température ambiante (qui peut être au maximum de 40°C). Ainsi, la température maximale des transformateurs de puissance ne doit pas dépasser 105°C.

I. 3 Les propriétés des huiles isolantes

Les huiles isolantes pour transformateurs, quelque soit leur type, doivent toujours répondre à plusieurs critères électriques et physiques pour assurer deux principales fonctions qui sont l'isolation électrique et le transfert de chaleur.

I. 3.1 Propriétés électriques

Les propriétés électriques des liquides dépendent de leur formulation (composition, constitution moléculaire, etc.) et de leurs conditions d'utilisation ou conditionnement. Par conditionnement, il faut comprendre l'élimination de tout ce qui ne constitue pas le liquide lui-même : résidus de synthèse, particules, gaz, 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 .

La permittivité ϵ_r , la résistivité ρ , le facteur de perte $\tan \delta$ et la rigidité diélectrique E_C sont les caractéristiques électriques principales. Outre la structure du liquide et le conditionnement, ces propriétés dépendent de la tension appliquée, de la fréquence et de la température. Dans l'industrie, ces mesures sont souvent rapportées à la température moyenne de fonctionnement d'un transformateur, soit 90°C .

D'autres caractéristiques, directement liées aux propriétés électriques, telles que le gassing et la tendance à l'électrisation statique, viennent s'y ajouter.

I. 3.1.1 Le traitement

Avant chaque utilisation et de manière à accroître leurs propriétés diélectriques, les huiles isolantes subissent un traitement. La technique la plus communément utilisée pour traiter les huiles est le dégazage. Cette technique qui a pour but de réduire la présence d'impuretés dans l'huile (humidité, particules, gaz), consiste à mettre le liquide sous vide tout en le faisant passer à travers un filtre de faible porosité ($\leq 5\mu\text{m}$). L'ensemble est réalisé en température de manière à extraire le maximum d'humidité en créant le vide. Le fait de chauffer permet aussi à l'huile de passer plus aisément à travers le filtre (la viscosité diminue en température, c. f. § I.3.2.1).

A titre d'exemple, une huile neuve qui contient environ 20ppm d'humidité, en contient une concentration inférieure à 10ppm après le traitement.

Une huile neuve contient aussi entre 0.0001% et 0.001% de particules de taille supérieure à $5\mu\text{m}$ [24], ce qui représente entre 10^5 et 10^6 particules pour 100ml d'huile (les mesures normalisées sont toujours ramenées à 100ml). Depuis peu, la technologie permet de compter des particules de taille inférieure à $2\mu\text{m}$. Le tableau I.1 donne un exemple de comptage de particules dans une huile minérale avant et après traitement.

| Intervalle de comptage (μm) | \bar{N} pour 100 mL d'huile avant traitement | \bar{N} pour 100 mL d'huile après traitement |
|--|--|--|
| 1 à 2 | 12 000 à 70 000 | 1 000 à 4 000 |
| 2 à 5 | 9 000 à 35 000 | 700 à 3 500 |
| 5 à 10 | 1 000 à 3 000 | 140 à 1 000 |
| 10 à 15 | 150 à 600 | 30 à 300 |
| 15 à 25 | 50 à 300 | 20 à 90 |
| ≥ 25 | 10 à 60 | 3 à 30 |

(1) \bar{N} est la moyenne arithmétique de cinq comptages sur un échantillon

Tableau I.1 : Distribution en taille et en nombre des particules dans une huile minérale [25]

I. 3.1.2 Permittivité, résistivité et facteur de dissipation ($\tan \delta$)

I. 3.1.2.a Permittivité

La permittivité est la constante macroscopique fondamentale qui caractérise un diélectrique.

Elle est définie par la relation suivante :

$$\epsilon = \epsilon_0 \cdot \epsilon_r \quad (I.6)$$

où

ϵ est la permittivité absolue de l'huile (F/m),

ϵ_0 est la permittivité du vide ($\epsilon_0 = \frac{1}{36\pi \cdot 10^9} = 8,85 \text{ pF/m.}$),

ϵ_r est la permittivité relative de l'huile (sans unité).

ϵ_r est aussi appelée constante diélectrique, et est définie par le rapport entre la capacité d'un condensateur rempli d'huile (C_p) et la capacité du même condensateur vide (C_0) :

$$\epsilon_r = C_p/C_0 \quad (I.7)$$

Dans la pratique, ϵ_r est obtenue en comparant le condensateur plein au condensateur dans l'air. Cette valeur constitue la référence pour définir la permittivité d'une huile.

La permittivité est une caractéristique intrinsèque car elle dépend essentiellement de la structure chimique du produit. Elle caractérise la polarité de la molécule. C'est ainsi que l'on

peut distinguer les liquides polaires ($\epsilon_r > 2,5$) des liquides peu polaires ou non polaires ($1,5 \leq \epsilon_r \leq 2,5$) comme l'huile minérale [26].

La permittivité décroît avec l'augmentation de la température et de la fréquence. La contrainte électrique la plus élevée est toujours supportée par le milieu dont la permittivité est la plus faible. En général, pour les liquides isolants utilisés dans les applications industrielles, et notamment pour les huiles diélectriques, la constante diélectrique est comprise entre 2 et 5.

I. 3.1.2.b Résistivité / Conductivité

Pour être isolant électrique, un liquide doit conduire le moins possible le courant électrique lorsqu'une tension lui est appliquée. Sa conductivité σ doit donc être la plus faible possible ou inversement sa résistivité ρ ($\Omega.m$) doit être la plus forte possible ($\rho = 1/\sigma$).

La conductivité d'un liquide isolant est due à la présence de charges libres. Sous l'effet d'un champ électrique, ces charges se déplacent provoquant ainsi un courant de conduction.

Contrairement à la permittivité qui est exclusivement une caractéristique de constitution de l'huile (intrinsèque), 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, humidité), qui même en quantité aussi faible que quelques ppm ont une influence sur les valeurs mesurées.

Plus la température est élevée, plus la viscosité du liquide est faible et plus la mobilité des ions est grande [27], 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.12. Pour cette raison, la plupart des spécifications des produits indiquent

une valeur de résistivité à 90°C (température moyenne de fonctionnement d'un transformateur).

Les ordres de grandeur de résistivité pour les liquides diélectriques utilisés dans l'industrie, varient de 10^{11} à 10^{17} $\Omega \cdot m$.

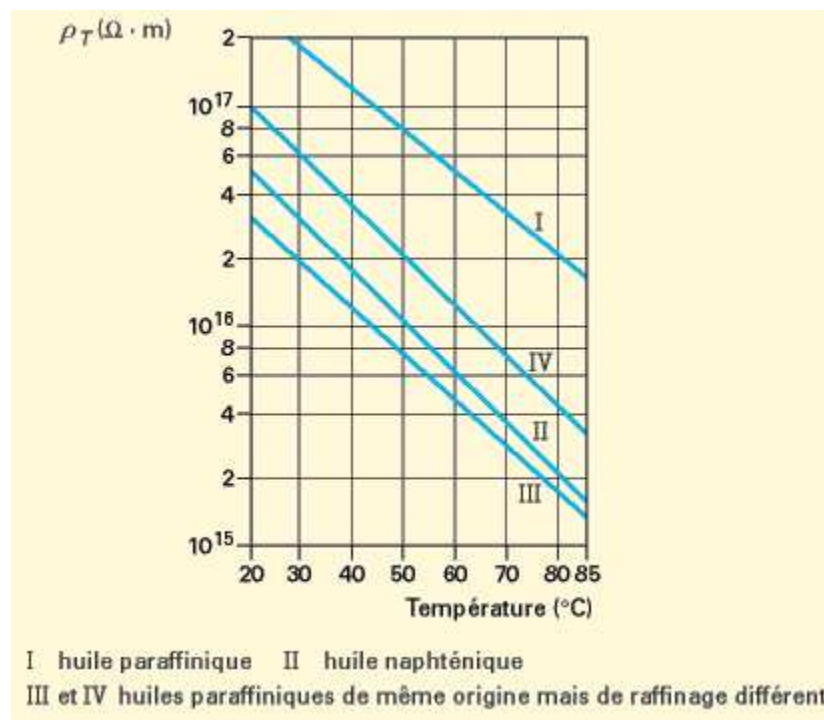


Figure I.12 : Variation de la résistivité de différentes huiles minérales (courant continu) [25]

I. 3.1.2.c Facteur de dissipation

Le facteur de dissipation ou facteur de pertes ($\tan \delta$), qui est une valeur adimensionnelle, est directement lié à la résistivité et la permittivité en tension alternative. La représentation de ces pertes par un schéma équivalent (condensateur C et résistance en parallèle R) permet d'écrire [28] :

$$\tan \delta = 1/R.C \quad (I.8)$$

En situation idéale, c'est à dire pour un isolant parfait ($\sigma = 0$), la différence de phase φ entre la tension appliquée et le courant qui en résulte est : $\varphi = \pi/2$.

Le facteur de dissipation se définit comme la tangente de l'angle de perte, c'est à dire l'angle pour lequel la différence de phase entre la tension appliquée et le courant qui en résulte dévie de $\pi/2$ lorsque le diélectrique du condensateur se compose exclusivement du liquide isolant, considéré comme parfait. En effet, en situation réelle, $\varphi + \delta = \pi/2$, où δ est appelé angle de perte (δ est le complémentaire de l'angle de déphasage entre le courant et la tension). Plus ce dernier est élevé, plus les pertes diélectriques seront élevées.

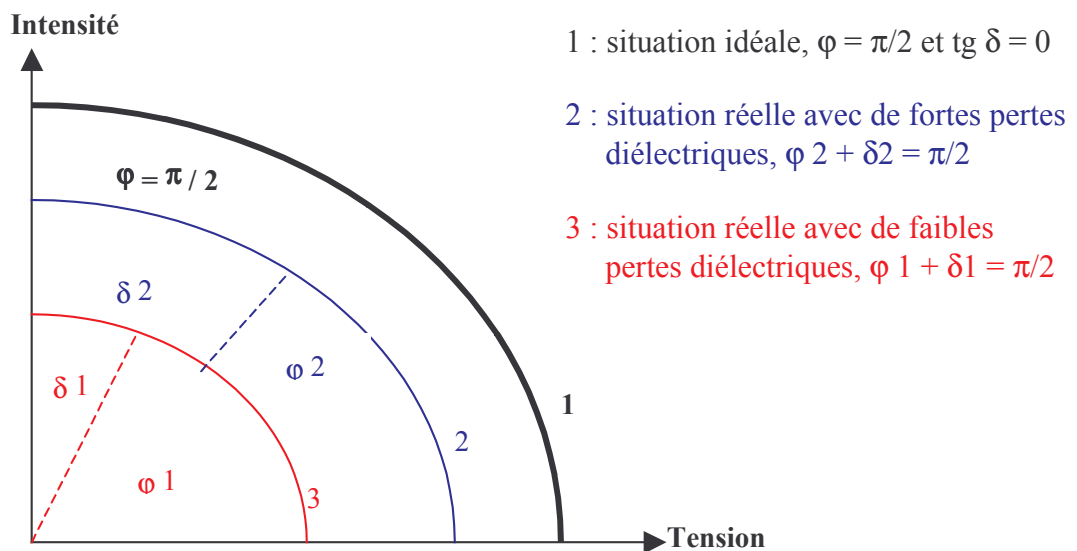
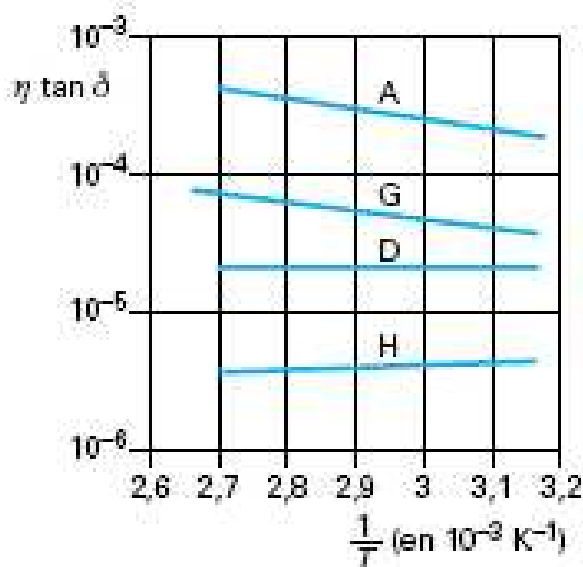


Figure I.13 : Représentation schématique de l'angle de perte ($\tan \delta$)

De même que la résistivité, $\tan \delta$ varie avec la température. C'est une fonction croissante de la température. Cette augmentation de $\tan \delta$ avec la température est due à l'accroissement de la mobilité des charges dans le liquide résultant de la diminution de viscosité η [27], comme indiqué sur la figure I.14. Sachant que la valeur de $\tan \delta$ doit être la plus faible possible pour un liquide, comme la résistivité, les mesures sont souvent réalisées à 90°C.



A huile pour câbles G huile pour transformateurs
 D et H huiles blanches (huiles de paraffine)

Figure I.14 : Variation du produit $\eta \cdot \tan \delta$ en fonction de l'inverse de la température absolue pour quatre huiles différentes [27]

Etant liée à la résistivité, $\tan \delta$ est aussi très sensible aux impuretés ; elle signale ainsi la qualité électrique de l'isolant. Des essais de vieillissement accélérés (action de la température et de l'oxygène) ont mis en évidence une corrélation entre les évolutions de $\tan \delta$ et certains paramètres, tels l'acidité et les dépôts [29]. L'augmentation de $\tan \delta$ est aussi en relation avec l'oxydation de l'huile [11] comme indiqué sur la figure I.15.b, et est notamment corrélée avec une consommation d'oxygène (figure I.15.a). C'est pourquoi, dans l'industrie, $\tan \delta$ est souvent pris comme critère de vieillissement. Cependant, il est important de bien discerner une augmentation des pertes diélectriques due à la présence d'impuretés et à sa dégradation par vieillissement. En effet, une valeur élevée de $\tan \delta$ pour le cas d'une huile neuve dans un appareil récemment construit, indique sa contamination par les matériaux de construction (résines, vernis, colles, flux de soudure, etc.) et non une dégradation par vieillissement.

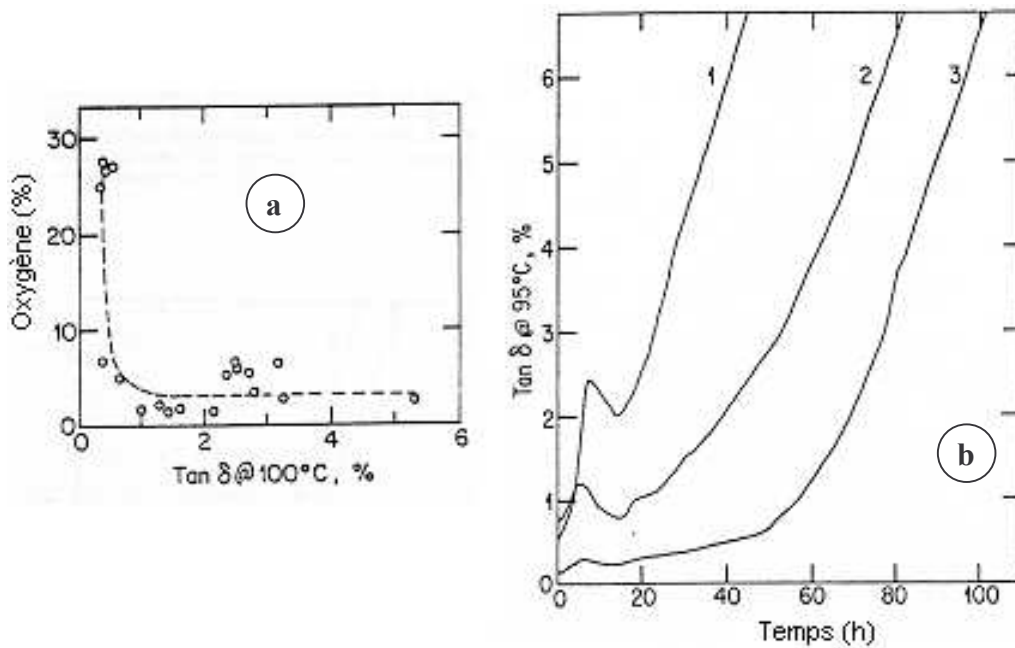


Figure I.15 : Variation du taux d'O₂ dans l'huile en fonction de $\tan \delta$ (a) et variation de $\tan \delta$ en fonction du temps d'oxydation pour 3 huiles différentes (b) [11]

On peut noter sur la figure I.15.b, une importante augmentation des pertes diélectriques au début de l'oxydation (caractérisée par un pic), due à la présence de cuivre soluble [30].

MESHKATODDINI [12] a mis en évidence le fait que $\tan \delta$ avait une évolution logique et significative du vieillissement de l'huile en mesurant sa valeur sur neuf transformateurs de puissance différents (figure I.16).

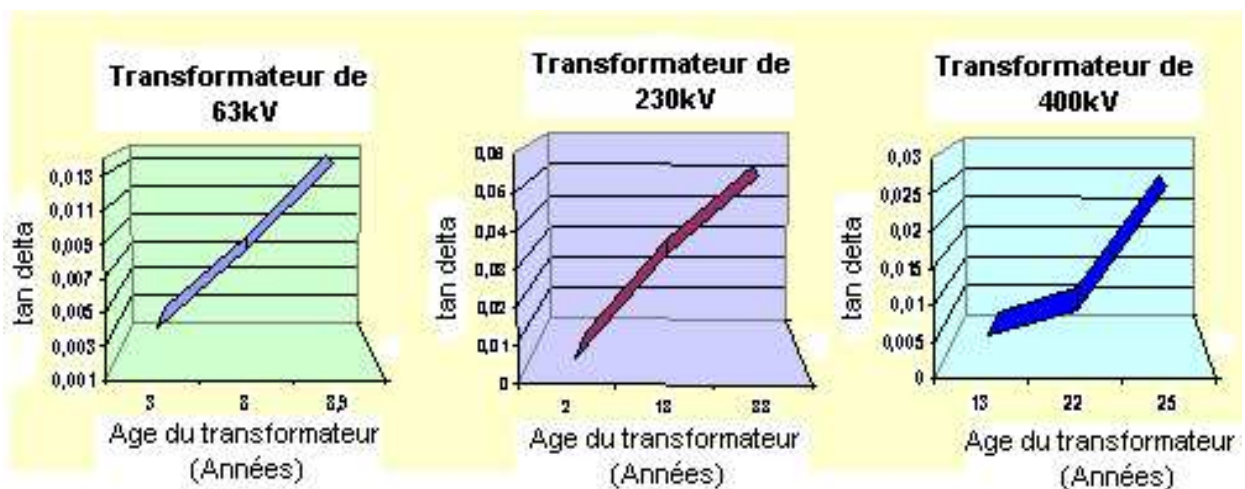


Figure I.16 : Evolution de $\tan \delta$ en fonction du temps pour neuf transformateurs de puissance en service [12]

Dans les meilleurs cas, $\tan \delta$ d'une huile neuve traitée est de l'ordre de 2 à $5 \cdot 10^{-4}$ à 90°C et peut atteindre en service, des valeurs très élevées, supérieures à 1 , liées notamment à l'oxydation.

I. 3.1.2.d Techniques de mesure

Il existe deux normes pour réaliser les mesures de la permittivité, de $\tan \delta$ et de la résistivité : la CEI 60247 qui est la plus employée et la CEI 61620 qui est plus récente.

Avec la CEI 60247 [31], les déterminations de $\tan \delta$ et de la permittivité sont basées sur des mesures de capacités en courant alternatif au moyen d'un pont de Shering (figure I.17), et d'une cellule à trois bornes (figure I.18). Les mesures de résistivité, s'effectuent quant à elles en courant continu au moyen d'un électromètre avec la même cellule. La norme préconise de réaliser les mesures à 90°C , pour une raison de précision ($\tan \delta$ augmente avec la température).

La norme CEI 61620 [32] indique une méthode de mesure basée sur la conductivité avec un nouveau type de cellule. Cette nouvelle cellule (figure I.19) s'avère plus précise pour les liquides hautement isolants du fait qu'il n'existe aucun pont constitué par un isolant solide entre les deux électrodes de mesure [32]. De ce fait, la mesure peut-être réalisée aussi bien à la température ambiante qu'à 90°C .

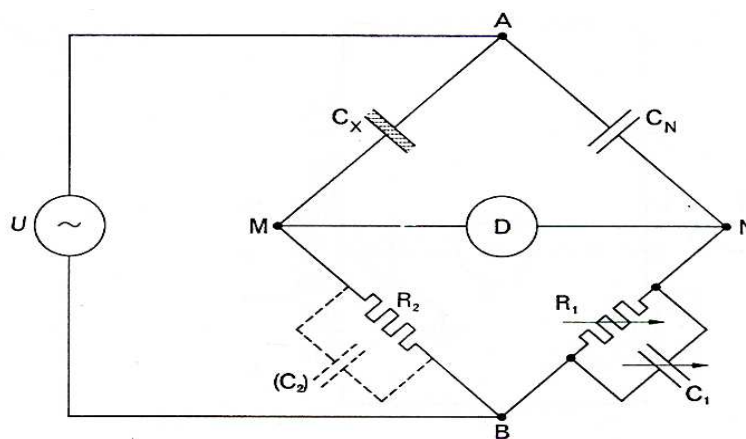


Figure I.17 : schéma de principe du pont de Shering [31]

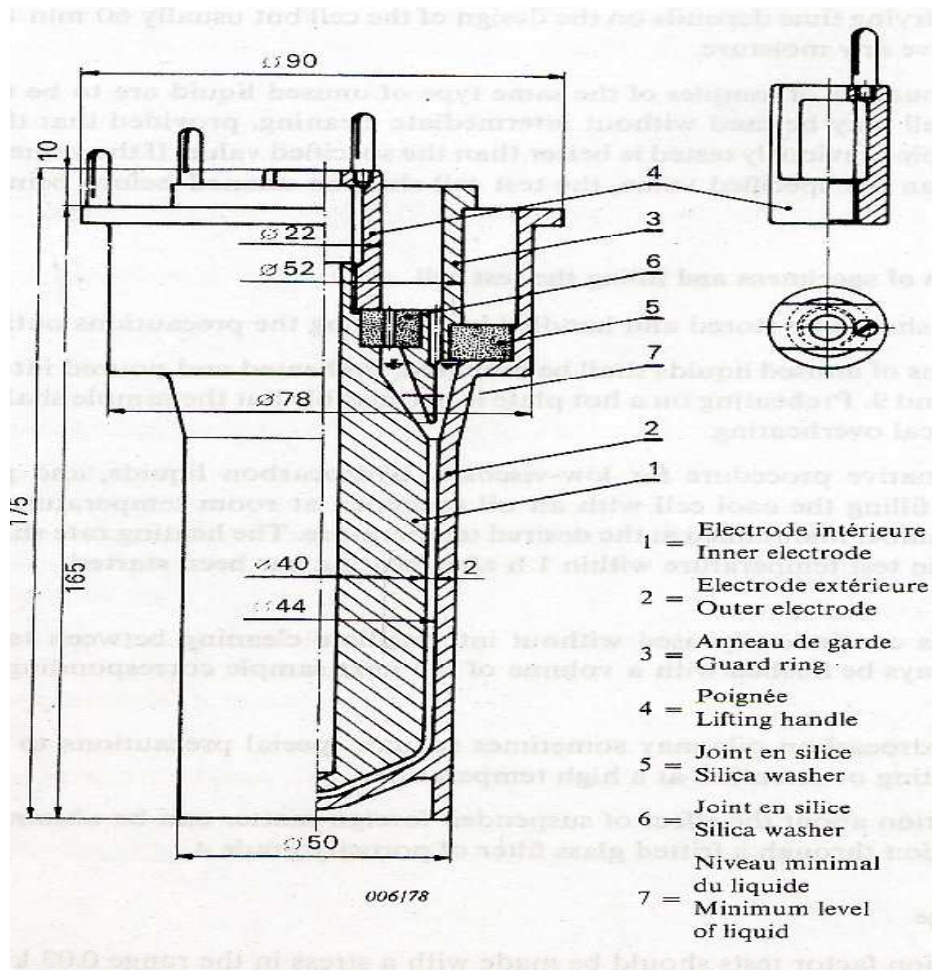


Figure I.18 : cellule de la CEI 60247 [31]

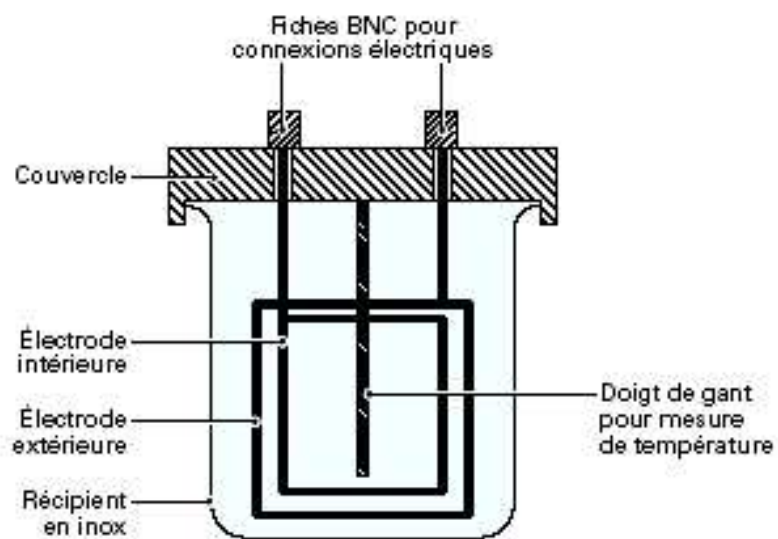


Figure I.19: Cellule de la CEI 61620 [32]

I. 3.1.3 Rigidité diélectrique et tension de claquage

La rigidité diélectrique moyenne E_C , d'une huile est la valeur maximale du champ électrique qu'on peut lui appliquer sans décharge, entre deux électrodes. Elle est donnée par la relation suivante :

$$E_C = U_C / e \quad (1.9)$$

où

E_C est la rigidité en kV/mm,

U_C est la tension de claquage en kV,

e est la distance entre les deux électrodes en mm.

Dans l'industrie, on parle surtout de la tension de claquage d'un matériau pour définir sa tenue diélectrique. On désigne ainsi l'étape ultime d'une succession de processus irréversibles conduisant à l'apparition soudaine d'un arc électrique qui traverse l'isolation. Les solides ont généralement une tension de claquage supérieure à celles des liquides, et les liquides une tension de claquage supérieure à celle des gaz. Pour cette raison, on évite la présence de gaz, et le liquide, comme dans le cas des transformateurs, est la partie faible des isolations imprégnées. A titre d'exemple, la tension de claquage à 50Hz, à pression atmosphérique, entre des électrodes sphériques de diamètre 12,5mm et écartées de 2,5mm, est d'environ 6kV pour l'air, 50 à 100kV pour les huiles diélectriques et supérieure à 200kV pour les solides [3].

Dans les liquides, le claquage est le résultat de l'initiation, puis de la propagation d'un streamer (canal gazeux ionisé provoquant une décharge lumineuse) d'une électrode à l'autre [33, 34, 35]. Le déclenchement de ce phénomène, outre les propriétés intrinsèques du liquide,

dépend des conditions de mesures [33] telles que la nature, l'état de surface et la géométrie des électrodes (rayon, écartement), le temps d'application et la forme de la tension (fréquence), la température et la pression, mais aussi de la présence d'impuretés telles que l'eau, les particules solides ou bien des bulles de gaz (c'est d'ailleurs pourquoi les huiles subissent toujours un traitement avant leur utilisation). Quand on mesure un grand nombre de fois la tension de claquage d'une huile, toutes choses égales par ailleurs, on constate que la valeur varie d'un essai à l'autre. Cette dispersion est principalement due aux impuretés dont la présence ne peut jamais être totalement contrôlée. Cet aspect statistique amène à utiliser les transformateurs a des contraintes électriques toujours très inférieures à la rigidité moyenne, pour avoir un coefficient de sécurité élevé.

I. 3.1.3.a Géométrie des électrodes

Les cellules utilisées pour les essais industriels (réalisés sous tension alternative 50Hz) et celles qui sont élaborées pour des études fondamentales présentent plusieurs similarités de conception et de mise en œuvre. Les premières (figure I.20), de réalisation simple, sont faites pour des mesures systématiques rapides des tensions de claquage ; la distance entre électrodes est fixe (quelques millimètres à quelques centimètres), les essais se font à température ambiante et sous pression atmosphérique, et les profils d'électrodes et leur écartement sont fixés par les normes. Ces configurations d'électrodes créent un champ uniforme ou quasi-uniforme. Les secondes cellules (représentées sur la figure I.21), bien plus complexes, permettent la mesure simultanée de diverses grandeurs (courant, émission lumineuse) et de faire varier plusieurs paramètres (distance entre électrodes, pression appliquée au liquide, température, rayon de courbure des électrodes).



Figure I.20 : Configurations d'électrodes utilisées pour l'étude du claquage en champs uniformes ou quasi uniformes [33]

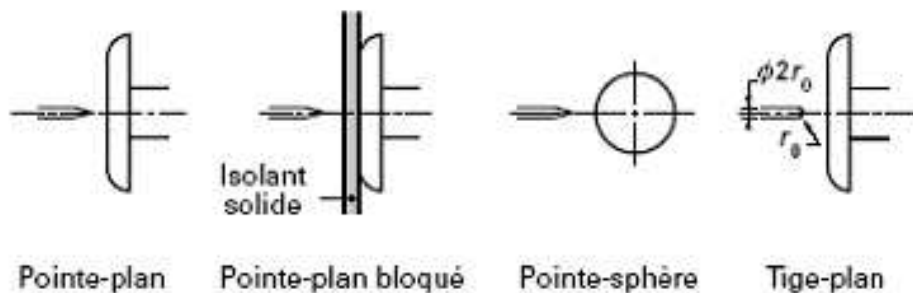


Figure I.21 : Configurations d'électrodes utilisées pour l'étude du claquage en champs divergents ou très divergents [33]

Une étude réalisée par R. MUSIL *et al.* [36] montre que la géométrie des électrodes est prépondérante dans les résultats de claquage. Cette étude a été réalisée sur une huile traitée (5ppm d'humidité) avec un écartement des électrodes de $2.5\text{mm} \pm 0.05\text{mm}$, une montée en tension de 2kV/sec, et une attente de 2min entre chaque mesure. Les résultats sont présentés sur le tableau I.2.

| Géométrie des électrodes | Profil VDE (rayon = 25 mm) | Sphériques (rayon = 6.25 mm) | Profil Rogowski (rayon = 25.4 mm) |
|-------------------------------------|-------------------------------|---------------------------------|--------------------------------------|
| U_C (Kv) Moyenne de 15 mesures | 82,3 | 66,3 | 48,0 |

Tableau I.2 : Influence de la géométrie des électrodes sur la tension de claquage en champs uniformes, sur une huile minérale [36]

I. 3.1.3.b Influence de la température

Il a été montré qu' à teneur en eau constante, la tension de claquage augmente avec la température [4, 36] (figure I.22). Cet effet est directement lié à la solubilité de l'eau dans l'huile qui est une propriété croissante de la température (c. f § I.2.1.2.a). Cependant, cet effet est interrompu lorsque la teneur en eau dans l'huile est trop importante (200ppm).

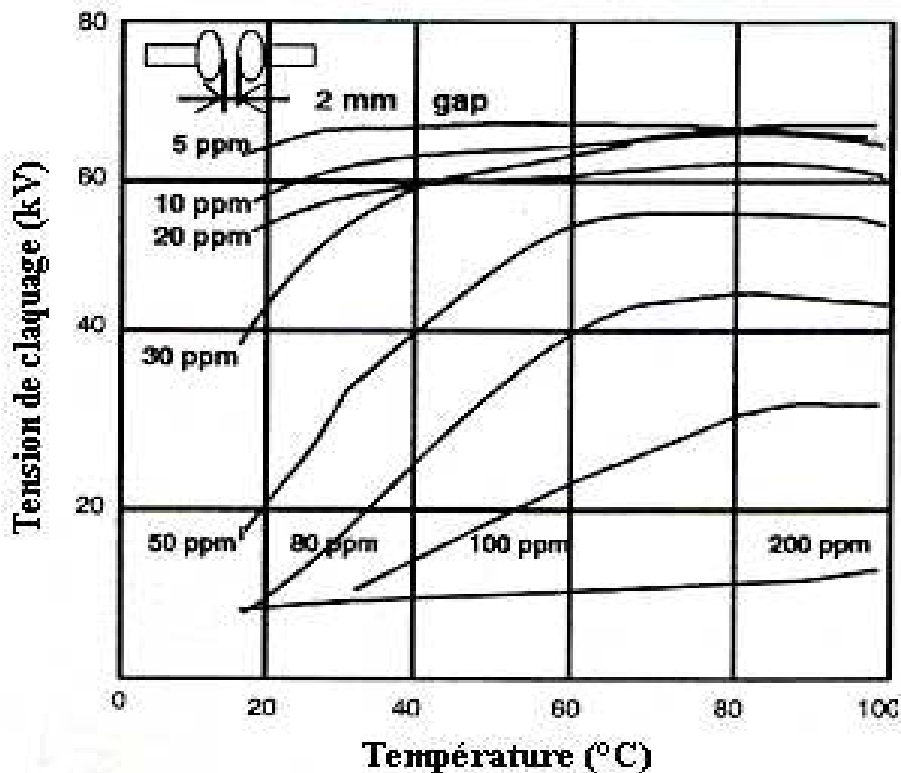
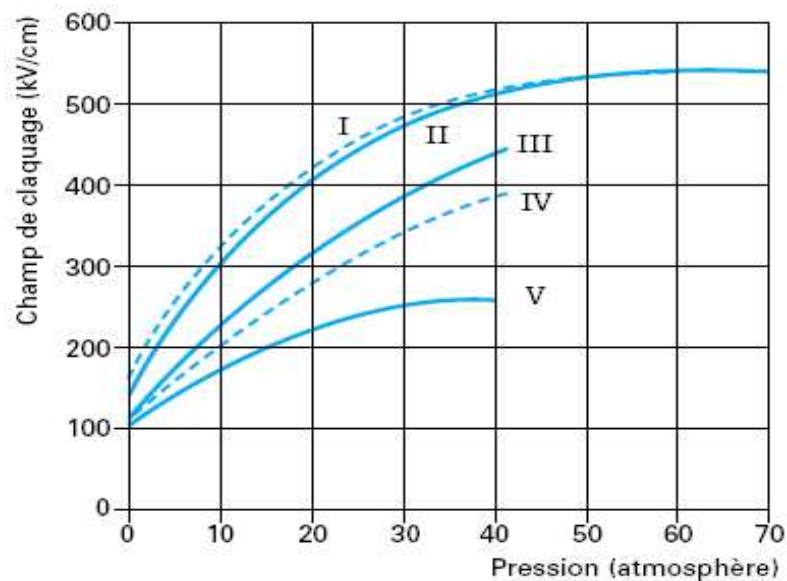


Figure I.22 : Evolution de la tension de claquage (kV) d'une même huile minérale, suivant les variations de la teneur en eau et en fonction de la température (ppm) [36]

I. 3.1.3.c Influence de la pression

Bien que la pression ne constitue pas un paramètre d'étude dans notre recherche, il est important de préciser que son influence n'est pas négligeable. En effet, NIKURADSE [37] a mis en évidence l'augmentation de la rigidité diélectrique avec un accroissement de la

pression (figure I.23). BEROUAL [35] a montré que l'accroissement de la pression limitait la propagation des streamers.



- I pétrole, sous tension alternative, à 50 Hz
 - II huile de ricin, sous tension alternative, à 50 Hz
 - III huile minérale de transformateur, sous tension alternative, à 60 Hz
 - IV huile minérale de transformateur, sous tension alternative, à 20 Hz
 - V huile minérale de transformateur, sous tension continue
- 1 atm \approx 1 bar
 Les valeurs des champs donnés sont des valeurs maximales

Figure I.23 : Influence de la pression sur le champ de claquage [37]

I. 3.1.3.d Influence des impuretés

- L'humidité

L'humidité (c. f. § I.2.1.2) 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 [4, 36, 38]. La figure I.24 met en évidence le fait 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, c. f. § I.3.1.2.c).

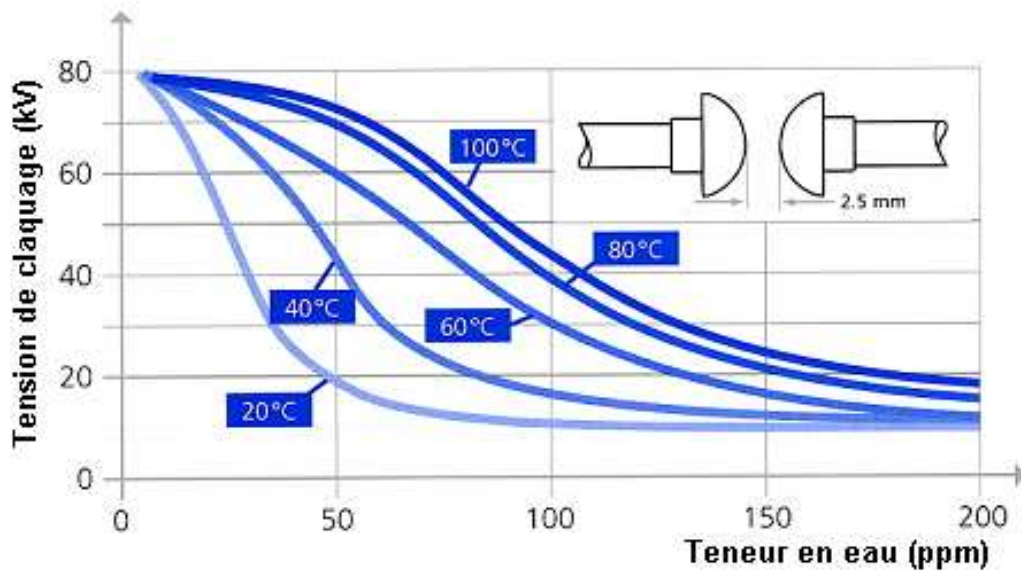


Figure I.24 : Evolution de la Tension de claquage (50Hz) d'une même huile, suivant les variations de la température et en fonction de la teneur en eau [4]

La présence d'eau n'affecte pas de façon importante la rigidité diélectrique tant que la concentration d'une manière générale reste inférieure à 50% de la saturation [3]. Le pourcentage de saturation est encore appelé humidité relative (c. f. § I.2.1.2.a). Par contre, lorsque la teneur en eau dépasse cette valeur, on observe une chute drastique de la tension de claquage (figures I.25 et I.26). Le mono-dibenzyl-toluène (M/DBT), hydrocarbure aromatique, a une teneur en eau à saturation proche des 300ppm à l'ambiante (figure I.26).

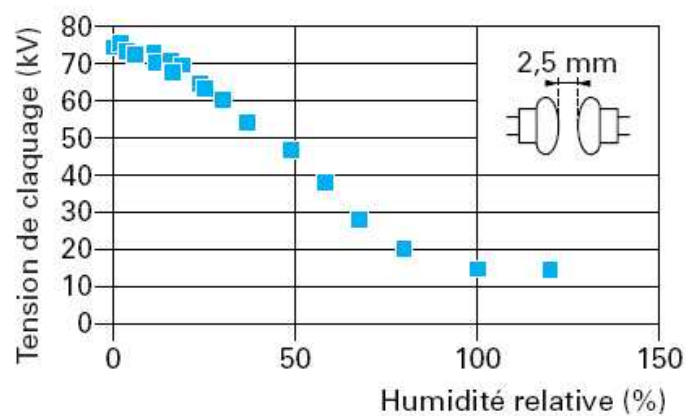


Figure I.25 : Influence de la teneur en eau à température ambiante, sur la tension de claquage (50Hz) d'une huile minérale [25]

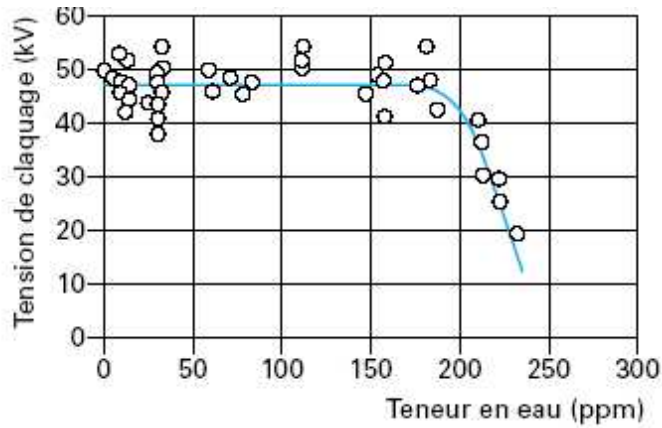


Figure I.26 : Influence de la teneur en eau à température ambiante, sur la tension de claquage (50Hz) du M/DBT (pointe 50 μ m /plan) [3]

- Les particules solides

L'influence des particules sur la tension de claquage des huiles a fait l'objet de nombreuses recherches. LACAZE et SAMAT [39] ont mis en évidence l'influence des particules en suspension sur la tenue diélectrique des grands volumes d'huile. BEROUAL [40] 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'accentuer la déformation du champ électrique tout en précipitant la détérioration du liquide isolant. D'autres recherches [3, 41] ont montré que les particules métalliques avaient une influence importante (figure I.27), même à de faibles teneurs (figure I.28.a).

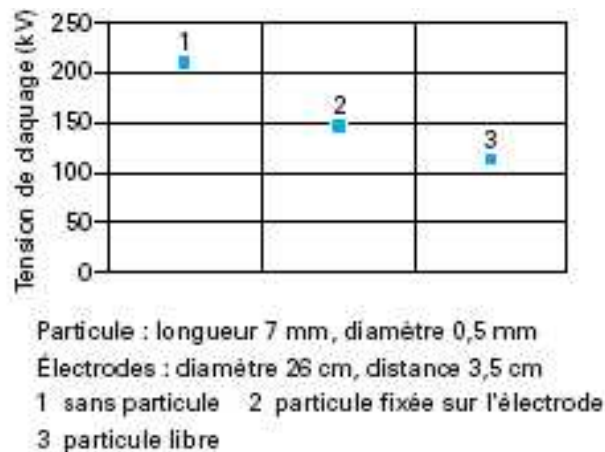
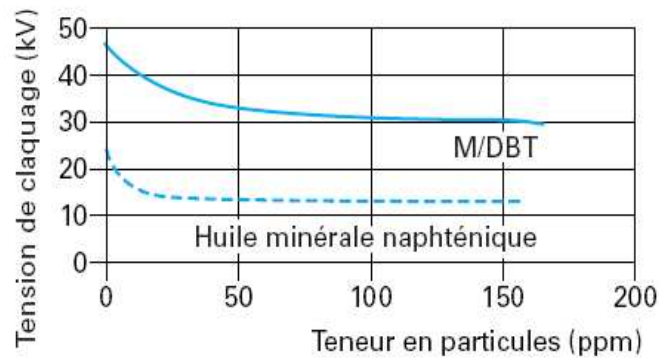
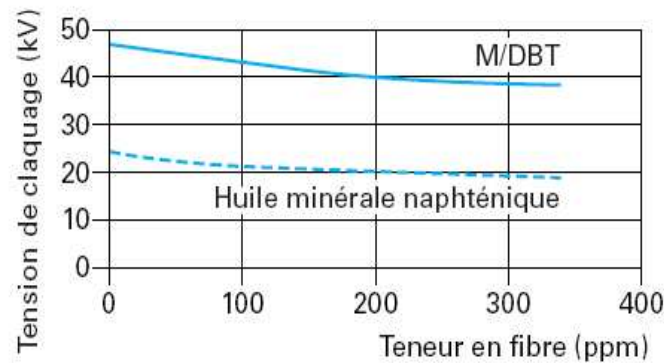


Figure I.27 : Influence de la présence d'une particule métallique sur le claquage d'une huile minérale en champ uniforme [41]

A des teneurs beaucoup plus fortes, les particules isolantes dégradent également les propriétés des liquides (figure I.28.b).



(a)



(b)

Figure I.28 : Comparaison entre l'influence (a) des particules métalliques et l'influence (b) des particules isolantes (fibres de cellulose) , (50Hz, pointe 50 μ m/plan - rampes 3kV/s) [3]

Outre le fait que les particules soient métalliques ou isolantes, leur nombre et plus particulièrement leur taille influencent grandement les tensions de claquage. Les travaux réalisés par KRAUSE [42], représentés dans le tableau I.3 et la figure I.29, montrent que ces deux paramètres ont une influence aussi importante que la teneur en eau de l'huile. En effet, l'huile C qui contient plus de particules de grande taille (> 100 μ m) a une faible rigidité diélectrique quelle que soit sa teneur en eau alors que l'huile B qui en contient beaucoup moins, voit sa rigidité évoluer pour une plus faible teneur en eau. Enfin, l'huile A qui n'en contient pas, présente la plus forte rigidité.

| Taille des particules | Huile A standard | Huile B polluée | Huile C polluée |
|------------------------|------------------|-----------------|-----------------|
| 5 - 15 μm | 9'000 | 12'000 | 12'000 |
| 15 - 25 μm | 500 | 5'000 | 2'000 |
| 25 - 50 μm | 150 | 6'000 | 800 |
| 50 - 100 μm | 15 | 2'000 | 500 |
| > 100 μm | - | 12 | 100 |

Tableau I.3 : Différents degrés de contamination (particules pour 100ml) [42]

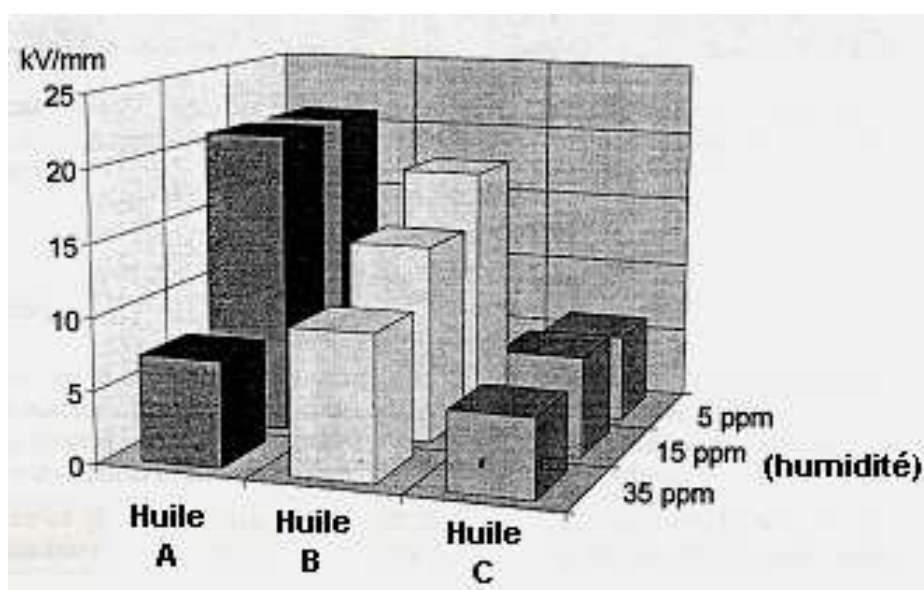


Figure I.29 : Variation de la rigidité diélectrique (kV/mm) dans l'huile minérale en fonction de la teneur en eau et de la teneur en particules (électrodes Rogowski 80mm) [42]

- La présence de gaz

Les gaz ayant une tension de claquage plus faible que celle de l'huile constituent aussi un facteur d'influence sur la tenue diélectrique. Dans le cas de l'isolation imprégnée, le problème peut être lié à une mauvaise imprégnation du matériau, laissant quelques zones où subsiste de l'air.

De plus, après avoir subi des décharges partielles (c.f. § I.3.1.4.a) ou des arcs électriques, l'huile génère des gaz. Cette formation de gaz ne doit pas être trop importante car elle peut conduire à l'apparition de bulles, lorsque ces dernières ne se dissolvent plus dans l'huile.

I. 3.1.3.e Techniques de mesure

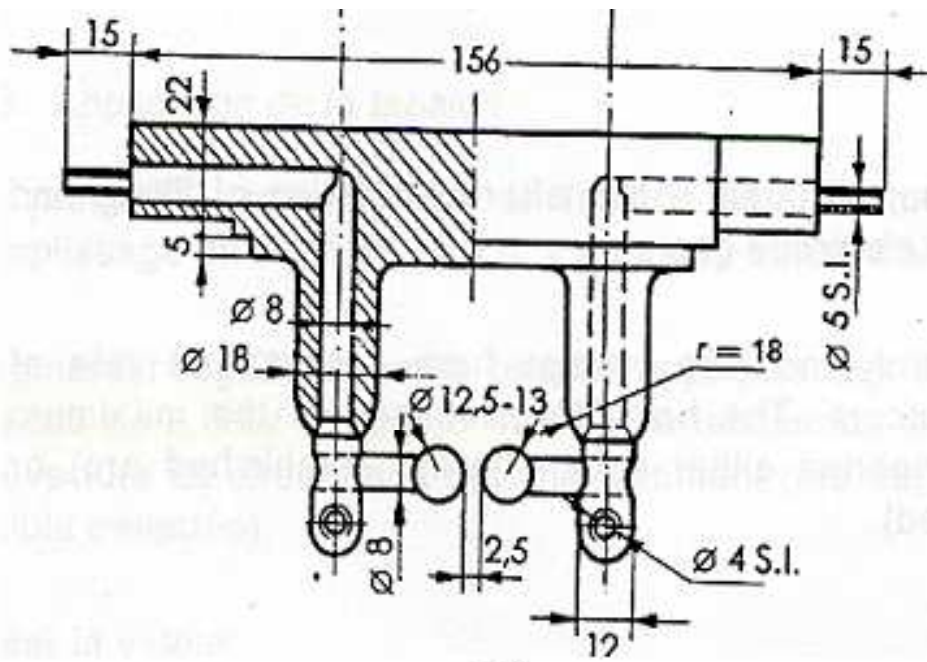
La méthode de mesure la plus répandue pour ce type d'essai est la norme CEI 60156 [43], réalisée à fréquence industrielle (50Hz). Elle consiste à réaliser l'essai à température ambiante, au moyen d'un diélectromètre, selon des conditions bien définies :

- les électrodes sont sphériques (Figure I.30.a) ou hémisphériques (Figure I.30.b), en laiton, bronze ou acier inoxydable austénitique ;
- l'axe des électrodes est horizontal et la distance qui sépare les électrodes est de $2,5 \pm 0,05$ mm ;
- la cellule contenant le liquide est en verre et son volume est compris entre 350 et 600ml ;
- la montée en tension est uniforme et automatique ($2,0 \pm 0,2$ kV/s) ;
- Il y a deux minutes d'attente entre chaque claquage et le liquide est continuellement agité pendant l'essai.

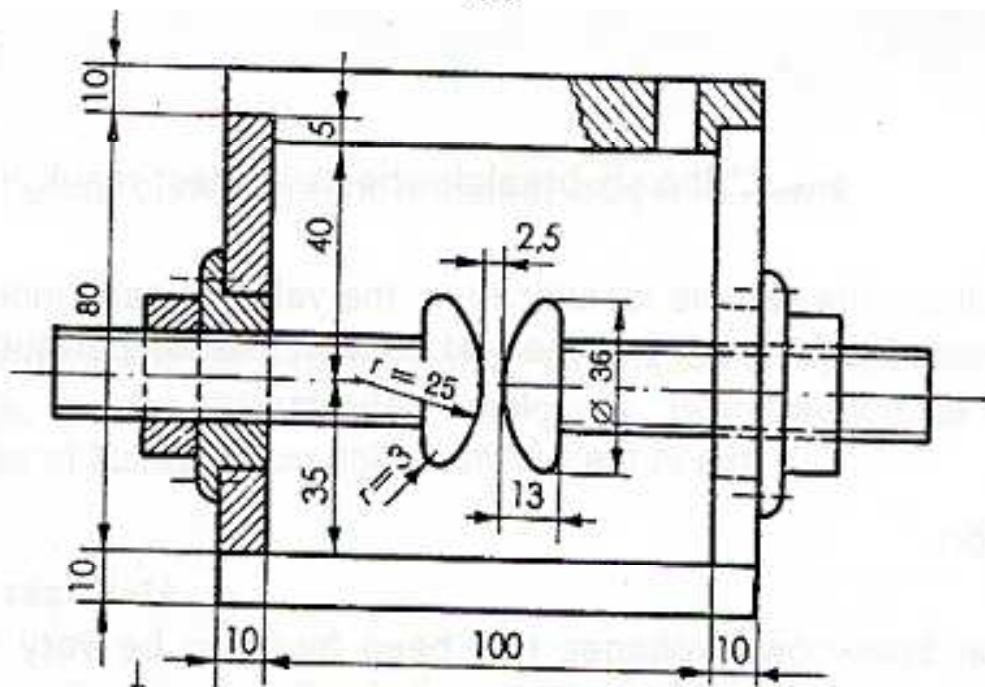
Il existe aussi une autre norme, la CEI 60897 [44], qui permet de tester la tenue aux chocs de l'huile. Dans cet essai, le liquide est soumis à un champ divergent, créé par un système d'électrodes pointe-sphère (pointe de $50 \mu\text{m}$ et de rayon de courbure 40 à $70 \mu\text{m}$, éloignées de 10 à 25mm d'une bille de 12,5mm de diamètre).

Plus précisément, cette norme décrit deux méthodes :

- La première repose sur une augmentation de la tension par échelon, jusqu'au claquage du liquide, la cellule d'essai étant soumise à des chocs de foudre normaux ($1,2$ kV/ $50 \mu\text{s}$).
- La seconde est un test statistique destiné à évaluer la probabilité de claquage à un niveau de tension donné. La cellule d'essai est soumise à une tension proche de celle du claquage.



(a)



(b)

Figure I.30 : Cellules avec électrodes sphériques (a) et hémisphériques (b) [43]

I. 3.1.4 Phénomènes de gassing

I. 3.1.4.a 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 électrique. 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 microclaquages localisés qui ne traversent pas tout l'espace entre les éléments portés à des potentiels différents dans lequel est contenu le diélectrique [45]. 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) [46]. 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 celles 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) [25, 47]. 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 [47]. 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. 3.1.4.b Tendence au gassing

L'objectif de cet essai est d'observer si un liquide soumis à sa surface à des décharges partielles dans l'hydrogène, produit (gas-evolving) ou absorbe (gas-adsorbing) du gaz. On appelle gassing G (en mm^3/mm), la vitesse de variation du volume de gaz pendant 120min d'application de la tension (10kV à 80°C). Si le volume de gaz augmente, le produit aura un gassing positif alors que, s'il diminue, il aura un gassing négatif. Pour les équipements électriques, l'emploi d'imprégnants absorbant les gaz est toujours préférable. La tension, la température et le temps d'application de la tension ont une forte influence sur le comportement d'une huile en gassing (figures I.31 et I.32).

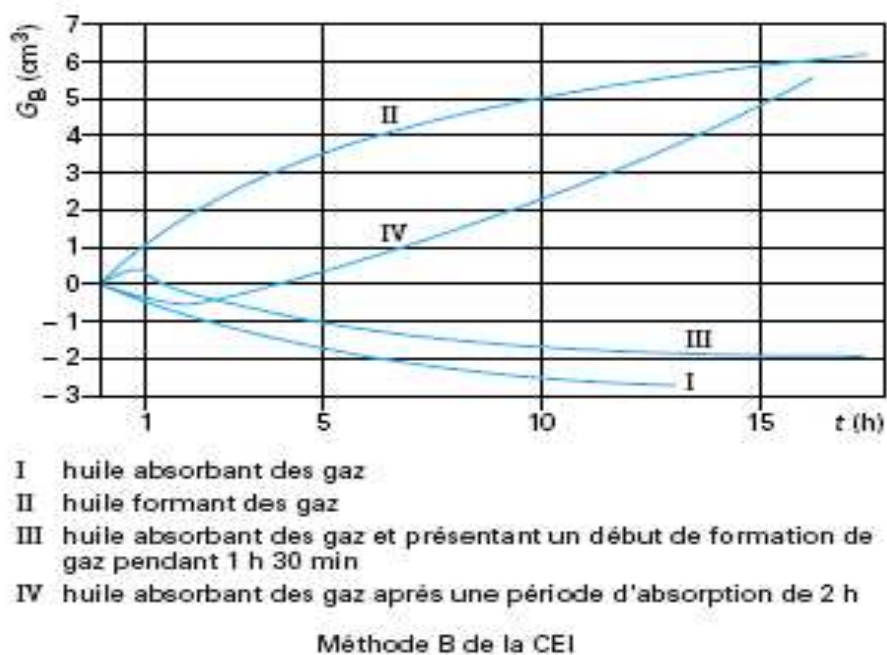


Figure I.31 : Gassing d'une huile minérale en fonction du temps [3]

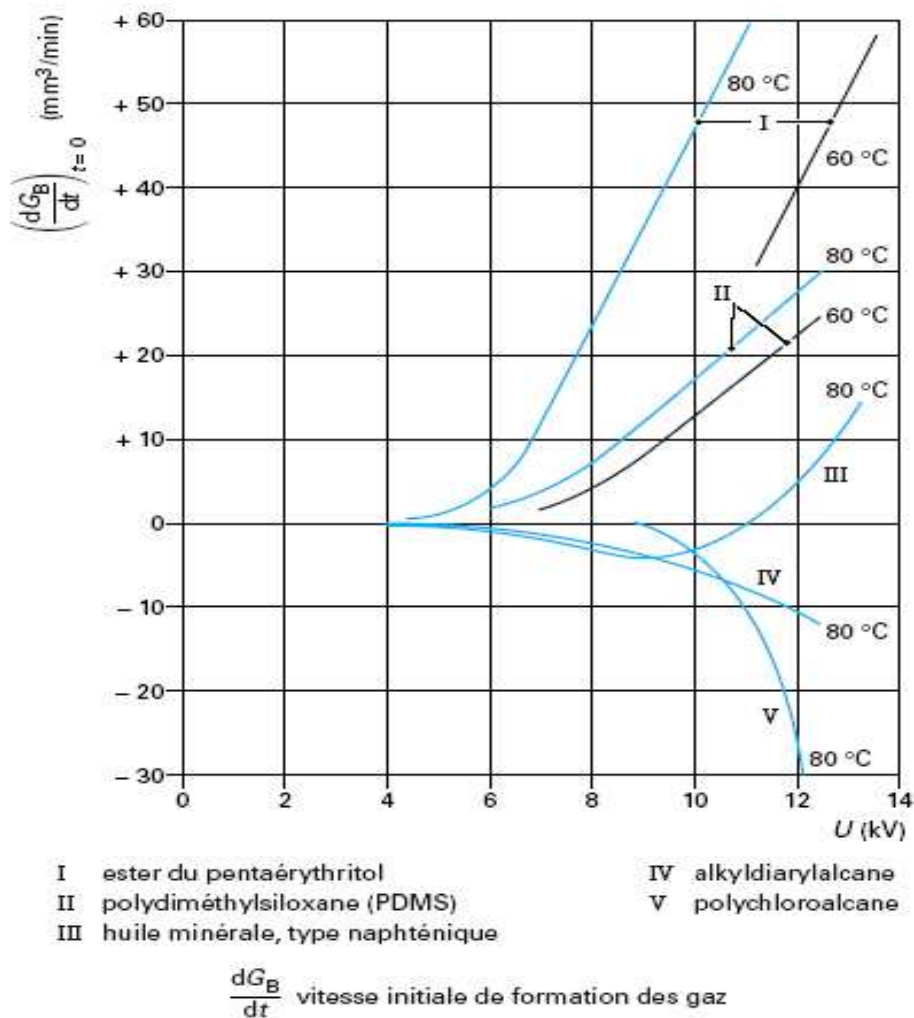


Figure I.32 : Gassing des liquides isolants en fonction de la tension [3]

I. 3.1.4.c Techniques de mesure

- Une méthode d'évaluation du seuil d'apparition des décharges partielles (PDIV, Partial Discharge Inception Voltage) a été développée (norme CEI 61294 [48]). La cellule d'essai est la même que celle utilisée pour déterminer la tension de claquage aux chocs de foudre (norme CEI 60897 [44]). Cependant, dans ce cas, la pointe doit avoir un diamètre de 3 μm , et l'écartement des électrodes 50 mm. Le seuil d'apparition des décharges partielles est défini comme la tension (50Hz) la plus basse à laquelle le niveau des décharges dépasse 100pC.

- Pour mesurer la tendance d'une huile à être « gas-adsorbing » ou « gas-evolving », une norme a été établie par la CEI (norme CEI 60628 [49]). La cellule de gassing est représentée par la figure I.33.

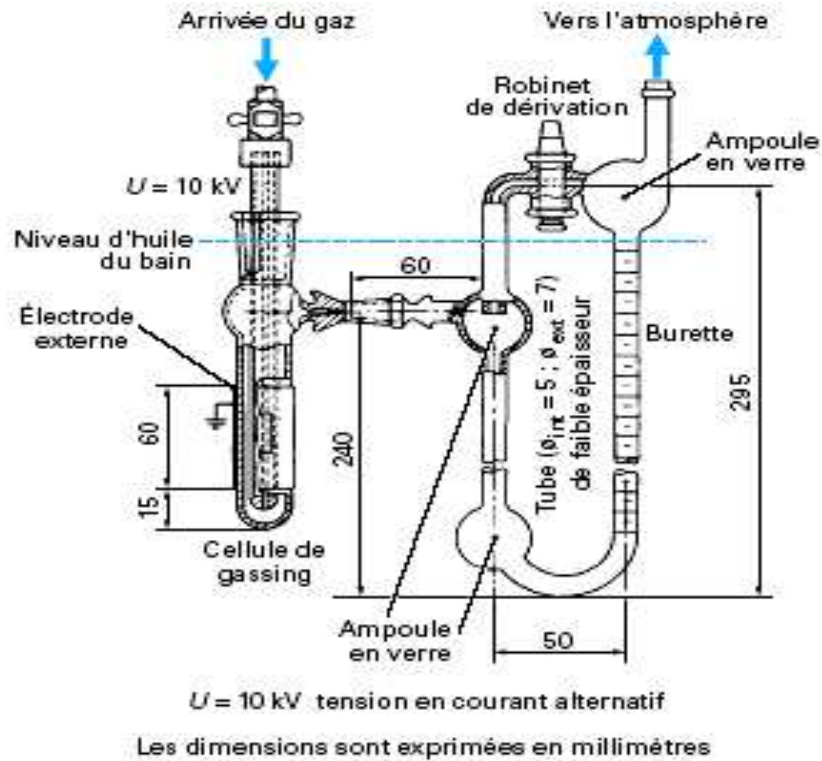


Figure I.33 : Représentation de l'ensemble de la cellule de gassing [49]

I. 3.1.5 Tendence à l'électrification statique (ECT)

Le problème de l'électrification de l'huile dans les grands transformateurs de puissance est apparu au début des années 1970, suite au claquage d'un certain nombre d'appareils peu de temps après leur mise en service. De nombreuses études [50, 51, 52] 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 (isolants cellulosiques) et leur accumulation en des zones distinctes conduisent à l'apparition d'un champ électrostatique qui se superpose au champ électrique

alternatif de l'appareil. Des décharges partielles ou des décharges glissantes peuvent alors survenir, voire un arc électrique, conduisant au claquage du transformateur.

Avant de décrire les différents paramètres qui influencent l'électrification de l'huile et de présenter les moyens de la mesurer, nous allons succinctement décrire les interactions qui se créent entre l'huile et la cellulose.

I. 3.1.5.a Phénomène d'électrification statique

L'électrification dans les transformateurs de puissance est principalement due aux mouvements ioniques [50]. Quand l'huile est en contact avec la cellulose, cette dernière se charge en général positivement et la surface du papier négativement (Figure I.34) [51].

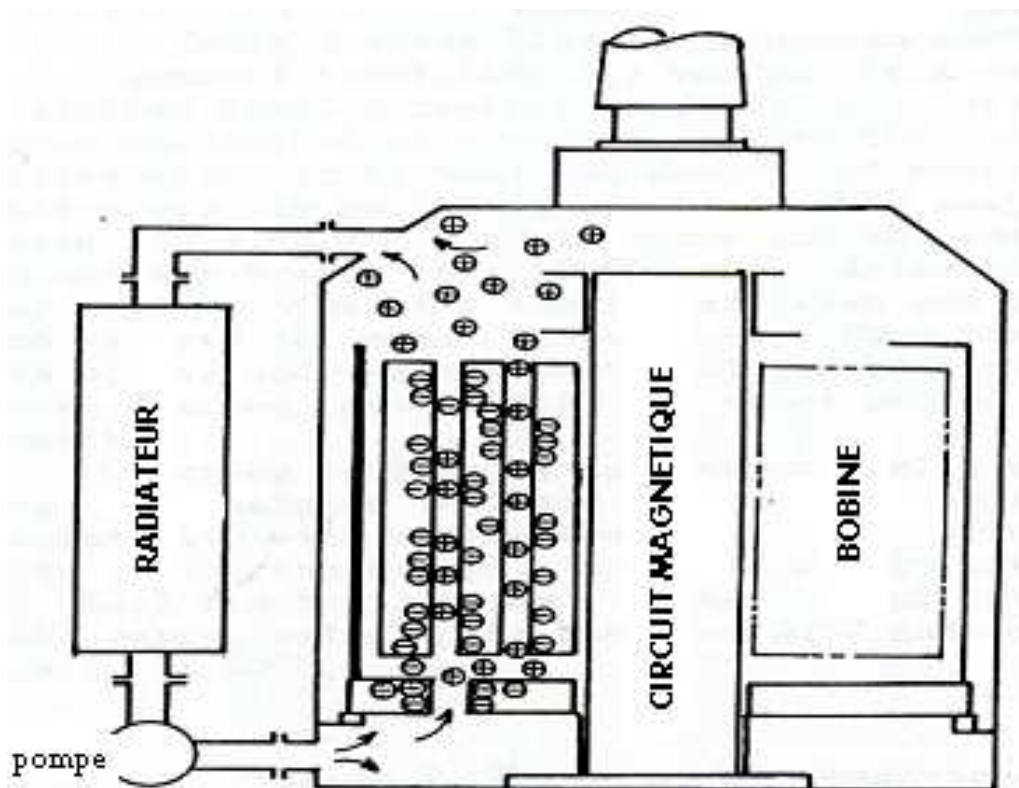


Figure I.34 : Génération et accumulation de charges dans un transformateur de puissance

- Génération de charge

La molécule de cellulose, représentée sur la figure I.35, est constituée par une chaîne d'unités comprenant chacune six groupes hydroxyles (-OH) :

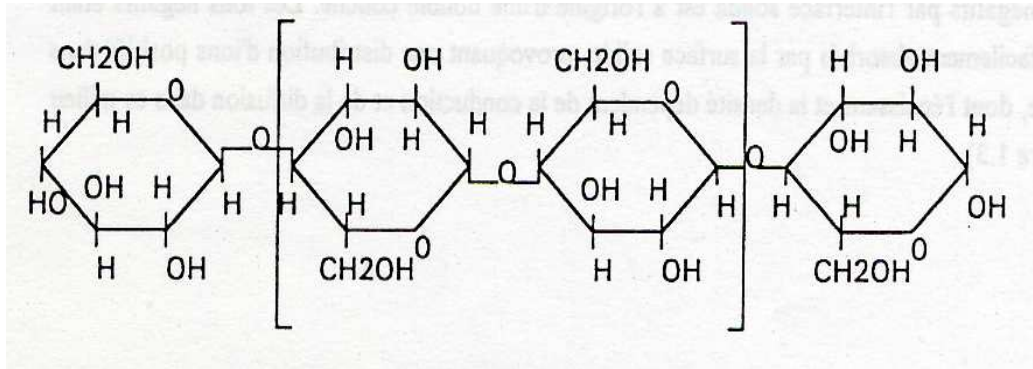


Figure I.35 : Structure moléculaire de la cellulose

Ces atomes d'oxygène contenus dans les groupes hydroxyles ont une grande électronégativité [52]. Ainsi, dans la cellulose, les électrons appartenant aux atomes d'hydrogène sont attirés par les atomes d'oxygène : les atomes d'oxygène se chargent négativement et les atomes d'hydrogène se chargent positivement. Ces atomes d'hydrogène positifs ayant une grande affinité pour les ions négatifs de l'huile, la surface du papier va progressivement se couvrir d'ions négatifs tandis qu'une charge positive va se former dans l'huile (figure I.36).

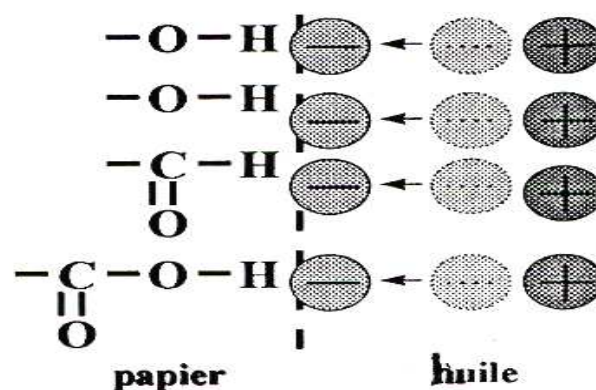


Figure I.36 : Interactions à l'interface papier/huile [52]

On parle de la formation d'une double couche (figure I.37) à l'interface papier / huile [52, 53] où il y a :

- la sous-couche (ou la couche d'Helmholtz [50]) avec la charge négative sur la surface du papier (plus exactement, c'est une très fine couche de liquide qui adhère directement à la cellulose) ;
- la couche diffuse (ou la couche de Gouy [50]) avec la charge positive. L'épaisseur de cette couche est d'autant plus grande que la résistivité du liquide est élevée.

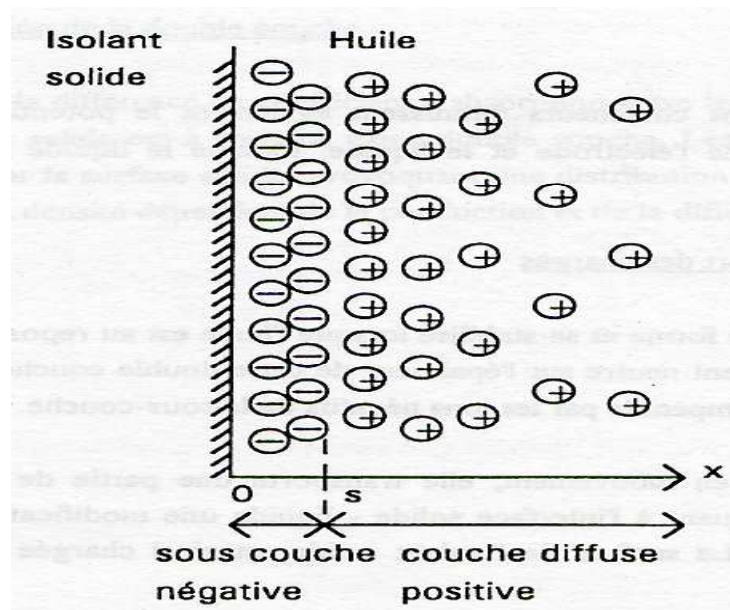


Figure I.37 : la double couche [52]

- Transport et accumulation des charges

Quand l'huile est au repos, la double couche se forme et se stabilise, de façon à ce que l'interface reste électriquement neutre sur l'épaisseur de cette double couche. Les ions positifs de la double couche sont compensés par les ions négatifs de la sous-couche.

Lorsque l'huile est en mouvement, elle transporte une partie de la couche diffuse (charges positives), provoquant à l'interface solide-liquide une modification des conditions d'équilibre électrostatique. La surface de l'isolant solide est ainsi chargée par les ions de la sous-couche négative.

L'électrisation des matériaux résulte donc de la convection d'une partie de la couche diffuse [52]. Le problème dépend ensuite des caractéristiques propres de la cellulose (résistance de fuite, etc..) [54], qui aura tendance à évacuer ou accumuler ces charges et provoquer le claquage.

I. 3.1.5.b Facteurs d'influence

Les paramètres ayant une influence sur les phénomènes d'électrisation statique dans les transformateurs de puissance, à débit d'huile forcé, sont nombreux. Ils dépendent d'une part de l'huile et des conditions dans lesquelles elle est utilisée ; d'autre part, ils dépendent du papier et de son conditionnement. Dans cette partie, seuls seront abordés les facteurs d'influence liés à l'huile.

Les principaux sont les suivants :

- les caractéristiques électriques de l'huile
- l'écoulement de l'huile (vitesse et type)
- la température et l'humidité

• Caractéristiques électriques de l'huile

De nombreux chercheurs ont souligné le fait que la tendance à la charge des huiles dépend de leurs conductivité et de $\tan \delta$ [52, 55, 56, 57]. En effet, les figures I.38 et I.39 montrent que la tendance à la charge est d'autant plus importante, que la conductivité et les pertes diélectriques sont élevées.

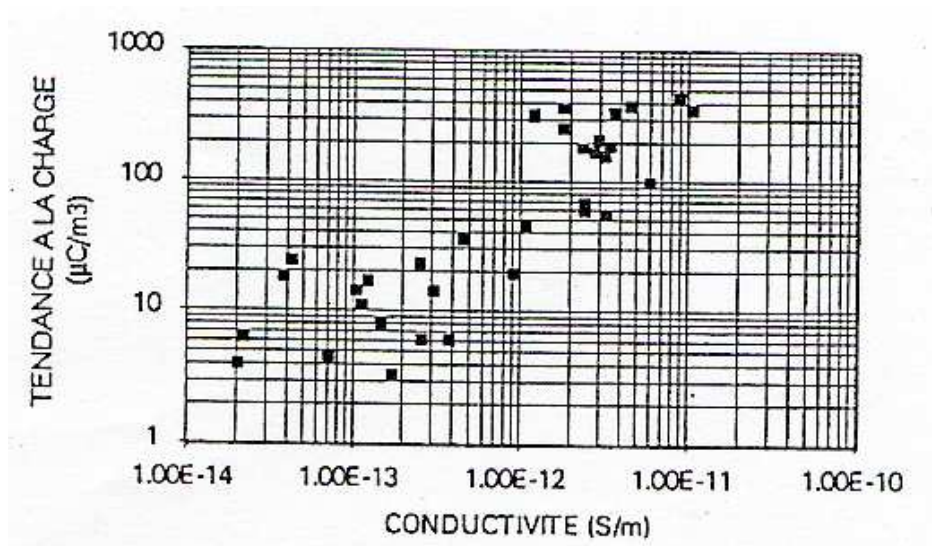


Figure I.38 : Corrélation entre la conductivité et la tendance à la charge des huiles [52]

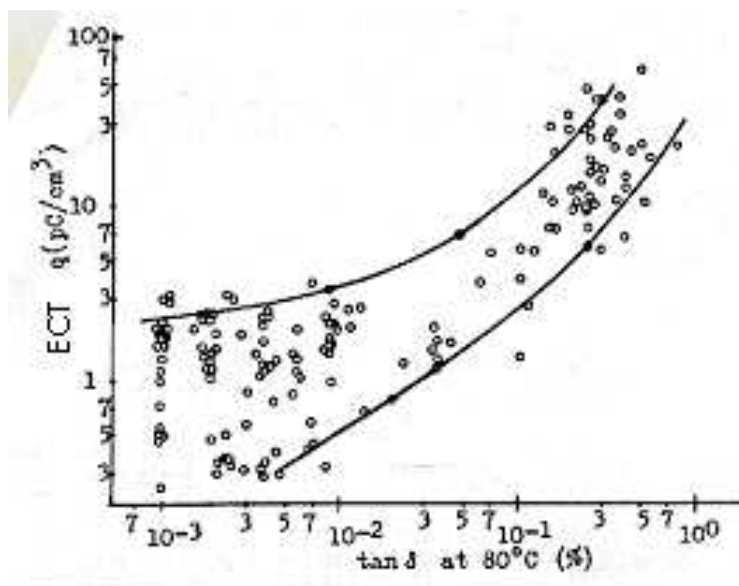


Figure I.39 : Corrélation entre la tendance à la charge et les pertes diélectriques des huiles isolantes [55]

Il a été aussi montré par PEYRAQUE *et al* [52, 58] que les huiles minérales ayant une tension de claquage élevée ont une importante tendance à la charge (figure I.40). Ceci est lié au fait que les huiles minérales ayant une tension de claquage élevée ont une faible teneur en eau. On en revient alors à l'influence de l'eau sur la tendance à la charge, qui est évoquée plus loin sur la figure I.42.

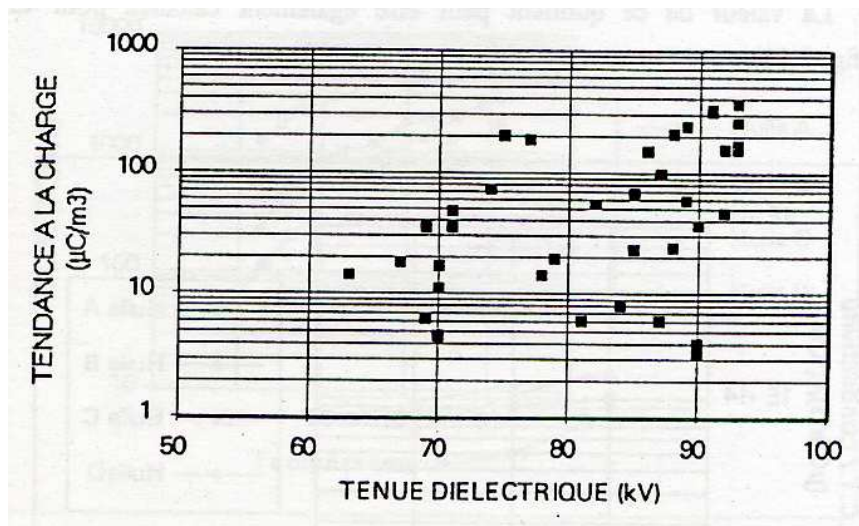


Figure I.40 : *Corrélation entre la tension de claquage et la tendance à la charge [52]*

- Influence de la température et de la vitesse d'écoulement

Les résultats expérimentaux rapportés dans la littérature, concernant l'influence de la température sont assez contradictoires car ils dépendent du type d'essai (c. f. § I.3.1.5.c). En effet :

- pour le système à filtre (« Minisatic charge tester »), la tendance à la charge de l'huile augmente proportionnellement avec la température (figure I.41) [56] ;
- pour le système tubulaire, il a été montré que la vitesse d'écoulement avait un impact [59], mais aussi qu'un pic de courant apparaît pour une température comprise entre 40 et 50°C [60, 61] ;
- pour le système rotatif, plus la vitesse de rotation est importante, plus la valeur du courant augmente avec la température [62].

Il ressort des travaux rapportés dans la littérature que quelque soit le type d'essai (filtre, tubulaire ou rotatif), le courant mesuré augmente plus ou moins avec la vitesse de circulation de l'huile et la température.

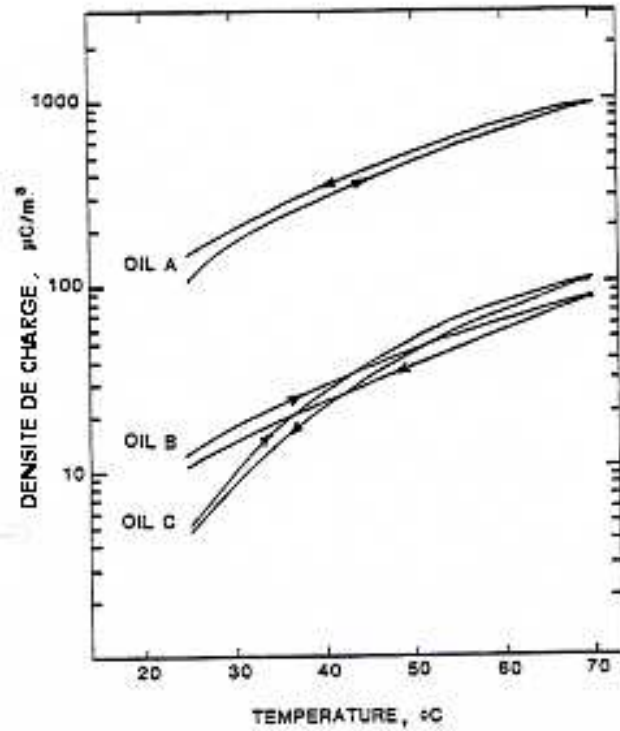


Figure I.41 : Influence de la température sur la tendance à la charge de l'huile [56]

• Influence de l'humidité

Il a été observé par de nombreux chercheurs que lorsque la teneur en eau de l'huile augmente, la tendance à la charge de l'huile diminue et ceci quelque soit le type de système utilisé [52, 56, 63, 64]. Ce phénomène est représenté sur la figure I.42.

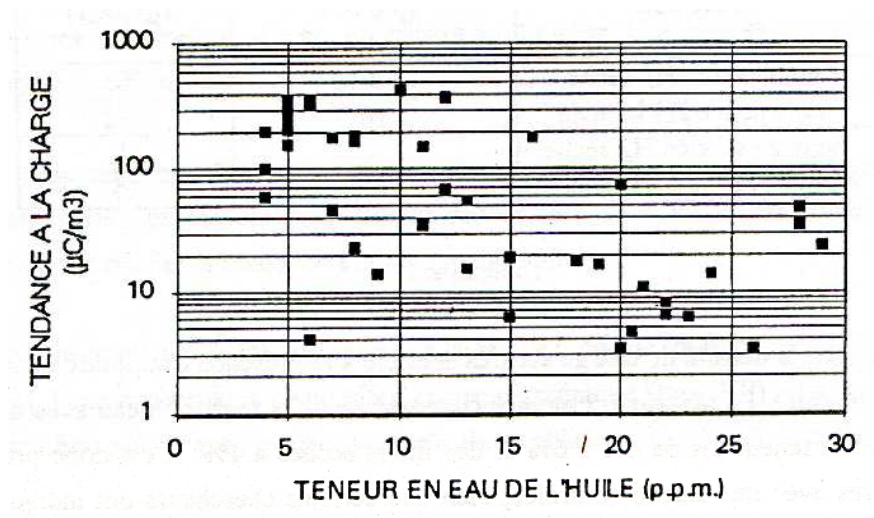


Figure I .42 : Influence de l'humidité sur la tendance à la charge de l'huile minérale [52]

I. 3.1.5.c Techniques de mesure

Il n'existe pas de normes pour la mesure de la tendance à la charge électrostatique des huiles. Cependant, différentes méthodes telles que le système à filtre, les systèmes tubulaire ou rotatif, ont été mises au point pour tenter de mesurer l'activité électrique qui se produit à l'interface huile/cellulose. La plus répandue est la mesure de la tendance à la charge électrostatique (ECT) utilisant le système à filtre ; elle a été mise au point par la société Westinghouse Electric Corporation en 1984 avec le protocole du « Ministatic Charge Tester ».

- « ministatic charge tester » ou système à filtre

C'est le système le plus employé, notamment dans l'industrie, de part sa simplicité. Il a d'abord été développé pour les produits pétroliers et adapté par OOMMEN [56] aux huiles de transformateur. Cet essai consiste à forcer une huile à passer à travers un papier filtre (cellulose) pour produire une génération et une séparation de charge, résultant de la destruction de la double couche à l'interface papier/huile. La charge sur le filtre est mesurée par un électromètre ; elle est généralement négative alors que celle de l'huile est positive [56, 65].

L'unité la plus adéquate pour décrire la tendance à la charge d'une huile, avec ce système, est la densité de charge, c'est à dire la quantité de charge créée par écoulement, pour une unité de volume d'huile donnée. Si Q est la charge, V le volume d'huile écoulé et i le courant moyen, la densité de charge q est donnée par la relation :

$$q = Q / V = i.t / V = i / (V/ t) = \text{courant de charge} / \text{débit de l'huile} \quad (\text{I.10})$$

En général, la densité de charge est exprimée de la façon suivante :

$$q (\mu\text{C}/\text{m}^3) = (i.t.10^{12}) / V \quad (\text{I.11})$$

où

i est le courant mesuré (A)

t est le temps d'écoulement (sec)

V est le volume écoulé (ml)

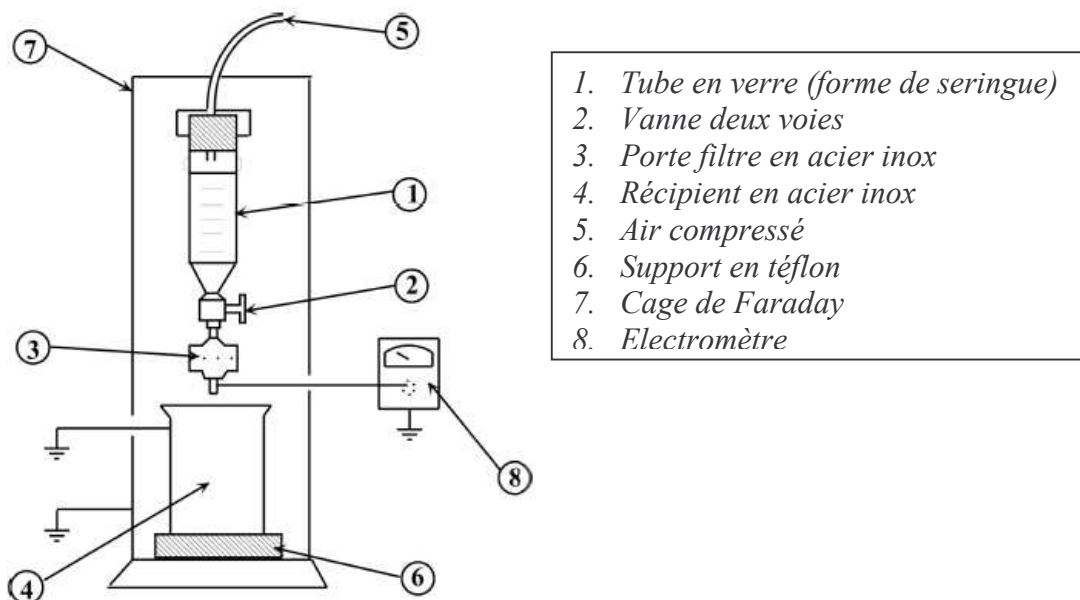


Figure I.43 : Dispositif de mesure de la tendance à la charge des huiles, « ministatic charge tester » [54]

- Le système tubulaire

Ce système permet d'étudier l'écoulement de l'huile aussi bien dans une conduite métallique (cas de produits pétroliers) que dans des canaux isolants (cas des panneaux de transformateurs).

Un des modèles tubulaires classiques a été proposé par MIYAO [66], dans lequel l'huile passe entre deux électrodes cylindriques, tandis que le courant est mesuré sur l'électrode intérieure.

- Le système rotatif

Ce système, proposé par KEDZIA [67], est le plus représentatif du mouvement de l'huile par rapport aux isolants solides dans les transformateurs réels. La mise en mouvement du liquide, pour une certaine vitesse de l'écoulement en rotation, provoque le déchirement de la double couche. Ce dispositif consiste à placer un disque tournant dans une cellule métallique isolée. Le courant s'écoulant de la cellule vers la masse est mesuré à l'aide d'un électromètre.

I. 3.2 Propriétés liées au transfert de chaleur

Bien que la fonction principale d'une huile de transformateur soit l'isolation électrique, les propriétés liées au transfert des calories ne sont pas à négliger car cette dernière permet tout autant d'évacuer la chaleur engendrée par les bobines et le circuit magnétique.

I. 3.2.1 Viscosité et point d'écoulement

I. 3.2.1.a Viscosité dynamique

La viscosité d'un fluide se définit comme la propriété qui caractérise sa résistance à l'écoulement. Plus précisément, la viscosité résulte de la résistance qu'opposent les molécules du fluide à des efforts qui tendent à les déplacer par glissements relatifs en son sein.

Un liquide homogène, de masse volumique supposée constante, subit des déformations relatives (glissements ou cisaillements) auxquelles il oppose une résistance mesurable. Selon leur comportement rhéologique, les fluides peuvent être classés en deux catégories : les fluides dits « newtoniens » et les fluides dits « non newtoniens ». La viscosité dynamique η permet de différencier ces deux types de liquide. Si un fluide, à température constante, a une viscosité qui reste constante quelle que soit la valeur de la contrainte appliquée, on dit qu'il est newtonien et inversement lorsque la contrainte appliquée fait varier la viscosité, il est dit non newtonien. Les huiles de transformateurs sont de type « newtoniens ».

La viscosité diminue avec la température et de nombreuses lois empiriques ont été proposées [68]. On utilise généralement la relation de Vogel, Fulcher, Tamman et Hesse (VFTH) [28] :

$$\lg \eta = A + [B/(T - T_0)] \quad (\text{I.12})$$

où

η est la viscosité dynamique,

A et B sont deux constantes positives caractéristiques du liquide,

T est la température (K),

$T_0 = 273,15$ K.

I. 3.2.1.b Viscosité cinématique

La viscosité utilisée pour la mesure des huiles de transformateurs est la viscosité cinématique ν , plus facile à déterminer que la viscosité dynamique η . Le principe de caractérisation de ν est basé sur l'application de la loi de Poiseuille donnant la relation entre le débit volumique d'un liquide newtonien qui s'écoule en régime laminaire (vitesse uniforme en tout point) dans

un tube capillaire calibré, et sa perte de charge linéaire (perte d'énergie au cours du mouvement). La viscosité cinématique se détermine suivant la norme ISO 3104 [69] et peut s'écrire, à température donnée [70]:

$$v = \eta / m_V \quad (\text{I.13})$$

où

v est la viscosité cinématique ($\text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}$),

η est la viscosité dynamique ($\text{Pa} \cdot \text{s}$),

m_V est la masse volumique ($\text{kg} \cdot \text{m}^{-3}$).

La viscosité cinématique des huiles, qui s'exprime généralement en mm^2/s , est essentielle pour le transfert de chaleur dans les transformateurs, (c. f. I.1.2.3). Une légère variation de cette dernière, peut amener une grosse perte de dissipation de chaleur (figure I.44).

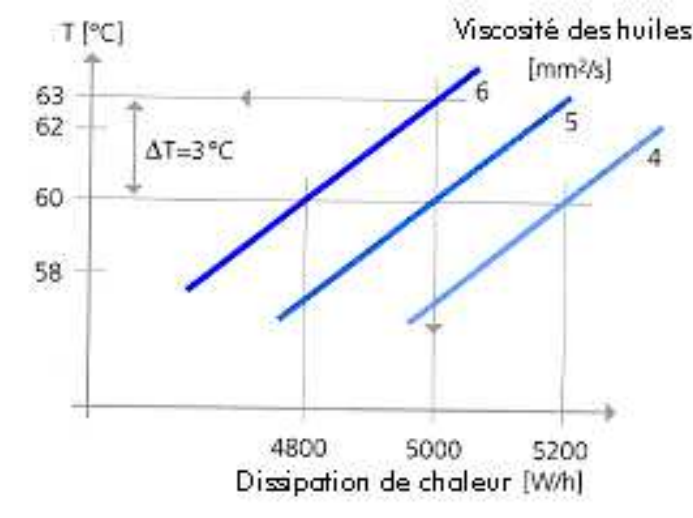


Figure I.44 : Evolution de la dissipation de chaleur dans un transformateur, en fonction de la viscosité cinématique [4]

Elle est extrêmement sensible aux variations de température. Aux basses températures, les huiles deviennent de plus en plus visqueuses, jusqu'au moment où elles se figent (point d'écoulement, c. f. § I.3.2.1.c). Par contre, aux hautes températures, la viscosité de ces fluides décroît très rapidement. Suivant le type d'huile, la variation de viscosité avec la température

est différente. L'indice de viscosité est un nombre empirique qui indique l'effet de la variation de température sur la viscosité d'une huile. Plus l'indice de viscosité (IV) est bas, plus la température a une influence marquée sur la viscosité (figure I.45). La norme ISO 2909 [71] précise la méthode de calcul qui se fait au moyen des viscosités à 40° et 100°C.

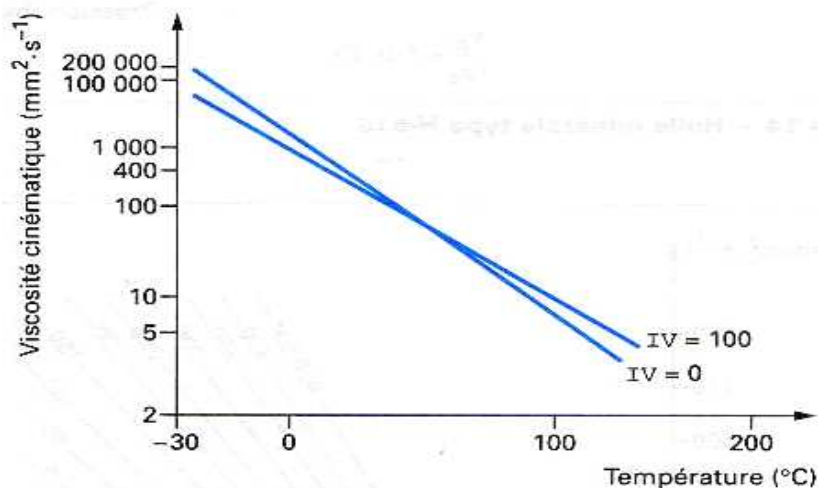


Figure I.45 : Variation de la viscosité v en fonction de la température pour différents indices de viscosité (IV) [70]

La viscosité des hydrocarbures est corrélée à leur masse moléculaire et leur point éclair (c.f. § I.4.1.1). Plus un produit est léger, plus sa viscosité est faible. Cependant, plus un produit a une faible masse moléculaire, plus il est volatil et plus il est inflammable. La figure I.46 met en évidence cette corrélation.

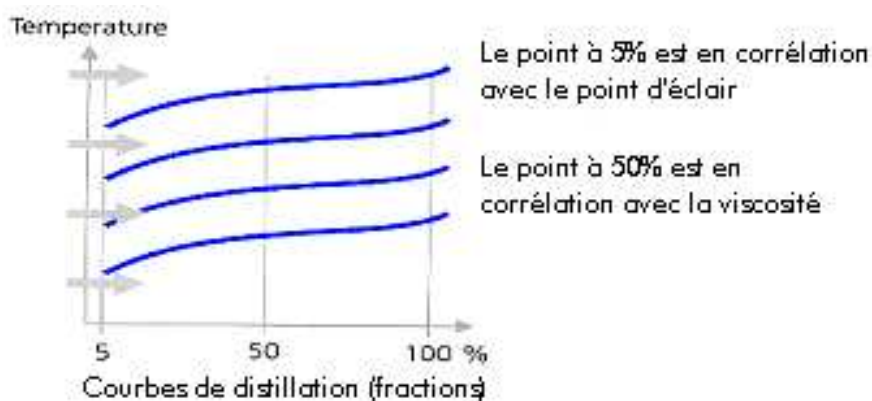


Figure I.46 : Corrélation entre le point éclair et la viscosité, suivent la température de distillation d'une huile minérale [4]

I. 3.2.1.c Point d'écoulement

Le point d'écoulement est également un paramètre important dans le choix d'un liquide destiné à évacuer les calories. Il est défini comme la température la plus basse à laquelle le fluide coule encore lorsqu'il est refroidi, sans agitation, dans des conditions normalisées. Le fait que le liquide atteigne une consistance qui l'amène à se figer est liée à la masse moléculaire, la composition du liquide et au mélange de différentes molécules [28].

La connaissance de cette caractéristique est primordiale pour l'utilisation de transformateurs dans les pays froids.

Les liquides isolants utilisés dans l'électrotechnique se figent généralement à des températures allant de -60°C à -30°C . Cette caractéristique se détermine au moyen de la norme ISO 3016 [72].

I. 3.2.2 Conductivité et capacité thermiques

La capacité thermique massique ou chaleur spécifique se définit comme la quantité de chaleur nécessaire pour augmenter de un degré Kelvin la température d'un kilogramme d'une substance, sans qu'il y ait de changement de phase. Ainsi, pour une huile de transformateur, plus la valeur de chaleur spécifique est élevée, moins le transformateur s'échauffera.

La chaleur spécifique croît avec la température et décroît avec la masse volumique (puisque cette dernière décroît avec la température, c.f. § I.3.2.3). Dans le cas des huiles minérales, elle peut être calculée par la relation suivante [28] :

$$C_p = (1684 - 3,39.\theta) / \sqrt{m_{V15}} \quad (\text{I.14})$$

où

C_p est la chaleur spécifique (J/kg.K),

θ est la température (K),

m_{V15} est la masse volumique à 15°C.

Elle s'étend pour les liquides isolants de 1000 à 2300 J/kg.K et peut se déterminer selon la norme ASTM (« American Society for testing and Materials ») D 2766 [73].

La conductivité thermique indique 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. Pour la plupart des liquides, on utilise la formule de Cragoe [28] :

$$\lambda = 0,117.(1 - a\theta) / d_{15} \quad (I.15)$$

où

λ est la conductivité thermique (W/m.K),

a est une constante égal à $5,4.10^{-4}$,

θ est la température (K),

d_{15} est la densité à 15°C.

Elle s'étend de manière générale de 0,10 à 0,16 W/ m.K pour les liquides isolants, et peut être déterminée suivant la norme ASTM D 2717 [74].

I. 3.2.3 Masse volumique et coefficient de dilatation

La masse volumique ρ_θ est une caractéristique intrinsèque d'un produit. Elle dépend de la composition chimique.

Elle se définit comme le rapport d'une masse m de liquide à son volume V , mesuré à la température θ , et s'exprime en kilogrammes par mètre cube :

$$\rho_{\theta} = m / V \quad (\text{I.16})$$

La masse volumique diminue quand la température augmente. Le coefficient de dilatation volumique α_V (K^{-1}) caractérise cette variation [28] :

$$\rho_{\theta} = \rho_{20} \cdot (1 - \alpha_V \cdot [\theta - 20]) \quad (\text{I.17})$$

La masse volumique d'une huile est déterminée à 20°C , selon la norme ISO 3675 [75], au moyen de densimètres étalonnés.

A cette température, la masse volumique des liquides isolants est comprise entre 800 et 2000 kg/m^3 . Plus précisément, pour les huiles diélectriques, elles ne s'éloignent pas trop des 1000 kg/m^3 . En effet, il est préférable de prendre des huiles ayant une masse volumique inférieure à celle de l'eau ($1000 \text{ kg}/\text{m}^3$), pour que cette dernière ne vienne pas à la surface de l'huile en cas d'émulsion et conduise à l'apparition d'arcs électriques.

Le coefficient de dilatation volumique varie de $5 \cdot 10^{-4}$ à $10 \cdot 10^{-4} \text{ K}^{-1}$ et peut être déterminé suivant la norme ASTM D 1903 [76].

I. 3.2.4 Aptitude au transfert de chaleur

Le refroidissement d'un transformateur se fait par convection et par conduction thermique [6].

La conduction thermique implique le transfert de chaleur d'un point à un autre du même corps sans déplacement du fluide. Cette propriété est mesurée avec la conductivité thermique ($\text{W}/\text{m}\cdot\text{K}$). Plus cette dernière est importante, plus le transfert de chaleur est efficace.

La convection quant à elle, signifie que la chaleur est transportée par mouvement du liquide.

Elle est influencée par trois facteurs :

- La viscosité cinématique qui donne l'aptitude du fluide à se déplacer plus ou moins vite en fonction de la température.
- La chaleur spécifique qui conditionne la quantité de chaleur transportée
- Le coefficient d'expansion thermique qui favorise la convection grâce au gradient de densité entre zones chaudes et froides.

D'après F. B. WADDINGTON [77], l'aptitude au transfert de chaleur peut être caractérisée par le paramètre (p), qui est un nombre empirique, donné par la formule suivante :

$$p = \frac{(\text{chaleur spécifique})(\text{coefficient de dilatation})(\text{conductivité thermique})}{\text{viscosité cinématique}} \quad (\text{I.18})$$

Ce paramètre est encore appelé critère de refroidissement. Plus la valeur de p est importante, plus le transfert de chaleur est efficace.

I. 4 Sécurité d'emploi

La sécurité d'emploi des liquides isolants concerne les risques d'incendie et d'explosion dont ils pourraient être la cause, ainsi que l'influence qu'ils peuvent avoir sur la santé des individus ou sur l'environnement.

Le danger d'incendie repose sur des caractéristiques d'inflammabilité (point éclair, point de feu, température d'auto-inflammation) et certaines caractéristiques de combustion (indice d'oxygène, quantité de chaleur dégagée) [38, 78].

Le danger d'explosion est lié à la nature des gaz produits par décomposition des liquides sous décharges électriques et points chauds. L'hydrogène, le méthane et l'acétylène sont les principaux gaz concernés.

Les dangers concernant la santé et l'environnement, respectivement reliés aux caractéristiques toxicologiques et écotoxicologiques sont l'objet des travaux d'organismes publics comme l'Institut National de Recherche Scientifique, et sont publiés sous forme d'études biochimiques, de profils de toxicité, etc.. [79].

I. 4.1 Caractéristiques liées au feu

Dans certaines applications, où le risque en cas d'incendie est considéré comme inacceptable, on utilise des liquides résistants au feu. Le danger d'incendie est évalué à partir des caractéristiques d'inflammabilité tels que : le point d'éclair, le point de feu, et la température d'auto-inflammation ainsi que de certaines caractéristiques de combustion telles que l'indice d'oxygène ou les quantités de chaleur dégagée.

Les PCB (polychlorobiphényles) étaient considérés comme ininflammables, c'est à dire qu'on ne pouvait pas les faire brûler, sans apport d'énergie par un feu extérieur. Leur bannissement ainsi que l'interdiction d'utiliser des produits chlorés, n'ont plus permis d'avoir de tels liquides ininflammables. On utilise actuellement des liquides moins inflammables qui sont définis comme ayant un point de feu supérieur à 300°C.

I. 4.1.1 Point d'éclair, point de feu et auto-inflammation

Le chauffage progressif d'un liquide provoque le dégagement de vapeurs. 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 point éclair du liquide.

Il existe deux types de méthodes pour déterminer le point d'éclair :

- la méthode en coupe ouverte, telle que la méthode Cleveland (ISO 2592 [80]) ;
- la méthode en coupe fermée, telle que la méthode Pensky-Martens (ISO 2719 [81]).

Pour la méthode en coupe ouverte, comme son nom l'indique, le liquide est au contact de l'air libre et les vapeurs peuvent se mélanger librement à l'air environnant. Dans l'autre méthode, le volume au-dessus de la coupelle est clos et les vapeurs restent au voisinage de la surface du liquide. Les méthodes en coupe fermée donnent généralement des valeurs plus faibles que les méthodes en coupe ouverte.

Si on poursuit 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 tels que les PCB, n'ont pas de point de feu.

On considère en général que, pour que le risque d'inflammation devienne négligeable, il faut que la température reste inférieure de 25 à 30°C au point d'éclair [3].

La température d'auto-inflammation d'un liquide est la température minimale à laquelle se produit une combustion instantanée. Cette température est très supérieure à celle du point d'éclair et présente donc moins d'intérêt. Elle peut être déterminée par la méthode CEI 60079-4 [82], qui consiste à injecter un faible volume de liquide dans une enceinte contenant de l'air et à déterminer la température à laquelle apparaît une flamme dans un laps de temps fixé.

La température d'auto-inflammation correspond au comportement d'un liquide dans un incendie, alors que le point de feu caractérise des limites thermiques de service.

I. 4.1.2 Caractéristiques de combustion

Depuis l'interdiction des PCB, il n'existe plus de liquides ininflammables (sans point de feu) sur le marché. Ces produits ont été remplacés par des liquides moins inflammables que les huiles minérales, avec un point de feu supérieur à 300°C. Cependant, ils n'en brûlent pas moins et leur comportement dans un incendie pose problème. Pour répondre à cette question, les caractéristiques de combustion telles que l'indice d'oxygène et le pouvoir calorifique inférieur (PCI) sont étudiées.

L'indice d'oxygène correspond à la teneur minimale en oxygène dans un mélange air/azote, qui permet d'entretenir la combustion dans des conditions définies (ASTM D 2863 [83]).

Le PCI est la quantité de chaleur nette libérée par la combustion totale du liquide ; elle est déterminée par la méthode ASTM D 240 [84].

I. 4.2 Toxicologie et ecotoxicologie

I. 4.2.1 Les propriétés toxicologiques

Ces propriétés concernent tous les tests relatifs aux effets nocifs que peut avoir une huile sur l'homme. Ces tests sont réalisés en laboratoire sur des animaux (rats, lapins, cobayes). On y trouve [79]:

- la toxicité aiguë évaluée à partir de la DL_{50} (dose létale) qui est la dose ou concentration qui provoque la mort de 50% des individus dans un délai de 24 à 48 heures ;
- l'aspect irritant aigu pour la peau ou les yeux ;
- le pouvoir sensibilisant qui permet d'évaluer les réactions allergiques que le produit peut provoquer ;
- la génotoxicité qui indique si le liquide peut altérer le matériel génétique, mais indique également le potentiel cancérigène de la substance ;
- la toxicité subaiguë qui est déterminée en administrant des doses de substances pendant 28 jours. La concentration la plus élevée ne conduisant à aucun effet est définie comme la dose sans effet.

I. 4.2.2 Les propriétés écotoxicologiques

Ces propriétés concernent tous les tests relatifs aux effets néfastes que peut avoir une huile sur l'environnement. On y trouve [79]:

- La toxicité aiguë qui est déterminée à partir de tests sur les poissons, les daphnies et les algues. Suivant l'espèce, on établit respectivement la CL_{50} (concentration atmosphérique létale pour 50% des individus) pour savoir si un produit est très toxique, la CE_{50} (concentration atmosphérique ayant un effet sur 50% des individus) pour définir un produit comme toxique, et la Cl_{50} pour savoir si le produit est nocif ou peu nocif. Pour les

substances très peu soluble dans l'eau (telles que les huiles isolantes), les essais sont réalisés à la limite de solubilité.

- La biodégradabilité qui permet d'évaluer la persistance potentielle du produit dans l'environnement. Les tests normalisés ont été développés à l'origine pour des produits très solubles dans l'eau. Ces tests permettent alors de différencier des produits « facilement biodégradables » des produits « non facilement biodégradables ». D'autres tests ont été développés, notamment pour les produits peu solubles comme les huiles isolantes. Ils permettent alors de différencier des produits « potentiellement biodégradables » des produits « non biodégradables ».
- Le potentiel accumulatif permet d'évaluer le risque d'accumulation dans la chaîne alimentaire. Le coefficient de partage eau (W) / octanol (O), appelé $\lg P_{ow}$, indique la différence de solubilité de la substance dans l'eau et les graisses. Un produit est considéré comme potentiellement accumulable si $3 < \lg P_{ow} < 6$.
- Le facteur de bioconcentration (BCF) permet d'évaluer le potentiel accumulatif d'un produit par des essais réalisés le plus souvent sur les poissons. Les produits ayant un BCF > 100 sont en général reconnus comme potentiellement accumulables.
- La toxicité à long terme est établie sur les poissons ou les daphnies par des tests de 21 jours. Les produits très peu solubles sont testés à la limite de la solubilité.

I. 4.2.3 Critères toxicologiques et environnementaux

| Critère | Observation | Classification |
|--|---|------------------------------|
| Toxicologie | | |
| DL ₅₀ orale.....(en mg/kg) | DL ₅₀ < 25 | Très toxique |
| | 25 < DL ₅₀ < 200 | Toxique |
| | 200 < DL ₅₀ < 2 000 | Nocif |
| | 2 000 < DL ₅₀ | Pratiquement non nocif |
| DL ₅₀ cutanée.....(en mg/kg) | DL ₅₀ < 50 | Très toxique |
| | 50 < DL ₅₀ < 400 | Toxique |
| | 400 < DL ₅₀ < 2 000 | Nocif |
| | 2 000 < DL ₅₀ | Pratiquement non nocif |
| DL ₅₀ par inhalation..... (en mg/L/4 h) | DL ₅₀ < 0,5 | Très toxique |
| | 0,5 < DL ₅₀ < 2 | Toxique |
| | 2 < DL ₅₀ < 20 | Nocif |
| | 20 < DL ₅₀ | Pratiquement non nocif |
| Écotoxicologie | | |
| CL ₅₀ poissons.....(en mg/L) | CL ₅₀ < 1 | Très toxique |
| CE ₅₀ daphnies.....(en mg/L) | 1 < CL ₅₀ < 10 | Toxique |
| Cl ₅₀ algues.....(en mg/L) | 10 < CL ₅₀ < 100 | Nocif |
| | 100 < CL ₅₀ | Pratiquement non nocif |
| lg P _{ow} | 3 < lg P _{ow} < 6 | Potentiellement accumulable |
| BCF (1) | > 100 | Potentiellement accumulable |
| Biodégradabilité 28 jours | Disparition du carbone > 70 %, ou génération de CO ₂ > 60 % | Rapidement biodégradable |
| | Aucun des 2 critères | Non facilement biodégradable |
| (1) BCF <i>Bio-Concentration Factor</i> | | |

Tableau I.4 : Critères toxicologiques et environnementaux pour l'étiquetage des liquides dans l'union européenne [79]

I. 5 Surveillance des transformateurs en service

Les transformateurs de puissance sont des appareils extrêmement coûteux. Evaluer l'état d'un appareil à partir d'analyses effectuées sur l'huile qu'il contient est beaucoup moins onéreux comparativement à ce que coûte une interruption de la fourniture d'énergie électrique par suite d'un claquage de transformateur et le remplacement de ce dernier. La surveillance en service des gros transformateurs est donc systématique. Cette surveillance existe aussi sur les petits transformateurs (distribution et traction), mais de façon plus ponctuelle, notamment pour essayer d'expliquer certains dysfonctionnements.

Les principales caractéristiques que l'on retrouve pour juger de la qualité ou de la dégradation d'une huile en service sont :

- l'analyse des gaz dissous ;
- l'analyse des dérivés furaniques ;
- la mesure des paramètres physico chimiques;
- la mesure des paramètres électriques.

I. 5.1 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 par suite celui de l'appareil qui la contient. Un des objectifs de cet essai est de savoir quand un appareil doit être mis hors service [85]. La solubilité des gaz dans les huiles minérales est très grande. A 25°C et sous pression atmosphérique, elle est (en volume) de 9% pour l'azote, 16% pour l'oxygène, 6% pour l'hydrogène, 9% pour le monoxyde de carbone, 30% pour le méthane, et des valeurs encore

plus élevées pour les hydrocarbures plus lourds [86, 87, 88]. Ces valeurs de solubilité sont très supérieures aux concentrations observées dans les huiles en service.

Comme il a été dit dans le § I.3.1.4, sous contraintes électriques, une huile isolante peut produire différents gaz : de l'hydrogène (H₂), du méthane (CH₄), mais aussi en plus faibles quantités de l'éthane (C₂H₆), de l'éthylène (C₂H₄) et de l'acétylène (C₂H₂) [47]. On peut aussi trouver du monoxyde de carbone (CO) et du dioxyde de carbone (CO₂), liés à la dégradation du papier mais aussi à la décomposition de l'huile en présence d'air [47]. L'oxygène (O₂) et l'azote (N₂) sont quant à eux des gaz présents systématiquement dans l'huile.

Les teneurs en gaz, leur vitesse de production et leur répartition permettent d'avoir une idée sur le type de dégradation qui affecte l'isolation (Tableau I.5) ; la teneur en gaz s'exprime généralement en µL/L ou ppm volume. Parmi les causes [89, 90] :

- la surchauffe de basse ou haute température (pyrolyse, liée aux contraintes électriques) ;
- les décharges partielles (corona) ;
- les décharges de fortes intensités (arcs électriques).

| Défauts | Gaz détectés | Gaz clé |
|-------------------------------|--|---------------------|
| Arcs électriques | Formation de grandes quantités d'hydrogène et d'acétylène, avec de petites quantités de méthane et d'éthylène. Il peut y avoir également formation de CO et CO ₂ s'il y a de la cellulose à l'endroit du défaut. | Acétylène |
| Décharges partielles (Corona) | Les décharges de faible énergie produisent de l'hydrogène et du méthane, avec de petites quantités d'éthane et d'éthylène. Des quantités comparables de CO et CO ₂ peuvent provenir de décharges dans la cellulose | Hydrogène |
| Surchauffe de l'huile | Les produits de décomposition sont l'éthylène et le méthane, avec de petites quantités d'hydrogène et d'éthane. Des traces d'acétylène peuvent être produites si la surchauffe est sévère ou si un contact électrique intervient dans le défaut. | Ethylène |
| Surchauffe de la cellulose | Formation de grandes quantités de CO et CO ₂ . Si le défaut a lieu dans une structure imprégnée, du méthane et de l'éthylène sont également formés. | Monoxyde de carbone |

Tableau I.5 : Formation de gaz dans les défauts [25]

Différents documents traitant de cette question existent :

- la spécification CEI 60567 [91] qui indique la procédure à suivre pour la réalisation des analyses ;
- la norme CEI 60599 [92] ou le guide ANSI/IEEE C57-104 [93] qui renseignent sur l'interprétation de l'analyses des gaz dissous.

I. 5.2 Analyse des dérivés furaniques et dégradation du papier

L'analyse de l'huile en service permet également d'évaluer le degré de dégradation de la cellulose à partir des teneurs en dérivés furaniques. L'intérêt de cette technique qui est de plus en plus utilisée et qui fait l'objet de nombreuses études [94, 95, 96, 97, 98], réside dans le fait que les différents mécanismes de dégradation du papier (dégradation thermique, par hydrolyse, par oxydation), conduisent à la rupture des chaînes et à la formation de sucres qui se transforment en dérivés furaniques. Cette analyse est d'autant plus importante que la dégradation du papier est souvent à l'origine des défauts et donc de l'arrêt d'un transformateur.

Le papier est un enchevêtrement de fibres, dont le constituant fondamental, la cellulose (polymère linéaire), est composé d'une chaîne plus ou moins longue d'anneaux de glucose (figure I.47). La dégradation de la cellulose est due à la coupure des liaisons oxygène entre les cycles de glucose. Comme indiqué sur la figure I.48, ces coupures sont plus ou moins différentes en fonction des causes de la dégradation (chaleur, oxygène, humidité et acides).

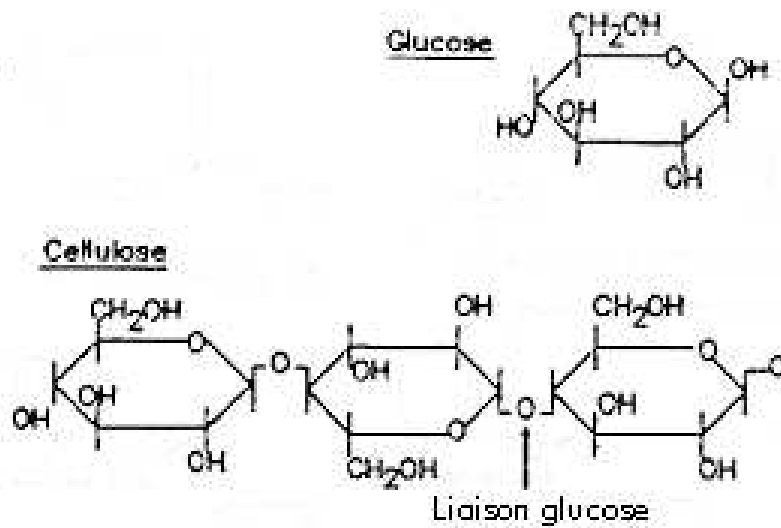
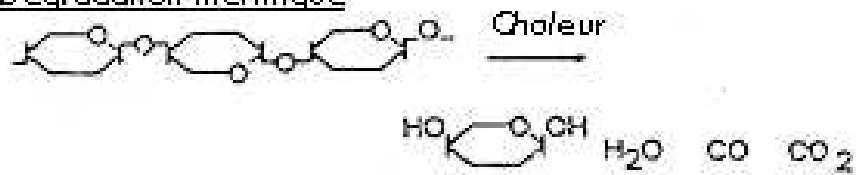
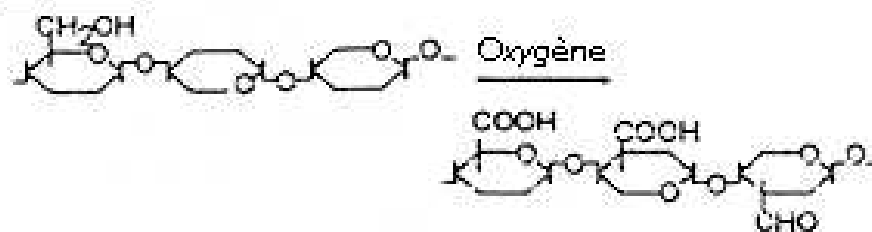


Figure I.47 : Structure chimique du glucose et de la cellulose [99]

Dégradation thermique



Oxydation



Effet de l'humidité et des acides

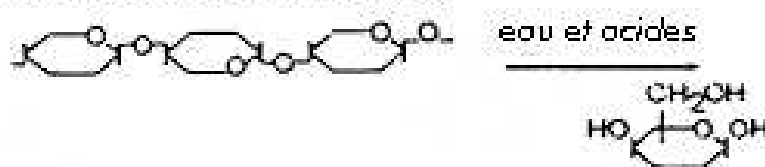


Figure I.48 : Les différents processus de dégradation de la cellulose [99]

Les cinq principaux dérivés furaniques que l'on peut trouver dans une huile sont (figure I.49) :

- l'hydroxyméthylfurfuraldéhyde (5HMF) ;
- le furfuraldéhyde (2FAL) ;
- le méthylfurfuraldéhyde (5MEF) ;
- l'alcool furfurylique (2FOL),
- l'acétylfurane (2ACF).

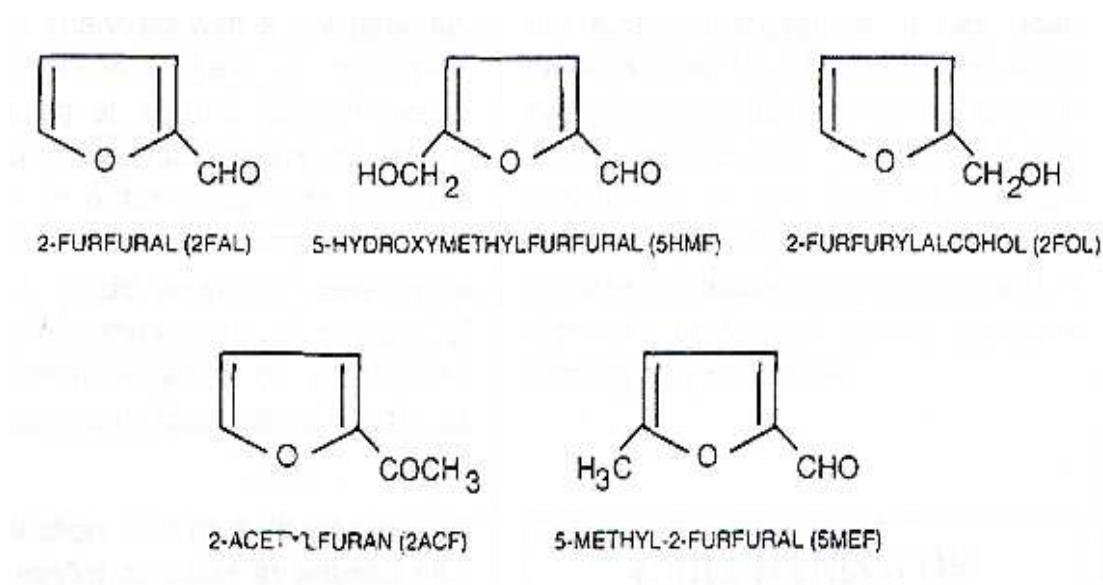


Figure I.49 : Structure chimique des principaux dérivés furaniques [97]

Le dérivé 2FAL est le plus représentatif de la dégradation du papier car sa concentration se corrèle bien avec d'autres essais de mesure de la dégradation du papier comme le degré de polymérisation (qui permet de quantifier la scission des chaînes moléculaires) ou la tenue mécanique en traction [99].

La mesure des dérivés furaniques dans l'huile minérale s'effectue selon la CEI 61198 [100].

I. 5.3 Mesure des paramètres physico-chimiques de l'huile

Ces paramètres de contrôle sont essentiellement la teneur en eau et l'acidité. La viscosité peut être aussi utilisée, mais de façon plus ponctuelle car cette dernière n'est pas affectée de manière significative en cas de vieillissement normal. Il existe également d'autres caractéristiques telles que la tension interfaciale et la couleur d'une huile.

I. 5.3.1 Teneur en eau

Au départ, lorsque l'huile est neuve et traitée, elle a une faible teneur en eau (< 10 ppm pour l'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 et 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 (c. f. § I.2.1.2.a).

Il a été montré que dans une huile vieillie, les produits de dégradation augmentent la quantité d'eau qu'elle peut contenir (la saturation), par suite des blocages de molécules d'eau par liaison hydrogène avec des groupement carboxyles [101]. Le comité de normalisation des spécifications CEI, a d'ailleurs inclus cette remarque dans ses documents (figure I.50) [21].

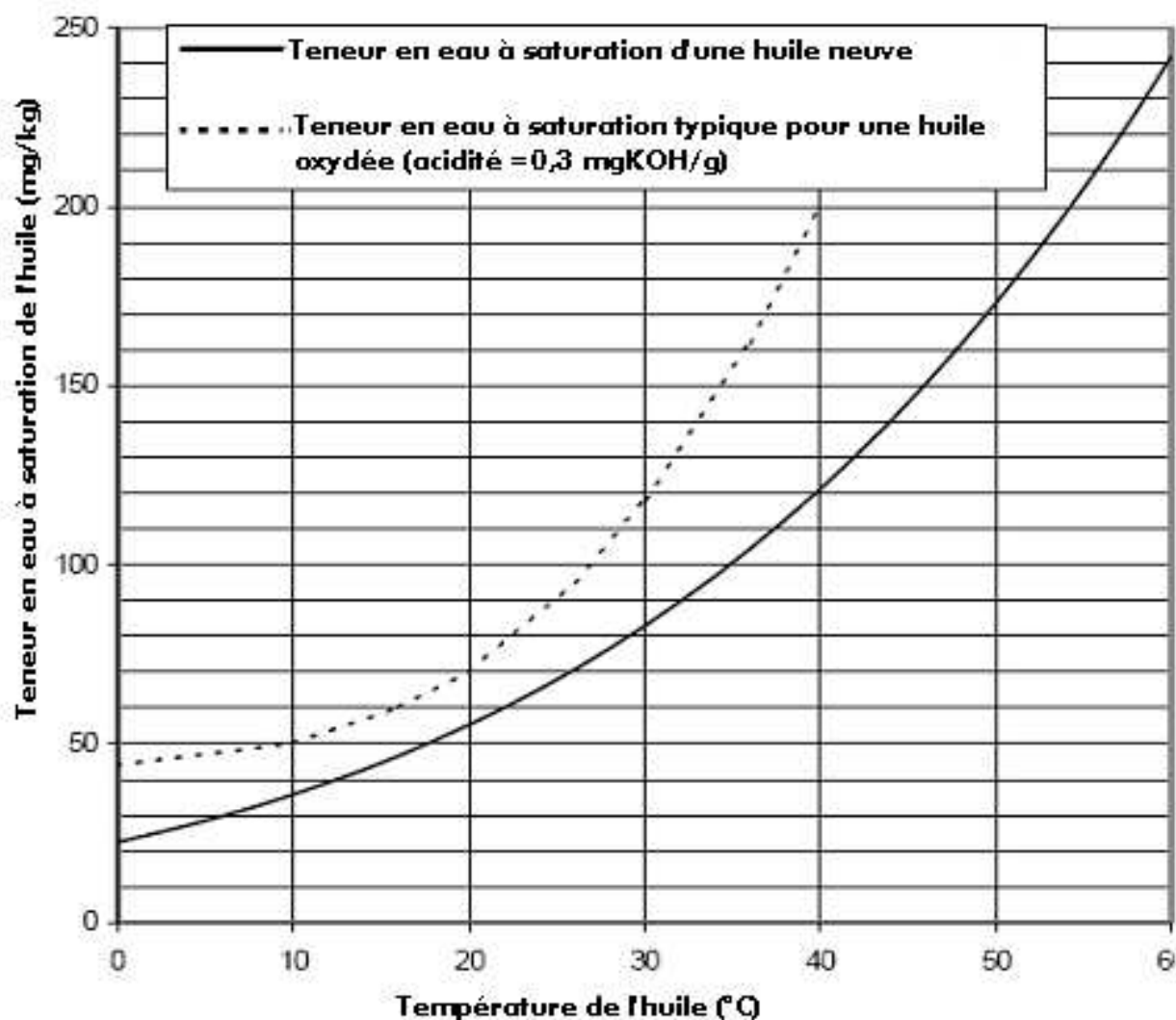


Figure I.50 : Evolution de la teneur en eau à saturation en fonction de la température pour une huile minérale neuve et vieillie (i. e. acide) [21]

I. 5.3.2 Acidité

L'acidité d'une huile en service résulte des produits d'oxydation acides (acides carboxyliques, ou combinés sous forme d'esters, etc... c. f. § I.2.1.1.a).

Cette mesure, qui est la plus représentative du vieillissement d'une huile (figure I.51), constitue l'outil majeur pour connaître l'état de vieillissement :

- d'une part, car une huile acide peut endommager l'état du papier et des parties métalliques du transformateur,

- d'autre part car cette valeur indique s'il peut y avoir une formation éventuelle de boues (c. f. § I.2.1.1.a) qui peuvent obstruer les canaux de refroidissement à l'intérieur du bobinage.

L'acidité s'exprime par l'indice de neutralisation ou nombre de milligrammes de potasse alcoolique pour neutraliser un gramme d'huile. Pour une huile neuve, l'acidité est de l'ordre de 0,005 (mg KOH)/g et atteint en fin de vie des valeurs de 0,5 (mg KOH)/g, correspondant au début des précipitations de boues. On peut effectuer ces mesures, par titrage colorimétrique (ISO 6618 [16]) ou par titrage potentiométrique (CEI 62021-1 [17]).

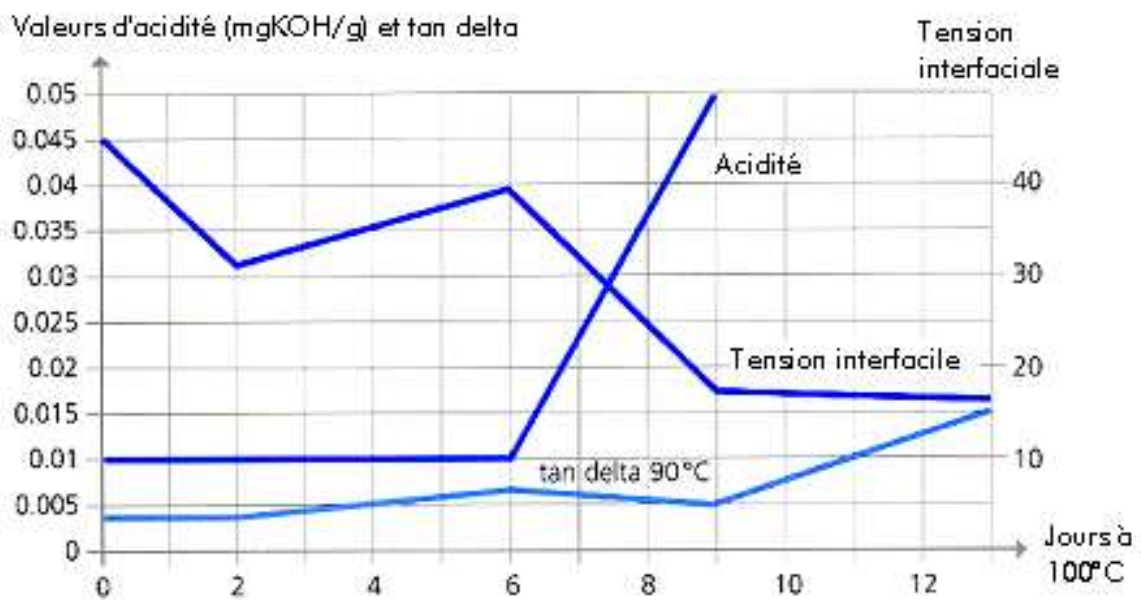


Figure I.51 : Evolution de différentes caractéristiques en fonction du temps de vieillissement (bêcher ouvert à 100°C) sur une huile minérale non inhibée [4]

I. 5.3.3 Viscosité, tension interfaciale et couleur

Ces trois caractéristiques permettent de vérifier l'évolution des propriétés physiques de l'huile.

La viscosité (c. f. I.3.2.1) est un important facteur contrôlant l'évacuation de la chaleur. Le vieillissement et l'oxydation de l'huile ont tendance à accroître cette caractéristique. Cependant, cette mesure est moins utilisée pour apprécier la détérioration d'une huile car la viscosité augmente de façon significative dans des conditions extrêmes et non dans des conditions normales de vieillissement.

L'essai de tension interfaciale permet de mesurer la force exercée à l'interface huile/eau. Cette force est sensible à la présence de composés polaires, provenant de l'oxydation de l'huile ou de la contamination. Pour une huile neuve, cette force varie de $40 \cdot 10^{-3}$ à $50 \cdot 10^{-3}$ N/m et peut chuter pour une huile vieillie à $10 \cdot 10^{-3}$ N/m. Cette caractéristique se mesure suivant la norme ISO 6295 [102].

La couleur est un paramètre souvent considéré car un changement de coloration d'un liquide en service peut provenir de l'oxydation ou de la mise en solution de pigments de matériaux incompatibles (peinture, vernis, ...). Ainsi, l'évaluation de la couleur se pratique suivant la norme ISO 2049 [103], par comparaison avec des teintes de référence. Cependant, on se gardera d'en tirer des conclusions avant que d'autres essais, telles que les mesures de l'acidité ou des propriétés électriques, n'établissent les raisons de ce changement.

1. 5.4 Mesures des paramètres électriques

Les deux propriétés électriques qui permettent d'évaluer la dégradation d'une huile au niveau du rôle isolant, sont la tension de claquage et le facteur de dissipation ($\tan \delta$). Plus exactement, ces deux propriétés indiquent une contamination éventuelle de l'huile par des impuretés telles que les particules (métalliques ou isolantes), de l'humidité ou des gaz. En effet, comme indiqué dans les paragraphes précédents (c. f. § I.3.1.2.c et § I.3.1.3.d), ces

propriétés sont très sensibles aux impuretés. Nous avons aussi vu que des essais de vieillissement accélérés ont mis en évidence un lien entre les évolutions de $\tan \delta$ et l'acidité [11], corrélant ainsi une augmentation de $\tan \delta$ à une dégradation de l'huile.

I. 6 Conclusion

Il ressort de ce premier chapitre que le choix d'un liquide, destiné à l'isolation électrique, n'est pas basé sur ses seules propriétés électriques, mais dépend aussi de sa tenue au vieillissement, sa capacité à évacuer la chaleur et de sa sécurité d'emploi.

Il apparaît que les principaux facteurs responsables du vieillissement d'une huile sont l'oxygène, la température et l'humidité. L'action combinée de la température et de l'oxygène provoque l'oxydation de l'huile. Plus particulièrement, nous avons pu voir que l'oxydation de l'huile minérale amène la formation d'esters et d'eau. L'humidité contribue au vieillissement de l'huile par hydrolyse. Cette humidité provient essentiellement de l'atmosphère et de la cellulose.

Bien que différentes techniques d'analyses existent pour évaluer le vieillissement d'une huile, il ressort que les deux principales sont la mesure de l'acidité et celle de $\tan \delta$.

Nous avons pu noter que les propriétés électriques sont très sensibles à la présence d'impuretés tels que l'humidité, les particules solides et les gaz. La mesure de la tension de claquage, qui constitue l'essai de référence pour déterminer la tenue diélectrique d'une huile, en plus de la présence d'impuretés, est directement influencée par les conditions d'essai telles que la géométrie des électrodes, la pression ou la température.

Deux problèmes sont liés aux propriétés électriques d'une huile, la formation de gaz ou gassing et la tendance à l'électrisation statique.

La capacité d'une huile à évacuer la chaleur est une caractéristique à ne pas négliger car elle permet d'éviter la surchauffe du transformateur, et de diminuer ainsi la dégradation prématurée de certains matériaux sensibles aux hautes températures (telle que la cellulose).

Elle peut être évaluée avec le calcul du paramètre (p) qui dépend de la viscosité, la conductivité thermique, la chaleur spécifique et du coefficient de dilatation.

La sécurité d'emploi d'une huile de transformateur est un critère qui de nos jours est déterminant pour le choix d'un liquide isolant. Elle prend en compte sa résistance au feu, sa toxicité vis à vis de l'homme et de l'environnement.

Enfin, ce chapitre nous a montré que l'analyse de l'huile constituait un outil indispensable pour vérifier l'état d'un transformateur en service.

II PRESENTATION DES DIFFERENTS LIQUIDES POUR TRANSFORMATEURS

Introduction

Les huiles minérales constituent le liquide de référence pour l'isolation dans les transformateurs. L'interdiction d'utiliser les polychlorobiphényles (PCB) et la faible résistance au feu de l'huile minérale ont poussé, ces trente dernières années, le milieu de l'industrie électrotechnique à développer de nouveaux produits telles que les huiles silicones ou les huiles esters synthétiques.

Ce chapitre établit une présentation générale des différents liquides isolants qui peuvent être utilisés de nos jours, dans les transformateurs. Il est scindé en six parties.

La première présente de façon générale les divers liquides isolants destinés à l'industrie électrotechnique et situe ceux utilisés dans les transformateurs.

Les cinq autres parties décrivent de façon plus précise (la structure, les caractéristiques et les normes de référence) les cinq types de liquides isolants que l'on peut trouver dans les transformateurs, à savoir : l'huile minérale, l'huile ester synthétique, l'huile silicone, les PCB et l'huile ester végétale.

II.1 Généralités

Il existe trois types de liquides isolants (c. f. tableau II.1) : (i) les huiles végétales (produits naturels), (ii) les huiles minérales (à base de produits pétroliers raffinés), (iii) les liquides de synthèse. Ce classement est lié à leur ordre d'apparition chronologique dans les applications électrotechniques. En effet, les huiles végétales furent les premières utilisées, ensuite les huiles minérales ont été développées, puis les liquides de synthèse ont été fabriqués par la suite pour palier aux lacunes de l'huile minérale dans certaines applications (tableau II.2).

| | Catégorie | Type | |
|---------------------------|---|--|---|
| (i) | Huiles végétales | Huile de ricin | |
| | | | |
| (ii) | Huiles minérales | Naphténiques | |
| | | Paraffiniques | |
| | | À masse moléculaire élevée | |
| | | Hydrocarbures de synthèse linéaires insaturés | Polybutènes |
| | | Hydrocarbures aromatiques de synthèse | Alkylbenzènes Alkylnaphtalènes Alkylbiphényles |
| (iii) | Hydrocarbures linéaires chlorés | Perchloréthylène | |
| | Hydrocarbures aromatiques chlorés | Trichlorobenzènes | |
| | | Polychlorobiphényles (PCB) | |
| | | Polychlorophénylalcane | |
| | Hydrocarbures linéaires chlorofluorés | Trichlorotrifluoroéthane | |
| | Hydrocarbures aromatiques éthyléniques | Alkyldiaryléthylène | |
| | Esters organiques | Néocaprâte de benzyle | |
| | | Diocylphtalate | |
| | | Esters phosphates | |
| | | Esters du pentaérythrol | |
| Éther-oxydes | Ditolyléther | | |
| Silicones liquides | Polydiméthylsiloxanes (PDMS) | | |
| | Polyméthylphénylsiloxanes | | |

Tableau II.1 : Différentes catégories de liquides isolants [104]

Le tableau II.2 présente les principales applications des différents liquides isolants dans l'équipement électrique :

| Équipement | Transformateurs de puissance et réacteurs | Transformateurs de distribution | Transformateurs de traction | Diviseurs capacitifs | Transformateurs spéciaux | Traversées | Changeurs de prise | Répartiteurs | Disjoncteurs | Condensateurs | Câbles |
|---|---|---------------------------------|-----------------------------|----------------------|--------------------------|------------|--------------------|--------------|--------------|---------------|--------|
| Huiles minérales | X | X | X | X | X | X | X | X | X | ○ | X |
| Polychlorobiphényles | | ○ | | | | ○ | ○ | | | ○ | |
| Autres hydrocarbures halogénés | | X | | | | | | | | | |
| Huiles silicones | | X | X | | | | X | | X | | |
| Tétraesters de pentaérythritol | | X | X | | | | X | | | | |
| Alkylbenzènes | | | | X | | X | | | | X | X |
| Hydrocarbures aromatiques (M/DBT, PXE...) (2) | | | | X | | | | | | X | |
| Huiles végétales (huile de ricin, de soja...) | | | | | | | | | | X | |
| Phtalates (DOP, DNP) (2) | | | | | | | | | | X | |
| Polybutènes | | | | | | | | | | | X |

(1) X : le liquide est toujours utilisé pour cette application
 ○ : le liquide n'est plus utilisé pour cette application mais il existe encore des appareils contenant ce liquide.
 (2) M/DBT mono/dibenzyltoluène ; PXE phénylxyléthane ; DOP dioctylphtalate ; DNP dinonylphthalate.

Tableau II.2 : Utilisation des liquides isolants dans l'équipement électrique [3]

On peut voir dans le tableau II.2, que trois types de produits se distinguent pour leur application dans les transformateurs :

→ l'huile minérale

L'huile minérale est le liquide isolant le plus utilisé dans l'équipement électrique pour ses bonnes propriétés diélectriques et de transfert de chaleur, sa bonne compatibilité avec les isolants cellulosiques et son faible coût (ces derniers peuvent contenir entre 40 000 et 80 000 litres d'huile !). C'est principalement pour cette raison technico-économique, que cette huile est aussi la plus communément utilisée dans les transformateurs de puissance.

→ *les huiles de synthèse*

Bien que les huiles minérales occupent une place très importante parmi les liquides pour les applications électrotechniques, les huiles de synthèse sont utilisées chaque fois que des propriétés particulières sont recherchées. C'est notamment le cas lorsqu'il s'agit d'améliorer la résistance au feu des transformateurs se trouvant à proximité de la population (distribution et traction). Ces liquides de synthèse sont tous obtenus à partir des différents procédés de la pétrochimie. Il en existe trois types principaux destinés aux transformateurs :

- les huiles esters de pentaérythritol encore nommées esters synthétiques ou esters organiques (par opposition aux esters naturels ou huiles végétales),
- les huiles silicones,
- les hydrocarbures chlorés (halogénés), tel que les PCB.

→ *les huiles végétales*

Bien qu'utilisées principalement dans les condensateurs, les huiles végétales, suite à l'engouement pour l'environnement, ont fait l'objet de nombreuses recherches [105, 106, 107, 108, 109] pour être développées dans les applications pour transformateurs.

II. 2 Les huiles minérales

II. 2.1 Composition et mise en œuvre des huiles minérales

II. 2.1.1 Composition

Les huiles minérales sont obtenues par le raffinage des bruts pétroliers et sont essentiellement constituées d'atomes de carbone et d'hydrogène. Dans chaque huile minérale, le carbone se trouve (figures II.1 et II.2) [4] en :

- Structure paraffinique (C_P) : les molécules de ce groupe sont aussi connues sous le nom d'hydrocarbures saturés en chaîne droite ou alcanes, qui peuvent être linéaire (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.
- Structure naphténiqne (C_N) : les molécules de ce groupe sont également connues sous le nom d'hydrocarbures saturés cycliques ou cycloalcanes. Elles correspondent à des chaînes carbonées fermées de formule générale C_nH_{2n} . Les cycloalcanes présentent de meilleures propriétés aux basses températures et un meilleur pouvoir solvant que les n-alcanes.
- Structure aromatique (C_A) : 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 naphténiqnes, mais jouent un rôle très important dans les propriétés d'une huile minérale. On les trouve sous deux formes : les monoaromatiques et les polyaromatiques (dont certaines sont considérées comme cancérigènes). 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).

Suivant le brut d'origine et le pourcentage de carbone dans chaque structure, on distingue deux types d'huile minérale : les huiles naphténiqnes et les huiles paraffiniques. Une mesure par infra rouge permet de définir le type d'huile minérale par rapport au pourcentage [4]:

- $C_P < 50\%$ donne une huile naphténiqne
- $C_P \approx 50-56\%$ donne une huile intermédiaire
- $C_P \geq 56\%$ donne une huile paraffinique

Les huiles minérales contiennent également un faible pourcentage de molécules d'hydrocarbures, qui comprennent dans leur structure d'autres éléments comme l'azote, le soufre et l'oxygène. Dans la plupart des cas, ces éléments appelés hétéroatomes (figure II.2), sont liés aux structures aromatiques et on peut y trouver par exemple de la pyridine (C_5H_5N) ou du phénol (C_6H_5OH).

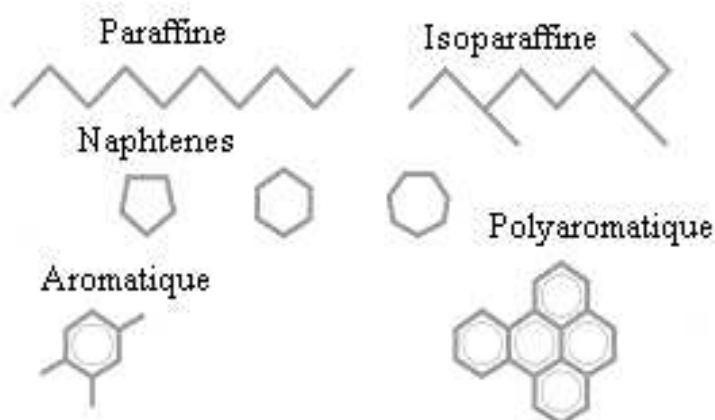


Figure II.1 : Structure des hydrocarbures de base dans une huile minérale [4]

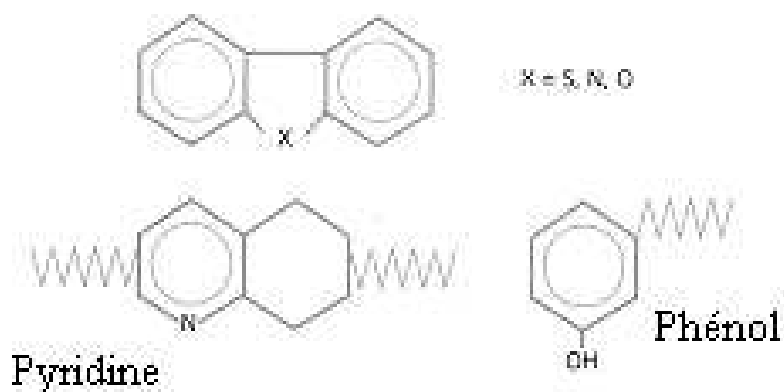


Figure II.2 : Hétéroatomes dans l'huile minérale [4]

II. 2.1.2 Mise en œuvre

Les huiles minérales sont obtenues suivant un procédé qui inclut habituellement une distillation suivie d'une opération de déparaffinage, d'une extraction par solvant des molécules indésirables et d'une hydrogénation catalytique.

- La distillation : au cours de ce processus, on réalise un fractionnement, c'est à dire que le brut est séparé en distillats ayant des intervalles d'ébullition différents, adaptés à l'application diélectrique. La température maximale de fractionnement est d'environ 350°C, car au-dessus, une décomposition thermique (craquage) de l'huile commence à se produire.
- Le déparaffinage : les bruts naphthéniques ne contiennent pratiquement pas de n-alcanes et n'exigent pas de déparaffinage. Cependant, pour les bruts paraffiniques, le déparaffinage est nécessaire pour obtenir des propriétés à basse température acceptables. Ce processus consiste à mélanger l'huile avec un solvant puis à refroidir l'ensemble. Les n-alcanes cristallisent alors en de longues aiguilles et la paraffine est retirée par filtration. Après filtration, le solvant est éliminé de l'huile par distillation.
- L'extraction : ce procédé permet d'éliminer les molécules indésirables des distillats, afin d'améliorer une propriété souhaitable telle que la stabilité à l'oxydation et le gassing. Ces constituants indésirables incluent les hydrocarbures insaturés, les composés azotés et soufrés.
- L'hydrogénation : ce procédé est réalisé pour compléter l'extraction au solvant. En effet, cette dernière ne permet pas d'enlever tous les composés indésirables. Ainsi, les distillats

subissent un traitement catalytique à l'hydrogène, à pression et température élevées (30 à 100bars, 200 à 300°C) [110] qui transforme les hydrocarbures aromatiques en hydrocarbures saturés (et réduit notamment le taux d'hydrocarbures polyaromatiques cancérigènes (HPA)) et les organosoufrés et azotés en espèces chimiques neutres. Cependant, la forte diminution du taux d'aromatiques se traduit par une dégradation de la tenue à l'oxydation et du gassing.

II. 2.2 Caractéristiques

Les spécifications des huiles minérales à usage électrique sont définies dans la publication CEI 60296 [15] (tableau II.3). Il existe également un guide de maintenance des huiles minérales utilisées dans les appareils électriques (CEI 60422 [111]).

| Application | Transformateurs et appareillage de connexion | | |
|--|--|-----------|------------|
| | Classe I | Classe II | Classe III |
| Masse volumique à 20 °C.....(kg/dm ³) | ≤ 0,895 | | |
| Viscosité cinématique ν à 40 °C(mm ² /s) | ≤ 16,5 | ≤ 11,0 | ≤ 3,5 |
| Viscosité cinématique ν à - 15 °C .(mm ² /s) | < 800 | | |
| Viscosité cinématique ν à - 30 °C .(mm ² /s) | | < 1 800 | |
| Viscosité cinématique ν à - 40 °C .(mm ² /s) | | | < 150 |
| Point d'éclair en coupe fermée (°C) | ≥ 140 | ≥ 130 | ≥ 95 |
| Point d'écoulement (°C) | ≤ - 30 | ≤ - 45 | ≤ - 60 |
| Stabilité à l'oxydation | | | |
| • Indice d'acide (mg KOH/g) | ≤ 0,40 | | |
| • Dépôt en masse (%) | ≤ 0,10 | | |
| Tension de claquage à 50 Hz..... (kV) | | | |
| • huile non traitée | ≥ 30 | | |
| • huile traitée | ≥ 50 | | |
| tan δ à 90 °C, 40/60 Hz | ≤ 0,005 | | |
| Gassing-absorption.....(mm ³ /min) | | | |

Tableau II.3 : Classes et spécifications des huiles minérales selon la norme CEI 60296 [15]

Les huiles de transformateur de *classe II* sont les plus répandues, notamment en Europe. Les huiles de *classe I* sont en général de base paraffinique et sont utilisées dans les pays où la température ne descend jamais très bas. Les huiles de *classes III* sont peu répandues.

Les huiles minérales sont les seuls isolants liquides utilisés dans la fabrication des transformateurs de puissance pour leurs propriétés qui n'ont cessé de s'améliorer depuis leur première utilisation au début du siècle dernier, leur disponibilité et leur bas prix. Même si de nos jours, leurs performances atteignent des niveaux satisfaisants, les constructeurs d'appareillage électriques cherchent à obtenir des huiles ayant :

- une meilleure stabilité à l'oxydation pour prolonger la vie des transformateurs et notamment celle des isolants cellulosiques ;
- une meilleure tenue diélectrique, pour réduire la taille des transformateurs ou augmenter les coefficients de sécurité.

Un des avantages de l'huile minérale et particulièrement des huiles minérales naphthéniques, réside dans le fait qu'elles ont une faible viscosité comparée aux autres huiles isolantes pour transformateurs (c.f. § II.6.1, figure II.17). Ceci permet une bonne évacuation de la chaleur et un démarrage à froid correct, mais aussi une bonne imprégnation des isolants cellulosiques.

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).

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 accumulables (bioaccumulation, contamination de la chaîne alimentaire possible).

II.3 Les huiles esters ou ester du pentaérythritol

Les huiles esters pour transformateurs sont connues sous le nom d'ester du pentaérythritol ou esters organiques (par opposition aux esters naturels). Elles ont été développées suite au banissement des PCB pour l'imprégnation de transformateurs résistants au feu. Ces esters sont aussi connus sous le nom de tétraesters car ils sont obtenus à partir d'un tétraalcool (le pentaérythritol) et d'un mélange d'acides monocarboxyliques contenant de 7 à 9 carbones. L'estérification est conduite à une centaine de degrés Celsius et est suivie d'opérations de neutralisation, de distillation et d'un traitement sur terre activée.

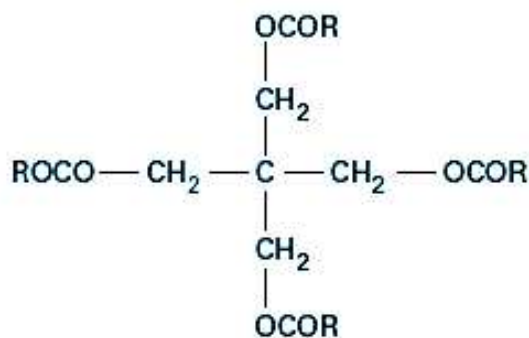


Figure II.3 : Structure de l'ester du pentaérythritol, aussi appelé tétraester

II. 3.1 Caractéristiques

Les spécifications des huiles esters organiques à usage électrique sont définies dans la publication CEI 61099 [112]. Il existe également un guide de maintenance des esters pour transformateurs (CEI 61203 [113]).

| Caractéristiques | Tétraesters (Feuille 1) |
|--|----------------------------|
| Densité à 20 °C.....(kg/dm ³) | ≤ 1,000 |
| Viscosité cinématique à 40 °C.....(mm ² /s) | ≤ 35 |
| Viscosité cinématique à – 20 °C.....(mm ² /s) | ≤ 3 000 |
| Point d'éclair en coupe fermée(°C) | ≥ 250 |
| Point de feu.....(°C) | ≥ 300 |
| Point d'écoulement(°C) | ≤ – 45 |
| Teneur en eau..... (mg/kg) | ≤ 200 |
| Indice de neutralisation (mg KOH/g) | ≤ 0,03 |
| Permittivité à 90 °C et 50 Hz..... | – |
| Tension de claquage(kV) | ≥ 45 |
| Résistivité volumique à 90 °C(TΩ · m) | ≥ 0,002 |
| Facteur de pertes diélectriques à 90 °C et 50 Hz | ≤ 0,03 |
| Gassing-absorption..... (mm ³ /min) | – |

Tableau II.4 : *Spécifications des huiles esters organiques selon la norme CEI 61099 [112]*

Un des principaux atouts de ce type d'huile est la haute concentration d'eau qu'elle peut contenir comparé aux autres huiles isolantes. En effet, elles peuvent contenir jusqu'à 2000 ppm d'eau à 20°C contre 55 ppm pour les huiles minérales (figure II.4, à $1/T \approx 3,4 \cdot 10^{-4}$). De ce fait, l'humidité devient un facteur moins limitant pour les propriétés diélectriques.

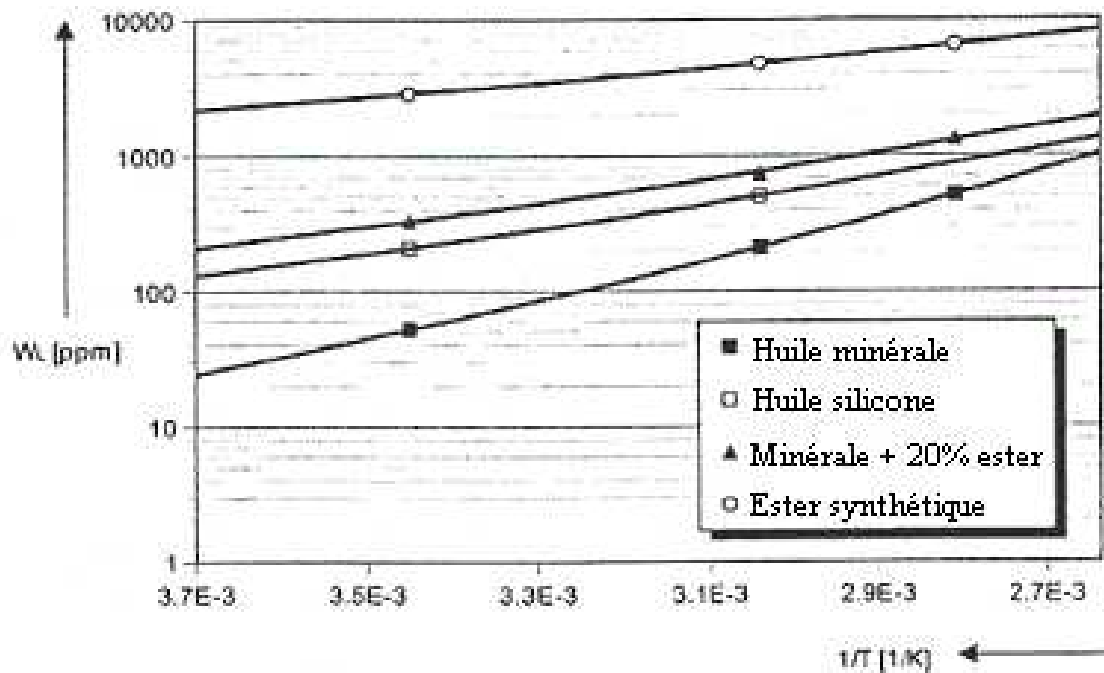


Figure II.4 : Limite de saturation en eau (W_L) en fonction de la température pour différents liquides isolants [38]

De nombreuses études ont été réalisées par les chercheurs de l'institut Shering (Hannover, Allemagne) sur les esters du pentaérythritol, et notamment sur l'huile Midel 7131 [38, 114 - 118], mettant principalement en avant sa grande capacité à absorber l'eau (haute solubilité de l'eau) et notamment, les atouts que l'on peut en tirer en mélange avec de l'huile minérale, au niveau des propriétés électriques.

L'huile ester Midel 7131 permet de garder de bonnes propriétés de claquage malgré une teneur en eau importante (figure II.5), en comparaison aux autres huiles, et notamment l'huile minérale (c. f. § I.3.1.3.b, figure I.22). Elle permet aussi de réduire la dégradation du papier au niveau de l'isolation électrique. En étudiant la variation Δ du facteur de dissipation relatif, qui est en fait le rapport entre $\tan \delta$ du papier non vieilli sur $\tan \delta$ du papier vieilli, FOFANA *et al.* [118] ont montré que l'isolation électrique du papier s'altérerait moins en présence d'ester et notamment en mélange avec de l'huile minérale (figure II.6).

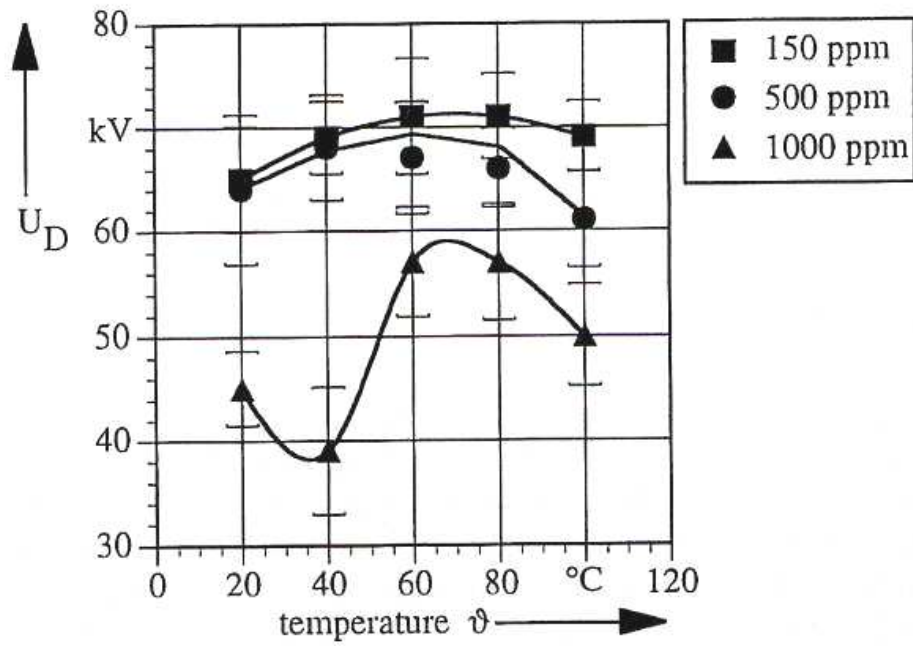


Figure II.5 : Tension de claquage de l'huile ester Midel 7131 en fonction de la température pour différentes teneur en eau (ppm) [116]

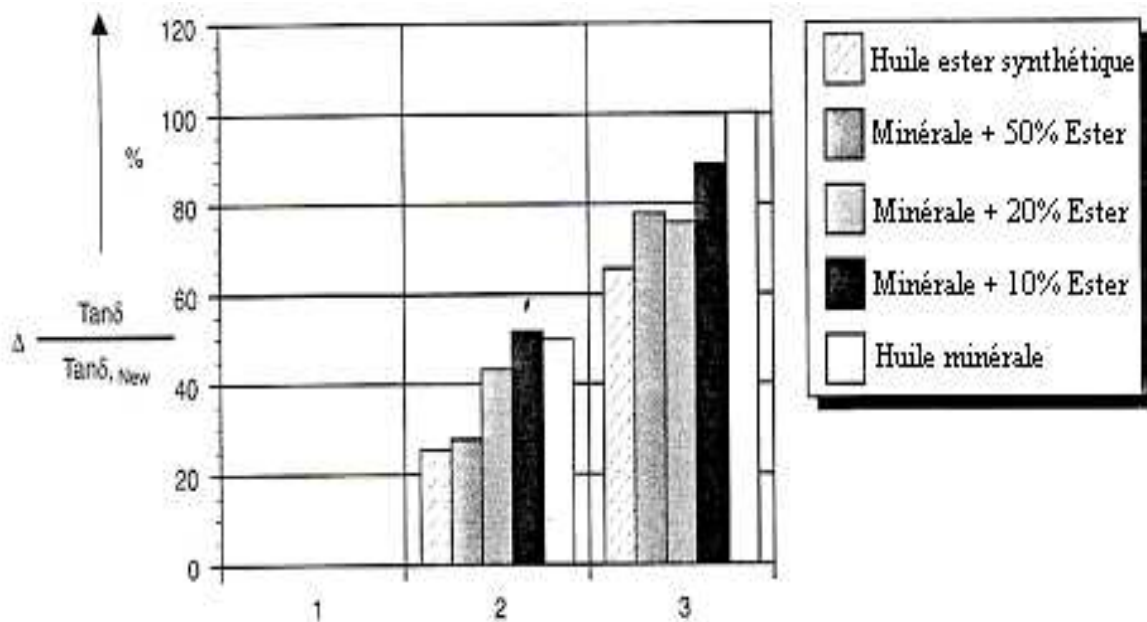


Figure II.6 : Evolution du facteur de dissipation relatif d'un papier cellulosique imprégné avec différents liquides isolants. 1 : papier séché et imprégné (non vieilli), 2 : papier imprégné (non vieilli), 3 : papier séché et imprégné (vieilli). [118].

Les huiles esters permettent aussi de réduire la dégradation du papier au niveau mécanique. Ceci est lié au fait que les huiles de grande solubilité, telles que les esters, absorbent l'humidité du papier (figure II.7), réduisant ainsi son altération (figure II.8).

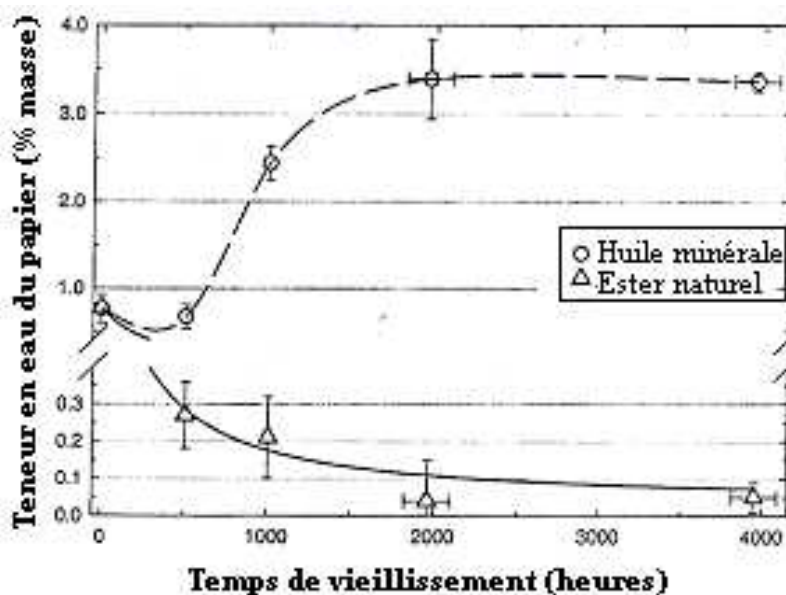


Figure II.7 : Evolution de la teneur en eau en fonction du temps, pour du papier Kraft vieilli dans une huile ester et une huile minérale [108]

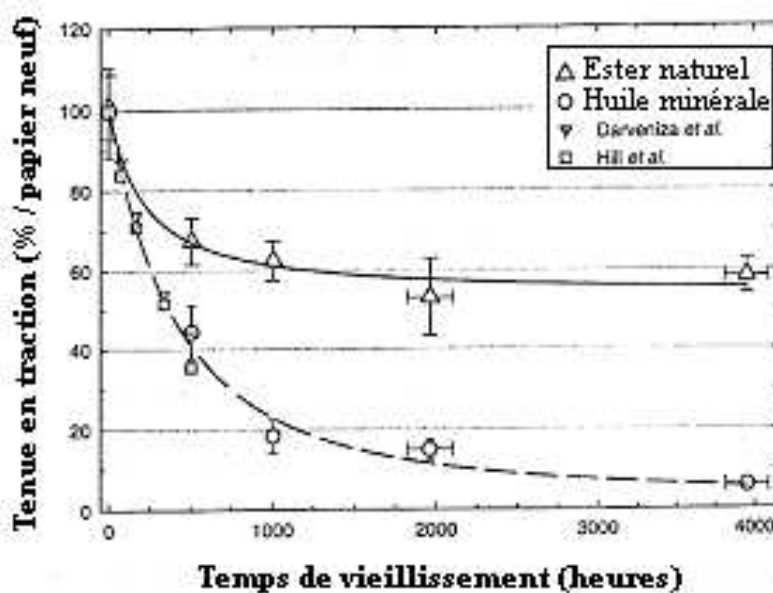


Figure II.8 : Evolution de la tenue mécanique en traction du papier, en fonction du temps, pour du papier Kraft vieilli dans une huile ester et une huile minérale [108]

Un autre atout de l'huile ester organique est sa haute résistance au feu avec un point de feu supérieur à 300°C. Son dernier atout est sa bonne biodégradabilité comparée à l'huile minérale ou à l'huile silicone (c.f. § II.4.1, figure II.14).

Ses points faibles se situent au niveau de la viscosité qui est un peu élevée et qui devient très importante aux basses températures. Ce point constitue d'ailleurs un des effets néfastes que peut avoir l'huile ester en mélange avec l'huile minérale, comme indiqué sur la figure II.9.

L'autre point faible concerne leur stabilité au gassing. En effet une étude faite par DUMKE *et al.* [119] a mis en évidence leur mauvaise stabilité avec une forte production de gaz en comparaison avec d'autres types d'huile (c.f. § II.4.1, figure II.12).

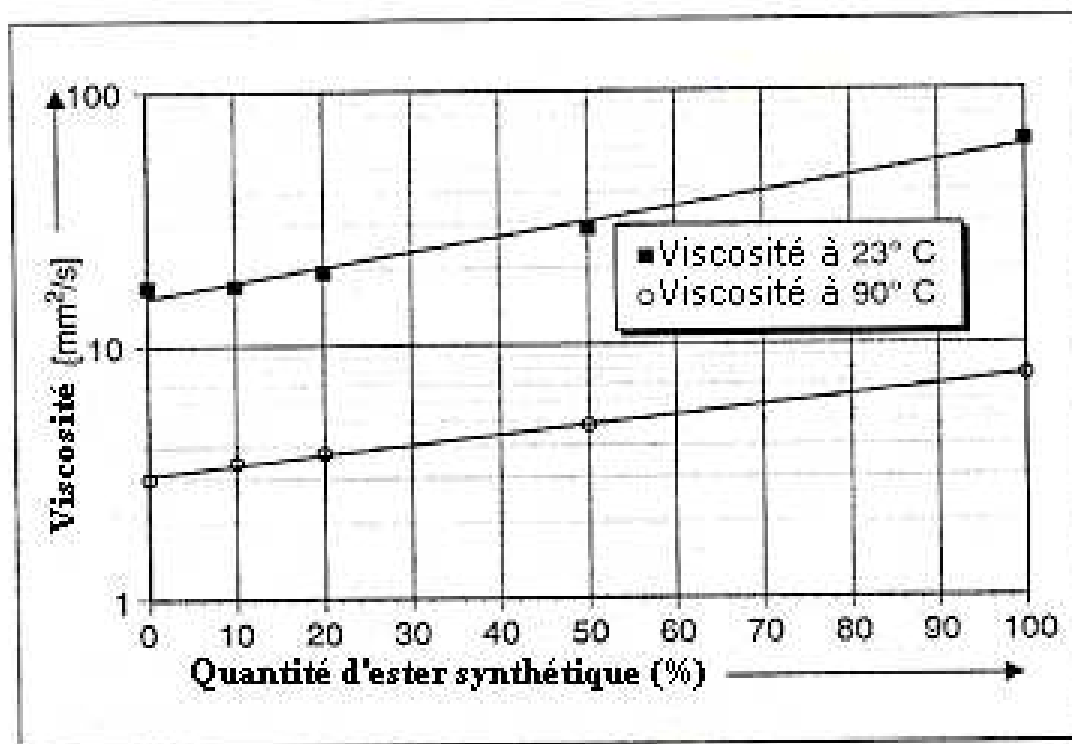


Figure II.9 : Evolution de la viscosité du mélange ester / huile minérale suivant le pourcentage d'ester, à différentes températures [117]

II. 3.2 Utilisation

Les tétraesters sont utilisés pour le remplissage des transformateurs de distribution « résistants au feu ». Leur point de feu élevé (> 300°C) par rapport aux huiles minérales constitue la caractéristique primordiale de ces produits. C'est ainsi qu'on les retrouve dans l'appareillage proche de la population, dans les immeubles, les tunnels, etc.. . Cependant, leur utilisation étant récente (environ une quinzaine d'années), il n'y a pas assez de recul pour avoir une idée complète de leur comportement à long terme, sachant que la durée de vie normale d'un transformateur est d'au moins 25 ans.

En raison principalement de leur coût plus élevé (environ quatre fois plus cher que les huiles minérales), les tétraesters ne se sont pas développés dans les transformateurs de puissance. Les esters synthétiques destinés aux transformateurs, les plus connus et que l'on peut trouver sur le marché sont la *Midel 7131* fabriqué par M&I Materials, ou bien *Envirotemp 200* fabriqué par Cooper Power Systems.

II. 4 Les huiles silicones ou PDMS

Les huiles silicones, comme les esters organiques, ont été proposées comme liquides de remplacement des PCB dans les transformateurs. Le produit le plus communément employé est le polydiméthylsiloxane ou PDMS. Il est obtenu à partir du diméthylchlorosilane, qui s'hydrolyse en silanol, composé instable donnant par polycondensation les enchaînements :



La réaction de polymérisation est suivie d'une filtration et d'un passage dans une colonne de dévolatilisation sous vide et d'une finition. La formule générale est la suivante :

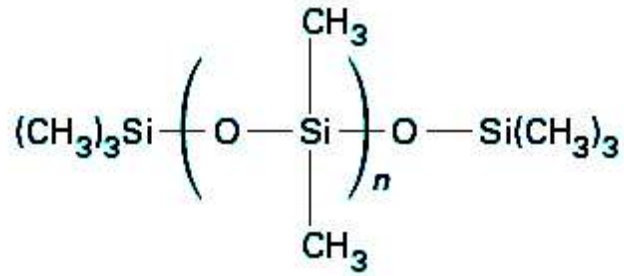


Figure II.10 : Structure des huiles silicones ou PDMS

Le PDMS correspond à des enchaînements où n est compris entre 40 et 50, afin d'obtenir une viscosité acceptable et une bonne résistance au feu.

II. 4.1 Caractéristiques

Les spécifications des huiles silicones à usage électrique sont définies dans la norme CEI 60836 [120]. Il existe également un guide de maintenance (CEI 60944 [121]).

| Caractéristiques | Huile silicone |
|--|----------------|
| Densité à 20 °C..... (kg/dm ³) | 0,955 à 0,970 |
| Viscosité cinématique à 40 °C (mm ² /s) | 40 ± 4 |
| Point d'éclair en coupe fermée..... (°C) | ≥ 240 |
| Point de feu (°C) | ≥ 330 |
| Point d'écoulement..... (°C) | ≤ - 50 |
| Teneur en eau (mg/kg) | ≤ 50 |
| Indice de neutralisation (mg KOH/g) | ≤ 0,02 |
| Permittivité à 90 °C et 50 Hz | 2,55 ± 0,05 |
| Tension de claquage..... (kV) | ≥ 40 |
| Résistivité volumique à 90 °C..... (TΩ · m) | ≥ 0,1 |
| Facteur de pertes diélectriques à 90 °C et 50 Hz... | ≤ 0,001 |

Tableau II.5 : Spécifications des huiles silicones ou PDMS selon la norme CEI 60836 [120]

De part leur très faible volatilité, leur stabilité chimique et leur résistance à l'oxydation, les huiles silicones sont capables de conserver leurs propriétés d'isolation durant des périodes prolongées à haute température contrairement aux huiles minérales [122]. Au dessous de 150°C et en présence d'air, l'oxydation de ces huiles est négligeable [123, 124]. Une étude réalisée par Dow Corning montre que le facteur de dissipation des huiles silicones reste relativement stable au cours d'essais de vieillissement.

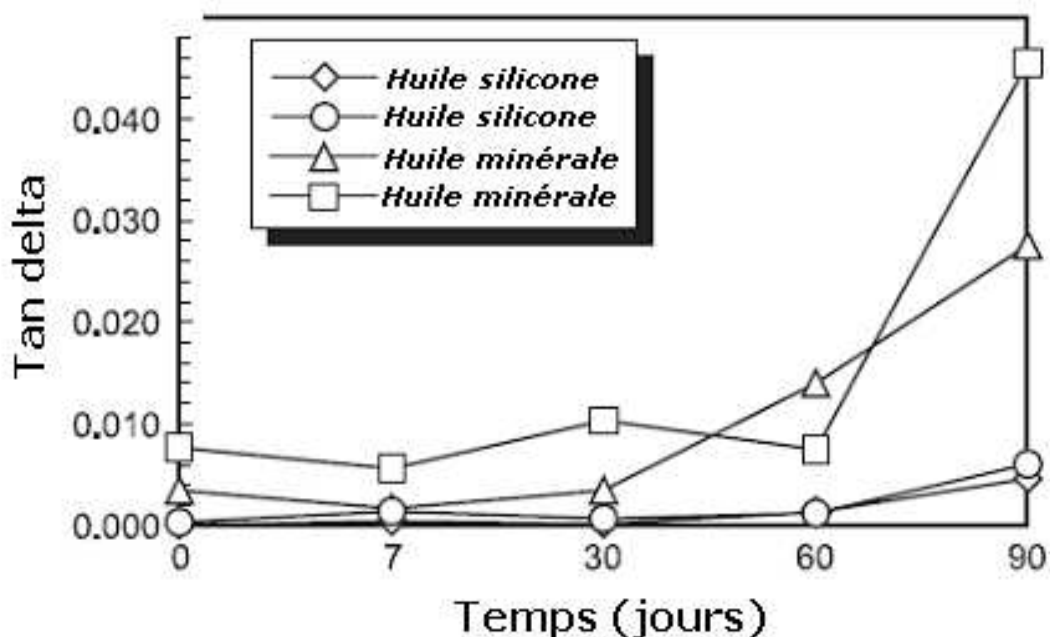


Figure II.11 : Comparaison de l'évolution du facteur de dissipation ($\tan \delta$) pour des huiles silicones et minérales en fonction du temps, lors d'un vieillissement en température [125]

Les autres grands atouts qui caractérisent le PDMS sont sa faible viscosité aux basses températures, son indice de viscosité élevé (faible variation de viscosité avec la température), ainsi que sa bonne tenue au feu (haut point de feu).

Dans une étude récente, les tétraesters, les huiles silicones et les huiles minérales ont été comparés du point de vue de leur aptitude à produire des gaz sous l'effet des claquages ou de

décharges partielles [119]. Il apparaît que les tétraesters produisent plus de gaz que les autres huiles, alors que les huiles silicones en produisent le moins (figure II.12).

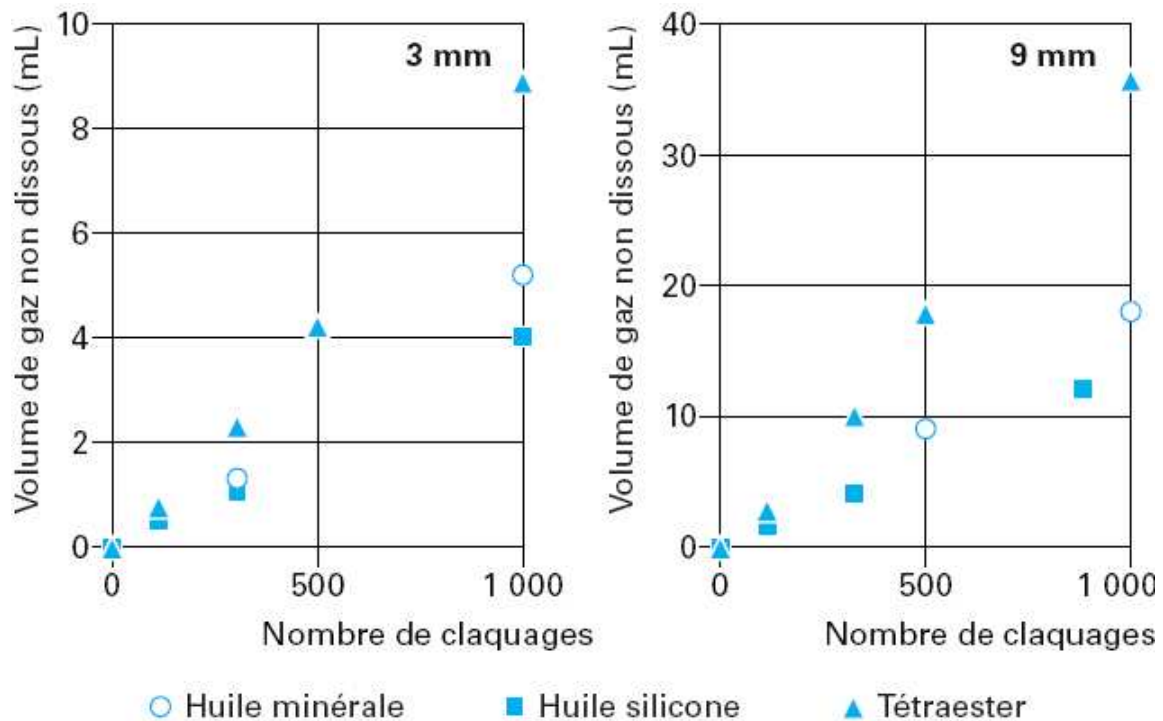


Figure II.12 : *Volume de gaz produits lors de claquages successifs pour deux distances inter-électrodes [119]*

En revanche, ces huiles présentent deux inconvénients :

- Ayant un bon indice de viscosité, les huiles silicones présentent certes une faible viscosité aux basses températures, mais une viscosité élevée aux températures positives en comparaison aux autres types d'huile (figure II.13), et plus particulièrement aux températures de fonctionnement d'un transformateur (90°C).
- Ayant une très grande stabilité à l'oxydation, les huiles silicone sont très difficilement biodégradables (Figure II.14).

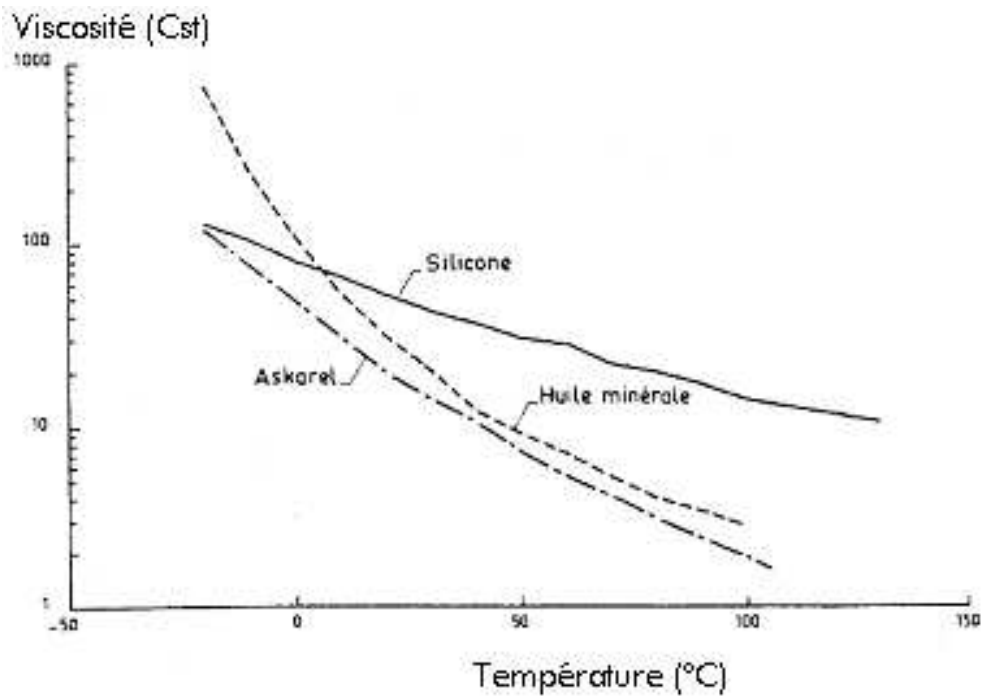


Figure II.13 : Evolution de la viscosité en fonction de la température pour différentes huiles [126]

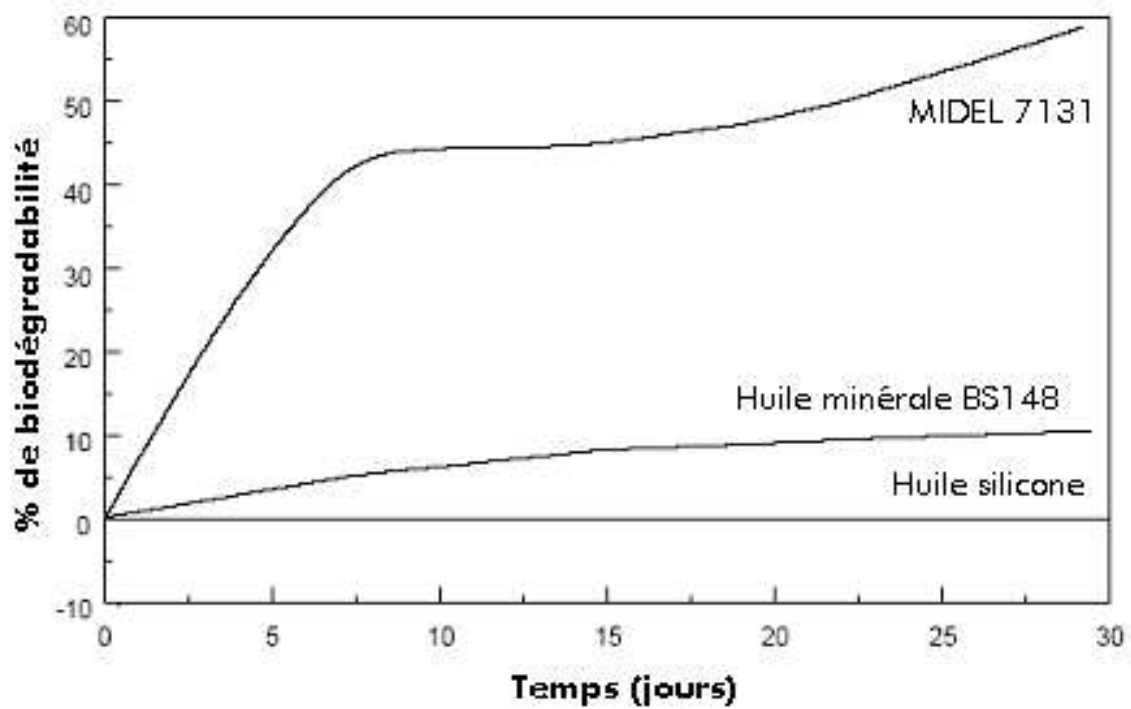


Figure II.14 : Essai de biodégradabilité (test OECD 301D) sur une huile minérale, une huile silicone et une huile ester synthétique (Midel 7131) [127]

II. 4.2 Utilisation

Le PDMS est utilisé essentiellement pour le remplissage des transformateurs de distribution et de traction, où une certaine résistance au feu est recherchée. Leur utilisation est moins répandue que celle des esters organiques à cause de leur coût très élevé (huit fois plus cher que l'huile minérale) et de la difficulté à les faire éliminer après usage car elles ne sont pas du tout biodégradables. Néanmoins, elles sont très employées pour les transformateurs de traction (embarqués dans les trains) car elles ont une bonne stabilité thermique en supportant des températures de 125 à 150°C.

Les huiles silicones les plus connues sont la *Rhodorsil 604V50* fabriquée par la société Rhodia ou encore la *561* de Dow corning.

II. 5 Les hydrocarbures halogénés ou PCB

L'industrie électrotechnique a employé dans le passé des produits chlorés (halogénés), car ces derniers présentaient l'avantage de ne pas donner de gaz inflammables ou explosif, sous l'effet de la température, sous décharges partielles ou lors d'un claquage électrique. Le principe revient alors à remplacer une partie des atomes d'hydrogène de la molécule par des atomes de chlore, qui sous ionisation ou arc électrique, forment des molécules HCl au lieu de l'hydrogène gazeux (figure II.15). Les Polychlorobiphényles (PCB), encore connus sous le nom d'askarels (en grec : résiste au feu) ou bien en France sous le nom de pyralène, ont été les plus largement utilisés jusqu'à ce que leur usage soit limité puis interdit en 1985 à cause de leur persistance dans l'environnement et de leur toxicité (notamment dégagement de dioxines quand ils brûlent). Le gros problème réside dans le fait que de nombreux appareils sont encore remplis de ce liquide ou en contiennent des traces. D'ici 2010, tous les appareils

contenant plus de 500ppm de PCB devront être éliminés. Les appareils en contenant entre 50ppm et 500ppm seront déclarés comme légèrement pollués en préfecture et seront éliminés à la fin de leur période normale d'utilisation. Enfin, ceux en contenant moins de 50ppm seront déclarés comme non contaminés.

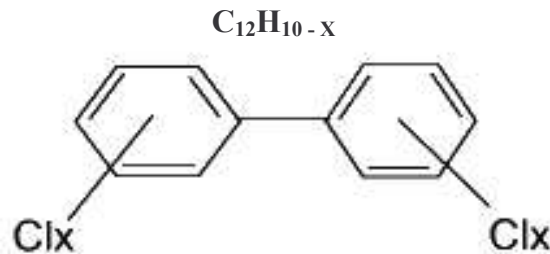


Figure II.15 : Structure générale des PCB

II. 5.1 Caractéristiques

Les spécifications des PCB sont données dans la norme CEI 60588-3 [128], alors que les normes CEI 60588-5 [129] et 60588-6 [130] décrivent les essais de compatibilité avec les matériaux solides.

La masse volumique des PCB varie énormément avec la teneur en chlore et peut aller de 1200 kg/m³ (dichlorés) à 1600 kg/m³ (hexachlorés). Sous décharges partielles et sous arcs électriques, les PCB libèrent de l'acide chlorhydrique qui peut attaquer la cellulose. Ils doivent alors contenir des additifs fixateurs d'acides. La rigidité diélectrique des PCB, à fréquence industrielle ou aux chocs de foudre, est inférieure à celle des huiles minérales [131].

II. 5.2 Re-remplissage (« retro-filling »)

Compte tenu des coûts des transformateurs et pour palier à l'interdiction des PCB, les utilisateurs de matériels immergés dans ces derniers ont souhaité garder leurs transformateurs

et remplacer les PCB par des liquides biodégradables, à faible risque d'inflammabilité et non toxiques. Pour cela, ils réalisent une opération de re-remplissage, qui cependant pose un certain nombre de problèmes [132] :

- l'efficacité du re-remplissage ne permet pas d'atteindre en une fois la valeur limite de 50ppm (notamment avec le liquide résiduel qui reste dans la cellulose);
- les liquides de remplacement ne présentent pas le même classement vis-à-vis du feu, et l'appareil doit être déclassé ;
- les liquides de remplacement ont des qualités électriques inférieures et l'appareil ne peut plus fournir la même puissance.

II. 6 Les huiles végétales ou esters naturels

Les huiles végétales ont fait partie des premiers liquides isolants utilisés pour la fabrication d'appareils électriques [133]. Elles sont essentiellement constituées de triglycérides qui est en fait un triester (sachant que la formule d'un ester est R-COO-R'), comme représenté sur la figure II.16. Les huiles végétales portent aussi le nom d'ester naturel ou végétal (par opposition aux esters synthétiques ou organiques) car elles sont synthétisées naturellement par tout organisme vivant et peuvent provenir de différentes semences telles que la ricin, le colza, le tournesol, etc...

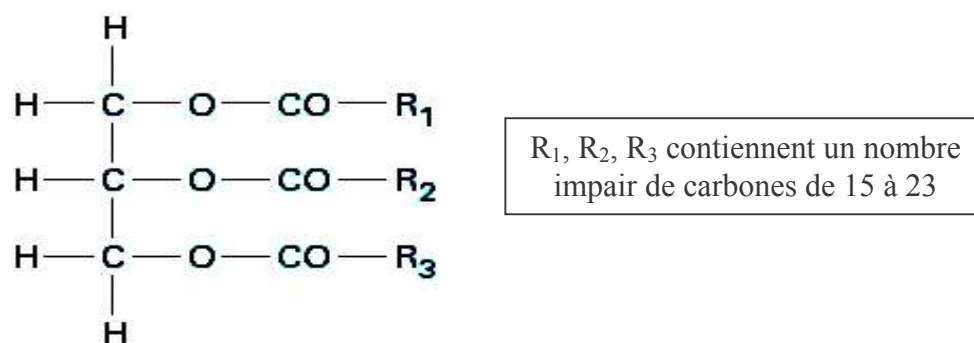
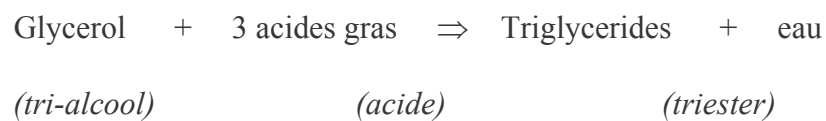


Figure II.16 : Structure chimique d'une huile végétale, aussi appelé triester (Triglycérides)

Les huiles esters végétales sont synthétisées naturellement par tous les organismes vivants et sont obtenues par estérification d'un tri-alcool simple, le glycérol, avec trois acides gras. Ces acides sont monocarboxyliques (de formule R-COO-H), à chaîne linéaire non branchée comprenant un nombre pair d'atomes de carbone (entre 8 et 24). Ils peuvent être saturés (sans double liaison) ou insaturés et parfois hydroxylés. La réaction d'estérification d'une huile végétale est la suivante :



Les tryglycerides sont obtenus par trituration (broyage et pression) des graines (soja, maïs, colza, tournesol, ricin, etc ...).

II. 6.1 Caractéristiques

Il n'existe pas de spécifications définies par la CEI à ce jour pour les huiles végétales, et il est donc difficile de pouvoir utiliser ce type d'huile au niveau industriel dans les transformateurs.

Un des grands atouts de ces huiles est leur excellente biodégradabilité qui malheureusement en contre-partie leur confère une grande sensibilité à l'oxydation [105, 106, 109]. De ce fait, leur usage est limité aux appareillages électriques scellés (qui ne sont pas respirants, c'est à dire sans communication avec l'atmosphère), où cette sensibilité est compensée avec des antioxydants dont les propriétés environnementales sont mauvaises (produits « non verts »).

Leurs autres atouts est d'être peu inflammables et d'avoir une grande solubilité de l'eau (comme les esters organiques), comparés aux huiles minérales.

Outre ces deux avantages, ce type d'huile présente une viscosité plus élevée que les huiles minérales (figure II.17) et notamment un point d'écoulement assez haut (aux alentours des -20°C), ce qui limite le transfert de chaleur et restreint leur usage dans des pays ou le climat n'est pas trop froid.

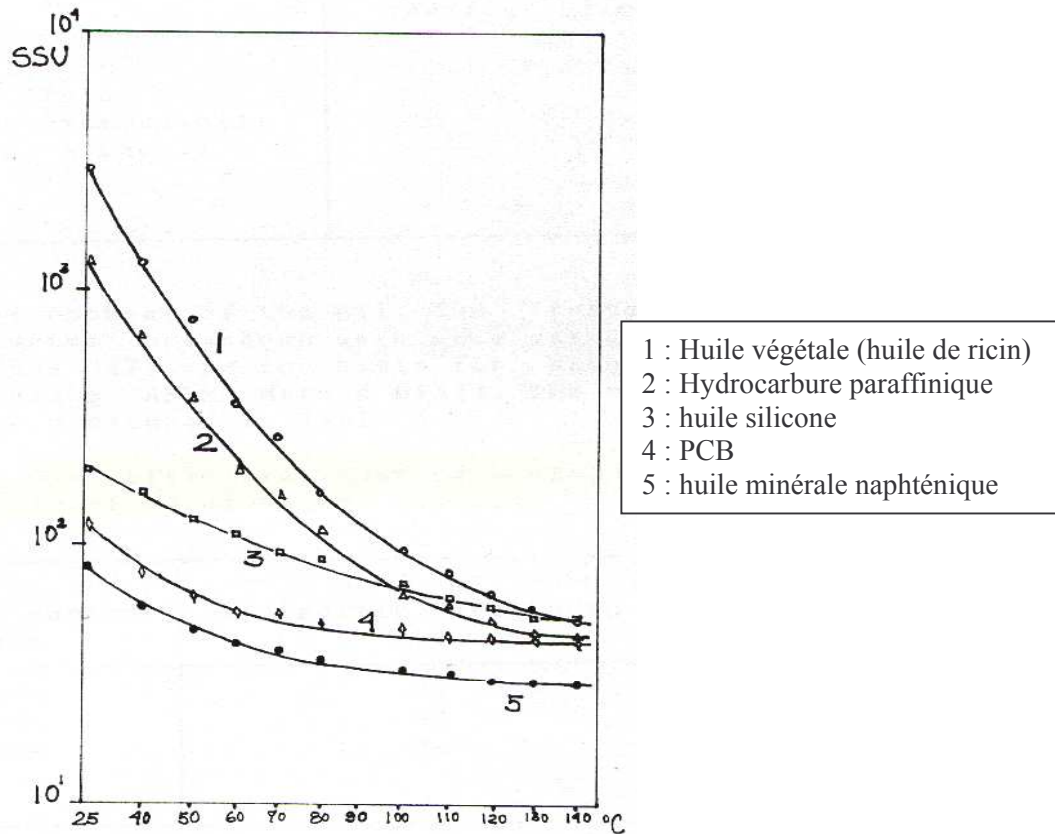


Figure II.17 : *Viscosité de différents liquides diélectriques en fonction de la température*

[106]

Les huiles présentant un pourcentage élevé d'acides gras insaturés présentent des viscosités et des points d'écoulement bas, alors que les huiles dans lesquelles les acides gras saturés sont majoritaires s'avèrent plus visqueuses et sont connues pour avoir une meilleure résistance à l'oxydation [109].

Enfin, les huiles végétales neuves ont des propriétés électriques voisines de celles des huiles minérales, bien que leur résistivité soit moins élevée (figure II.18).

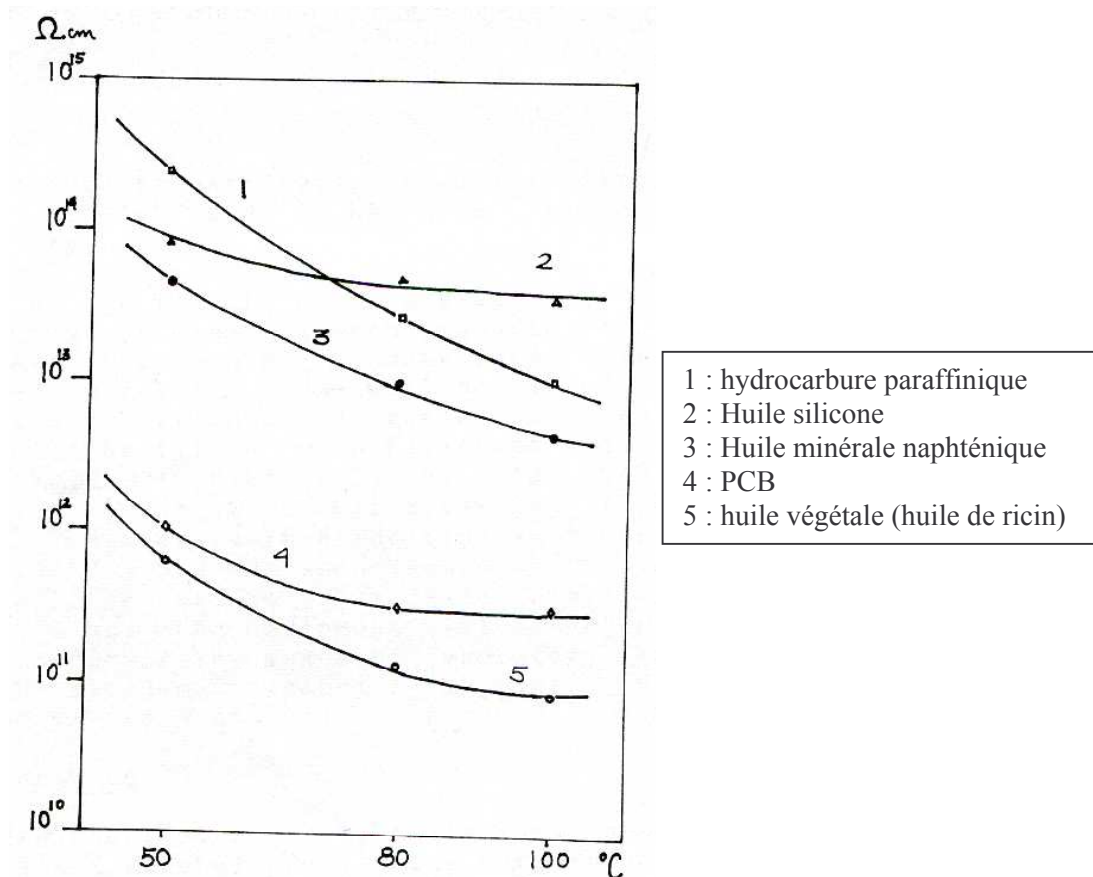


Figure II.18 : Résistivité de différents liquides diélectriques en fonction de la température

[106]

II. 6.2 Utilisation

Comme indiqué sur le tableau II.2 (c. f. § II.1), ce type d'huile n'est pas vraiment utilisé dans les transformateurs. Cependant, et notamment avec l'engouement ces dernières années pour les produits biodégradables, de nombreuses études ont été faites afin de remplacer l'huile

minérale par des huiles végétales pour l'imprégnation de transformateurs [105-109]. On peut ainsi trouver l'huile *Biotemp* commercialisée par ABB ou encore *l'Envirotemp FR3* commercialisée par la société Cooper Power Systems.

II. 7 Conclusion

Les observations faites dans ce chapitre nous ont permis de noter que les huiles esters se démarquent avec leur forte capacité à absorber l'humidité (haute solubilité de l'eau). La différence entre les esters synthétiques et les esters naturels se situe au niveau de leur stabilité à l'oxydation et de leur point d'écoulement. En effet, les esters naturels qui sont facilement biodégradables ont une faible tenue à l'oxydation et se figent à des températures beaucoup plus hautes. Les huiles silicones quant à elles, ont une très bonne stabilité à l'oxydation mais ne sont pas du tout biodégradables.

III CHOIX DES PRODUITS ET ESSAIS DE CARACTERISATION

Introduction

Le but de notre recherche est d'essayer d'optimiser les propriétés de l'huile minérale, destinée aux transformateurs de puissance. La voie que nous avons choisie est celle des mélanges. La difficulté d'un tel travail consiste à établir le meilleur compromis entre les impacts négatifs et positifs que les produits mélangés peuvent avoir sur les caractéristiques de l'huile minérale.

Nous avons décidé d'étudier les mélanges d'huile minérale avec d'autres huiles destinées à l'application des transformateurs. Ce choix a été guidé par le fait que :

- ces produits répondent tous aux critères généraux demandés pour les liquides isolants destinés aux applications pour transformateurs et sont disponibles sur le marché ;
- l'on puisse améliorer l'isolation des transformateurs de puissance tout en restant dans des coûts relativement corrects ;
- l'on puisse ainsi faire en plus de l'étude des mélanges, une étude comparative des propriétés des différentes huiles proposées pour les transformateurs ;
- cette étude pourra apporter des données supplémentaires sur la compatibilité de différents types d'huiles, pour le cas des re-remplissages (sachant qu'il reste toujours environ 10% de liquide résiduel).

Dans un premier temps, nous évoquons succinctement les avantages et les inconvénients de chaque type d'huile sur la base des différents commentaires issus de la partie précédente ; nous présentons ensuite les produits spécifiques choisis qui seront à la base des études expérimentales réalisées.

Dans un deuxième temps, nous évoquons les différents essais expérimentaux que nous avons sélectionnés pour caractériser la miscibilité des produits choisis avec l'huile minérale, l'aptitude au transfert de chaleur, la tenue diélectrique, la stabilité au vieillissement et la tendance à l'électrisation statique.

III. 1 Choix des types d'huile

Comme indiqué dans le chapitre précédent, en dehors de l'huile minérale, il existe quatre types de liquides pour les applications de transformateur. Le bannissement des produits chlorés (PCB), réduit donc ce nombre à trois : les huiles silicones, les huiles esters synthétiques (esters organiques) et les huiles végétales (esters naturels).

III. 1.1 Avantages et inconvénients

III. 1.1.1 Propriétés électriques

La haute solubilité de l'eau dans les huiles esters (figure III.1) leur permet de garder une meilleure tenue au claquage (figure II.5) pour des teneurs en eau élevées en comparaison à l'huile minérale qui voit ses propriétés chuter pour de faibles teneurs (c. f. § I.3.1.3.b, figure I.22).

Les études réalisées par FOFANA *et al.* [118] montrent entre autres que les propriétés diélectriques du papier ($\tan \delta$) sont moins dégradées dans les huiles esters synthétiques et notamment dans des mélanges ester/huile minérale (figure II.6).

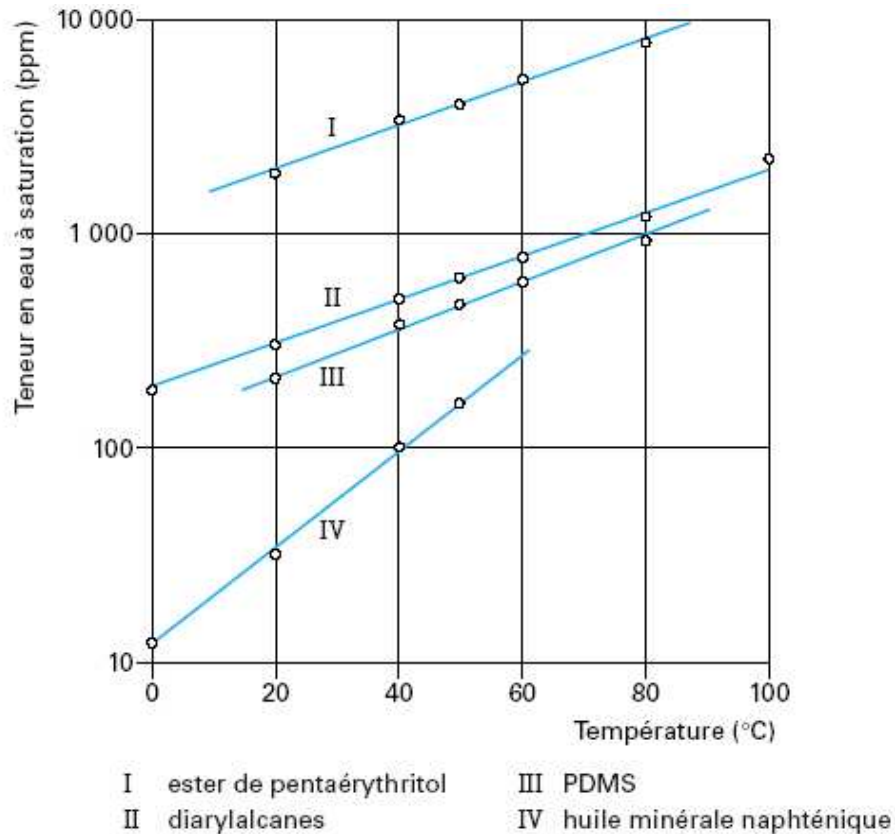


Figure III.1 : évolution de la solubilité de l'eau en fonction de la température pour différents types d'huiles [3]

III. 1.1.2 Propriétés thermiques

Il ressort du chapitre précédent que l'un des points faibles des huiles de remplacement des PCB (c'est à dire esters et silicones) est leur haute viscosité en comparaison aux huiles minérales. Cependant, on a pu noter que la viscosité de l'huile silicone (figure II.13) aux basses températures était moins élevée, ce qui peut être un atout au démarrage des transformateurs en climat froid. Contrairement à l'huile silicone, les huiles esters (tableaux II.3 et II.4, figures II.9 et II.17) ont une viscosité très élevée aux basses températures. Les huiles esters végétales sont encore plus désavantagées pour le transfert de chaleur avec un point d'écoulement élevé.

III. 1.1.3 Stabilité au vieillissement

La haute solubilité des esters permet d'absorber l'eau du papier et limiter ainsi son vieillissement (figures II.7 et II.8).

L'huile silicone apparaît comme étant la moins sensible au vieillissement (figure II.11) et ayant la meilleure stabilité au claquage en émettant le moins de gaz (figure II.12). En revanche, la forte biodégradabilité des esters naturels (huile végétale) les rend très sensibles à l'oxydation.

III. 1.1.4 Sécurité et propriétés écotoxicologiques

Sécurité

L'huile minérale apparaît comme la plus sensible aux risques d'incendie en ayant le plus faible point éclair (c. f. chapitre II, comparaison des tableaux II.3, II.4 et II.5).

Propriétés écotoxicologiques

- Les esters naturels semblent être des produits phares pour les prochaines années, dans une optique de protection de l'environnement. Cependant, il ne faut pas restreindre la vision d'un produit écologique au seul fait qu'il soit naturel. En effet, il faut aussi prendre en compte l'impact environnemental d'un produit, c'est à dire les effets nocifs engendrés lors de sa fabrication. Ainsi, une étude faite par B. HARRYSSON [134] a révélé que la production d'huile végétale était aussi nocive que celle des huiles minérales, à cause entre autre de l'utilisation massive d'engrais qui polluent les sols. De plus, les huiles végétales

étant très biodégradables, et de ce fait très oxydables, doivent souvent être utilisées avec des additifs (aux mauvaises propriétés environnementales), ce qui crée alors un paradoxe.

- Les huiles minérales sont considérées comme polluantes car elles proviennent des hydrocarbures. Cependant, il est important de rappeler que leur impact sur l'environnement est très relatif par rapport aux hydrocarbures courants. En effet, ces dernières ne représentent que 1% de la production des hydrocarbures par rapport à l'essence (96%) et les bitumes (3%) [4] et sont produites pour être utilisées pendant plusieurs dizaines d'années, alors que l'essence est utilisée en quelques heures et pollue l'atmosphère en se transformant en gaz.
- Les huiles silicones ne sont pas du tout biodégradables (figure II.14), alors que les huiles esters ont une bonne biodégradabilité ; les huiles minérales le sont faiblement.

| Type d'huile | Caractéristiques | | Mélanges avec l'huile minérale | | Indice de Prix / huile minérale |
|--------------------------|---|---|--|--|---|
| | Avantages | Inconvénients | Avantages | Inconvénients | |
| Huile minérale | <ul style="list-style-type: none"> - Faible viscosité - Bon marché | <ul style="list-style-type: none"> - Faible point éclair - Faiblement biodégradable | - | - | - |
| Ester synthétique | <ul style="list-style-type: none"> - Haute solubilité de l'eau : → bonne tenue au claquage → vieillissement du papier ralenti - Biodégradable | <ul style="list-style-type: none"> - Viscosité élevée | <ul style="list-style-type: none"> - Meilleure solubilité de l'eau, meilleure tenue au claquage et durée de vie du papier améliorée - Plus biodégradable | <ul style="list-style-type: none"> - Viscosité plus élevée | <ul style="list-style-type: none"> ≈ 4 fois plus chère |
| Ester végétal | <ul style="list-style-type: none"> - Haute solubilité de l'eau - Très biodégradable | <ul style="list-style-type: none"> - Viscosité élevée - Point d'écoulement très élevé - Impact Environnemental - Faible tenue à l'oxydation | <ul style="list-style-type: none"> - Meilleure solubilité de l'eau, meilleure tenue au claquage et durée de vie du papier améliorée - Plus biodégradable | <ul style="list-style-type: none"> - Viscosité plus élevée et point d'écoulement plus haut - Plus oxydable | <ul style="list-style-type: none"> ≈ 2 à 3 fois plus chère |
| Huile silicone | <ul style="list-style-type: none"> - Stabilité au vieillissement - Indice de viscosité important | <ul style="list-style-type: none"> - Viscosité importante - Non biodégradable - Très chère | <ul style="list-style-type: none"> - Meilleure stabilité au vieillissement - Meilleure viscosité aux basses températures | <ul style="list-style-type: none"> - Viscosité plus élevée - Moins biodégradable | <ul style="list-style-type: none"> ≈ 8 fois plus chère |

* Avantages et inconvénients par rapport à l'huile minérale seule

Tableau III.1 : Récapitulatif des avantages et des inconvénients de chaque produit

III. 1.3 Description des produits choisis

III. 1.3.1 Huile minérale

Notre choix s'est porté sur une huile minérale naphténique, qui est le type d'huile utilisé dans la plupart des transformateurs de puissance et notamment chez AREVA T&D. Ce choix est d'ailleurs justifié par le fait que les huiles minérales paraffiniques ont un point d'écoulement (c. f. § II.2.1.1) plus haut, c'est à dire qu'elles se solidifient à des températures plus hautes que les naphténiques. L'utilisation des huiles paraffiniques s'est développée essentiellement à la suite de la crise pétrolière des années soixante dix, qui limitait l'utilisation des bruts naphténiques. Ce qui n'est plus le cas de nos jours [135].

L'huile minérale naphténique est non inhibée, c'est à dire qu'elle ne contient pas d'additifs pour améliorer sa tenue à l'oxydation. Elle est produite sous le nom de NYTRO 10GBN, par la société NYNAS.

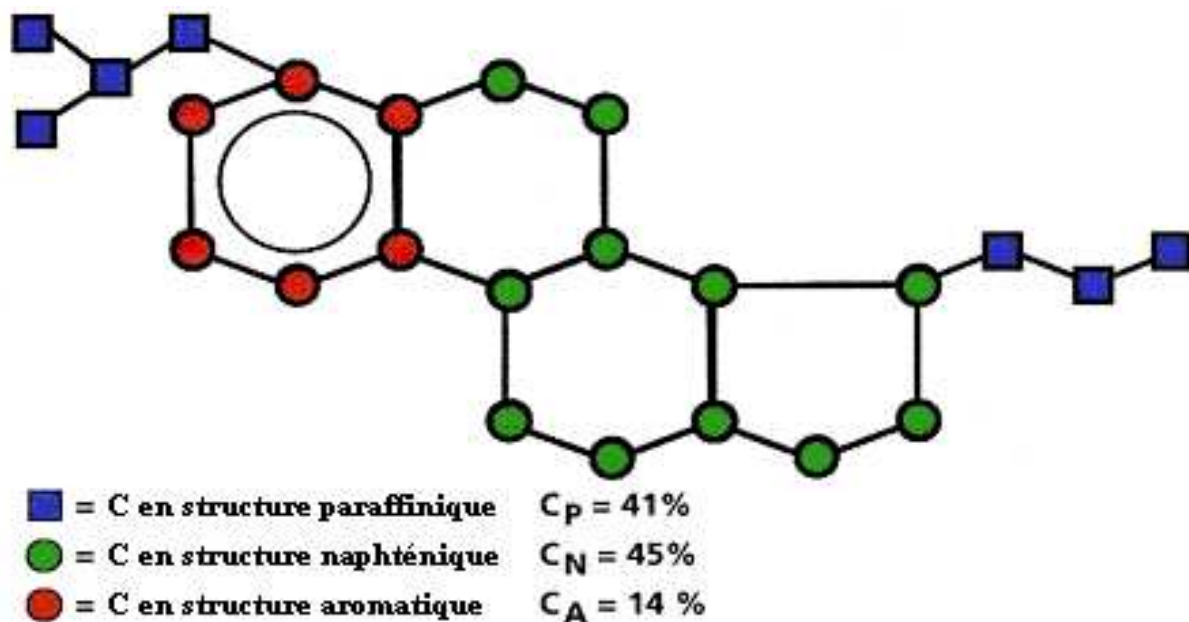


Figure III.2 : Structure chimique de l'huile minérale naphténique Nynas Nytro 10GBN [14]

III. 1.3.2 Huile ester synthétique

Notre choix s'est porté sur l'huile ester synthétique MIDEL 7131, fabriqué par la société M&I Materials, qui apparaît indiscutablement comme un bon additif pour optimiser l'huile minérale de part les différents résultats présentés dans la partie précédente (c. f. § II.3.1).

Dans le but de confirmer la bonne aptitude des huiles esters du pentaérythritol à améliorer les propriétés de l'huile minérale, nous en avons aussi choisi une autre, la ProEco TR3746, fabriquée par la société COGNIS. Nous n'avons pas pris en compte les huiles esters végétales du fait de leur haut point d'écoulement et leur haute sensibilité à l'oxydation.

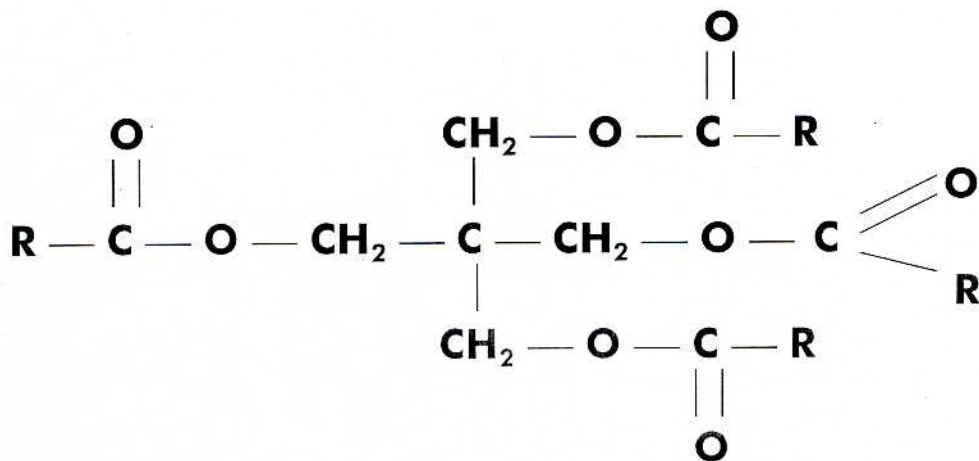


Figure III.3 : Structure des huiles esters du pentaérythritol, Midel 7131 ($R = C_6H_{13}$ à C_9H_{19}) et ProEco TR 3746 ($R = C_5H_{11}$ à C_9H_{19})

III. 1.3.3 Huile silicone

Notre choix s'est porté sur l'huile RHODHORSIL 604V50, fabriquée par la société RHODIA. Cette huile basée sur le PDMS est la plus présente sur le marché des transformateurs.

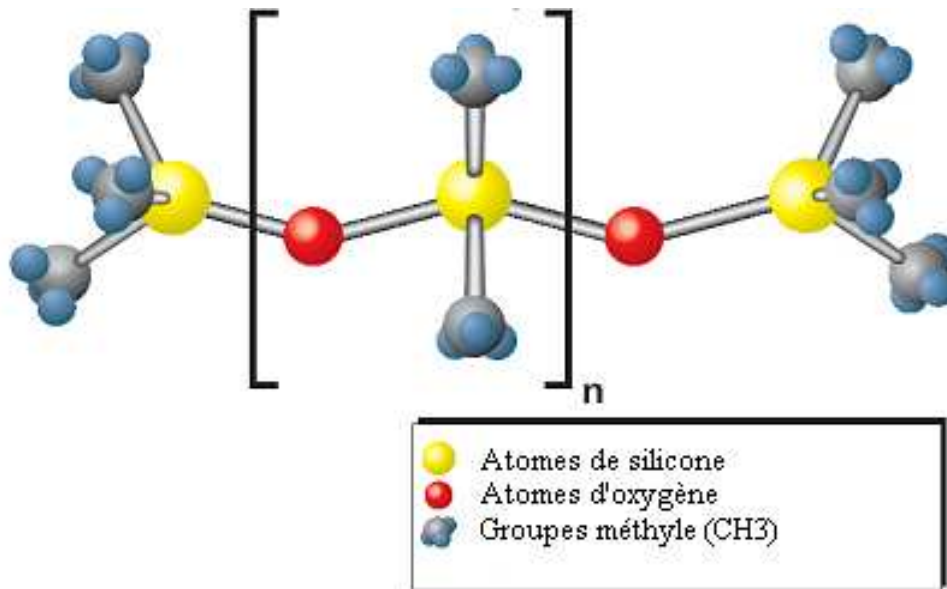


Figure III.4 : Structure chimique de l'huile silicone PDMS

III. 1.3.4 Tableau récapitulatif des caractéristiques

| <u>Caractéristiques</u> | <i>Nynas Nytro 10GBN (huile minérale)</i> | <i>Midel 7131 (ester synthétique)</i> | <i>ProEco TR3746 (ester synthétique)</i> | <i>Rhodorsil 604V50 (huile silicone)</i> |
|--|---|---|--|--|
| Densité (kg/dm ³), 20°C | 0,89 | 0,97 | 0,99 | 0,96 |
| Viscosité (mm ² /sec) | | | | |
| 40°C | 8,9 | 30 | 33 | 38 |
| -20°C | 290 | 1700 | 2200 | 140 |
| Point d'écoulement (°C) | -57 | -48 | -51 | -50 |
| Conductivité thermique (W/mK), 20°C | 0.13 | 0.16 | 0.14 | 0.15 |
| Point éclair (°C) | 148 | 275 | > 280 | > 250 |
| Résistivité (Ω.cm), 20°C | 10 ¹⁵ | 10 ¹⁴ | 10 ¹³ | 10 ¹⁵ |
| Tension de claquage (kV) sur huile traitée | > 70 | 80 | 93 | > 50 |
| Facteur de dissipation, 90°C | < 0,001 | 0,004 | 0,02 | < 0,0001 |
| Permittivité, 20°C | 2,2 | 3,2 | 3,3 | 2,7 |
| Solubilité maximale de l'eau (ppm), 25°C | 70 | 2500 | 2500 | 200 |
| Biodégradabilité | Faible | Bonne | Bonne | Nulle |
| DL ₅₀ orale (mg/kg) | > 2000 | > 2000 | > 2000 | > 2000 |

Tableau III.2 : Principales caractéristiques des huiles choisies (données fournisseurs)

Dans la suite de ce rapport, nous utiliserons les noms abrégés suivants pour nommer les différentes huiles : Nynas, Midel, ProEco et Rhodorsil.

III. 2 Description des essais

III. 2.1 Miscibilité

L'étude de la miscibilité constitue l'étape préalable pour la réalisation de mélanges. Elle est constituée d'une analyse qualitative et d'une étude de compatibilité.

L'analyse qualitative permet de s'assurer que les liquides sont miscibles au sens strict du terme, c'est à dire qu'il n'y a pas d'émulsions (formation de deux phases bien distinctes).

L'étude de compatibilité permet de noter l'évolution des différentes caractéristiques en mélange comparée aux produits seuls. En effet, le mélange de deux huiles isolantes peut engendrer une amélioration de leurs caractéristiques propres, leurs qualités se complétant, ou au contraire, peut provoquer une altération, c'est à dire une dégradation de leurs propriétés [136].

III. 2.1.1 Analyse qualitative

Il existe peu d'informations sur l'étude de miscibilité des huiles au niveau qualitatif. La norme CEI 60422 [111] indique juste que les huiles minérales (conforme à la CEI 60296 [15]) de même classe et contenant aucun additif sont considérées comme miscibles. Cependant, pour notre étude, nous allons mélanger des huiles de différents types (esters et silicones). Pour réaliser cette analyse, nous avons donc fait appel à la norme AIR 1651 [137], utilisée pour les huiles lubrifiantes, et qui consiste à préparer des mélanges de 10%, 50% et 90% et les faire vieillir avec les deux huiles de référence selon trois étapes :

- à 105°C pendant 168h,
- puis à température ambiante pendant 21 jours,

- et finalement, à - 40°C pendant 3h.

Il suffit ensuite de vérifier qu'il y a toujours une seule phase après ces différentes étapes de vieillissement.

III. 2.1.2 Etude de compatibilité

Cette étude est très importante, car elle permet de juger si le mélange améliore certaines propriétés d'un liquide (dans notre cas l'huile minérale) sans toutefois altérer ses bonnes propriétés. Ce travail permet aussi de vérifier si le mélange de deux liquides n'engendre pas une dégradation prématurée de certaines caractéristiques.

La norme CEI 60422 [21] préconise de réaliser les analyses ci-dessous pour s'assurer d'une bonne compatibilité :

- facteur de dissipation,
- acidité,
- point d'écoulement,
- stabilité à l'oxydation.

De part le but de cette recherche qui est d'améliorer les propriétés de l'huile minérale, l'étude de compatibilité sera réalisée sur les principales propriétés des huiles isolantes, à savoir celles liées au transfert de chaleur (c. f. § III.2.2), à la tenue diélectrique (c. f. § III.2.3), à la stabilité au vieillissement (c. f. § III.2.4) et à la tendance à l'électrisation statique (c. f. § III.2.5).

Afin de s'assurer qu'aucun vieillissement prématuré n'apparaît avant de rentrer dans l'étude de compatibilité approfondie avec les caractéristiques citées précédemment, nous avons dans un premier temps réalisé des mesures d'acidité après l'essai de vieillissement suivant la norme AIR 1651 [137].

Dans un deuxième temps, nous avons étudié l'évolution de chaque caractéristique suivant les différentes association d'huile et vérifié si la loi des mélanges était suivie, c'est à dire si la relation ci-dessous s'appliquait :

$$\Psi_C = (X \cdot \Psi_A / 100) + (Y \cdot \Psi_B / 100) \quad (\text{III.1})$$

où à température donnée et dans les même conditions d'essai,

X est le pourcentage du produit A avec une caractéristique Ψ_A ,

Y est le pourcentage du produit B, avec une caractéristique Ψ_B ,

Ψ_C est une caractéristique du mélange de (A + B),

III. 2.2 *Transfert de chaleur*

III. 2.2.1 Choix de la meilleure caractéristique

Comme expliqué dans le § I.3.2.4, d'après F. B. WADDINGTON [77], l'aptitude au transfert de chaleur peut être caractérisée par le paramètre (p) suivant la formule ci-dessous :

$$p = \frac{(\text{chaleur spécifique}) \cdot (\text{coefficient de dilatation}) \cdot (\text{conductivité thermique})}{\text{viscosité cinématique}} \quad (\text{III.2})$$

Ce paramètre est encore appelé critère de refroidissement ; plus la valeur de p est importante, plus le transfert de chaleur est efficace. Autrement dit, plus les valeurs de chaleur spécifique, de coefficient de dilatation et de conductivité thermique sont élevées et meilleur sera le transfert de calories ; et plus la viscosité est faible, plus vite la chaleur sera évacuée.

Dans un premier temps, le but était de déterminer quelle est ou quelles sont, les caractéristiques les plus influentes sur l'aptitude d'un fluide à évacuer la chaleur dans un transformateur. Pour cela, nous avons tracé les variations de (p) pour chacune des caractéristiques apparaissant dans la relation (III.2) en fonction de la température. Ces courbes ont été tracées d'après des valeurs issues de la bibliographie [138] et des données fournisseurs [139, 140, 141].

Il apparaît que la viscosité a l'influence la plus importante sur le critère de refroidissement (p) et donc le transfert de chaleur. En effet, on peut voir que l'augmentation de (p) est directement liée à la diminution de la viscosité (figure III.5). Contrairement à la viscosité, la conductivité thermique a une importance moins marquée sur les variations de (p) (figure III.6). Les variations de la chaleur spécifique et du coefficient de dilatation n'ont pas été représentées car leur influence est négligeable face aux précédentes.

Ainsi, la capacité de l'huile et des mélanges à évacuer la chaleur sera étudiée au moyen de la mesure de la viscosité cinématique.

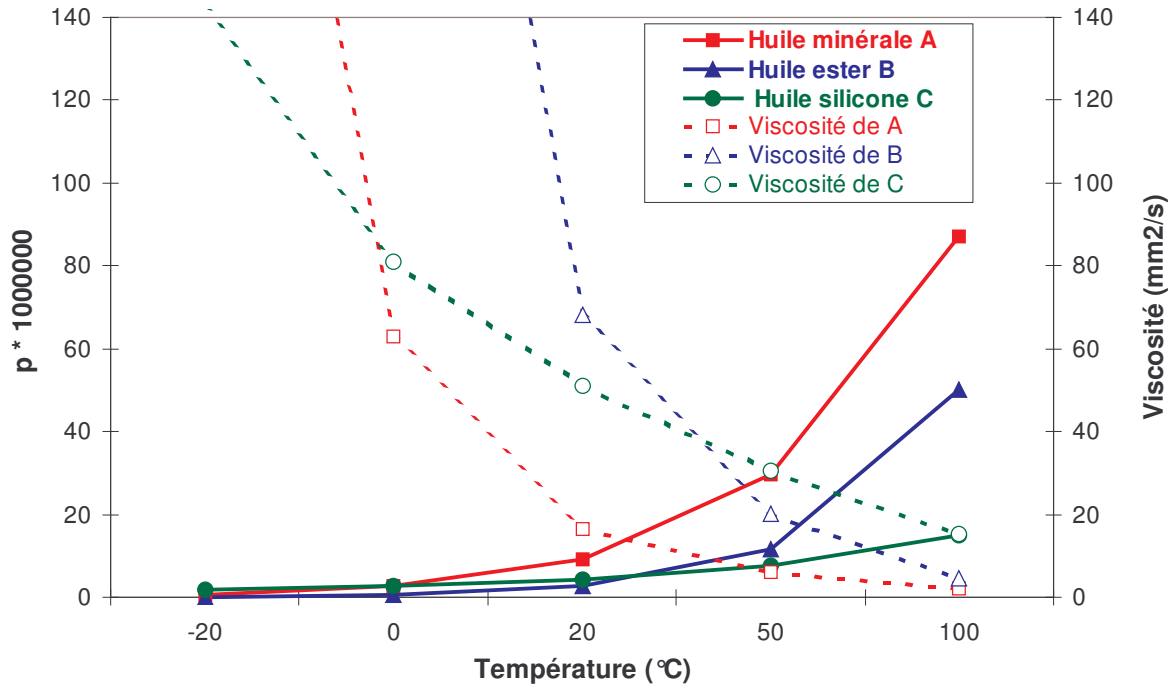


Figure III.5 : Corrélation entre la critère de refroidissement (p) et la viscosité, en fonction de la température

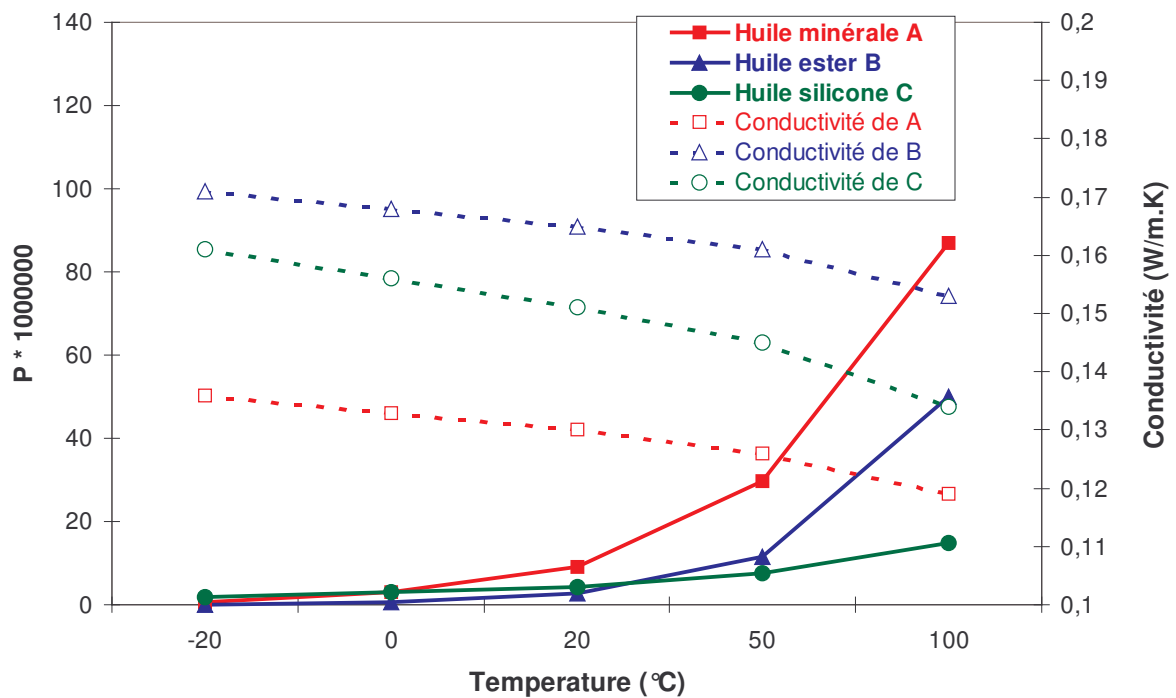


Figure III.6 : Corrélation entre la critère de refroidissement (p) et la conductivité, en fonction de la température

III. 2.2.2 La viscosité cinématique

La mesure de la viscosité cinématique des huiles est effectuée à partir d'un viscosimètre à capillaire et d'un chronomètre.

La viscosité d'un liquide est calculée à partir de la mesure du temps d'écoulement par gravité d'un volume fixé d'huile à travers un capillaire calibré, dans des conditions de charge et de température données et exactement contrôlées. Cette méthodologie a fait l'objet de nombreuses normes dont l'ISO 3104 [69].

Le viscosimètre à capillaire que nous avons utilisé (figure III.7), se compose d'un tube capillaire placé à la sortie d'un réservoir contenant le fluide à caractériser. Le fluide s'écoule à travers le capillaire sous l'action de la pesanteur. La mesure du temps d'écoulement permet de déterminer la viscosité du fluide, à une température constante contrôlée par un bain thermostaté, selon la formule :

$$\nu = C \cdot t \quad (\text{III.3})$$

où

ν est la viscosité cinématique (mm^2/s),

C est la constante du viscosimètre (mm^2/s^2),

t est la durée (s) d'écoulement entre deux repères normalisés.

L'utilisation du bain thermostaté (au moyen d'eau) s'est faite de 20° à 90°C. Pour les températures inférieures à l'ambiante et jusqu'à -20°C, nous avons utilisé une enceinte climatique et une éprouvette remplie d'eau salée dans laquelle baigne le viscosimètre.

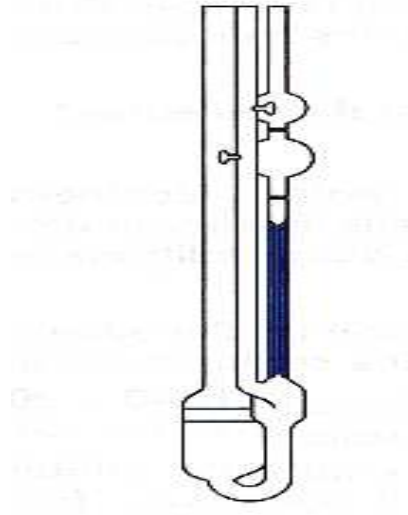


Figure III.7 : *Viscosimètre de type Ubbelohde utilisé pour la mesure de viscosité cinématique*

III. 2.3 Tenue diélectrique

Cet essai est d'une très grande importance pour caractériser le pouvoir isolant d'une huile et notamment pour le dimensionnement d'un transformateur. Il se réalise en mesurant la tension de claquage. Comme nous l'avons vu dans le chapitre précédent, la mesure de la tension de claquage est très dépendante de la teneur en eau et de la teneur en particules. C'est pourquoi toute mesure de tension de claquage doit être accompagnée au minimum de ces deux paramètres pour pouvoir justifier le comportement de l'huile en tenue au claquage. La teneur en gaz dissous quant à elle peut être utile pour quantifier la dégradation de l'huile après les essais de rigidité diélectrique.

Tous nos essais sont réalisés à température ambiante et sous pression atmosphérique

III. 2.3.1 Tension de claquage

Deux systèmes de mesure ont été utilisés :

- Le premier est constituée d'une cellule expérimentale (non normalisée) réalisée par le service technique du CEGELY. Il nous a permis de faire une première approche du claquage des huiles et des mélanges.
- Le second est un système normalisé permettant de réaliser une étude de probabilité plus approfondie et d'obtenir des résultats directement portés sur l'application des transformateurs.

III. 2.3.1.a Système expérimental

La cellule que nous avons utilisée (figure III.8) est composée d'un corps en verre et de deux couvercles en PVC. Elle contient environ 1,5 litre d'huile isolante. Elle est constituée d'électrodes en acier de roulement (Ni-Cr), de forme sphérique et de diamètre 20mm, créant ainsi un champ quasi uniforme. L'axe des électrodes est vertical et l'écartement inter-électrodes a été réglé à $1,75\text{mm} \pm 0,05\text{mm}$. Cette distance a été choisie par rapport à la tension maximale (45kV/50Hz) que le transformateur d'essai peut fournir.

La tension est appliquée manuellement avec une attente de 2min sans agitation entre chaque mesure.

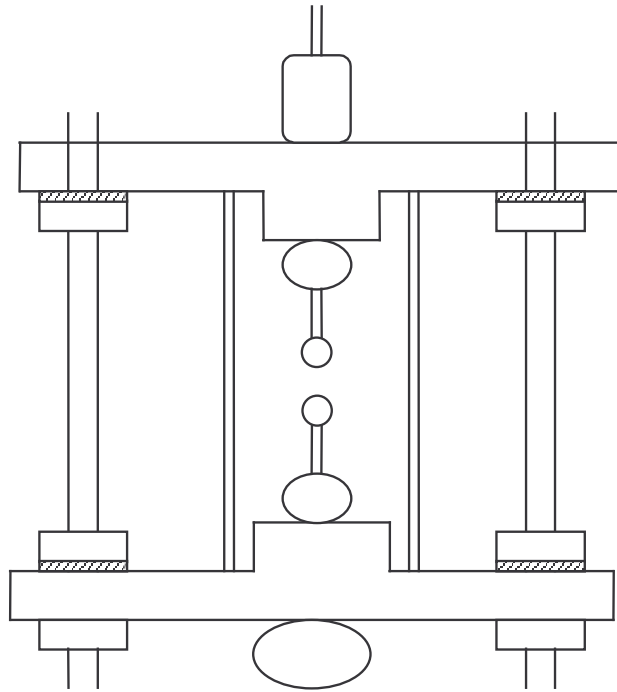


Figure III.8 : *Schéma de la cellule de mesure expérimentale utilisée*

III. 2.3.1.b *Système normalisé*

Ce système, représenté sur la figure III.9, est équivalent à celui préconisé par la norme CEI 60156 [43]. Il est constitué d'électrodes sphériques de 12,5mm de diamètre, en laiton (alliage de cuivre et de zinc) et à axe horizontal. La distance inter- électrodes est de $2,5\text{mm} \pm 0,05\text{mm}$. La cellule est en verre et peut contenir 400ml de liquide. La tension est augmentée automatiquement et donc uniformément, par palier de $2,0 \pm 0,2\text{kV/s}$. L'huile est mélangée pendant tout le test avec deux minutes de pause entre chaque mesure. Pour les huiles silicones, l'agitation se poursuivait plus longtemps lorsqu'il y avait formation de particules gélatineuses. La norme indique que le résultat final est la moyenne de six mesures.

L'appareil utilisé est un diélectromètre BAUR 100kV/50Hz (figure III.10), mais avec des électrodes sphériques au lieu d'être hémisphériques .

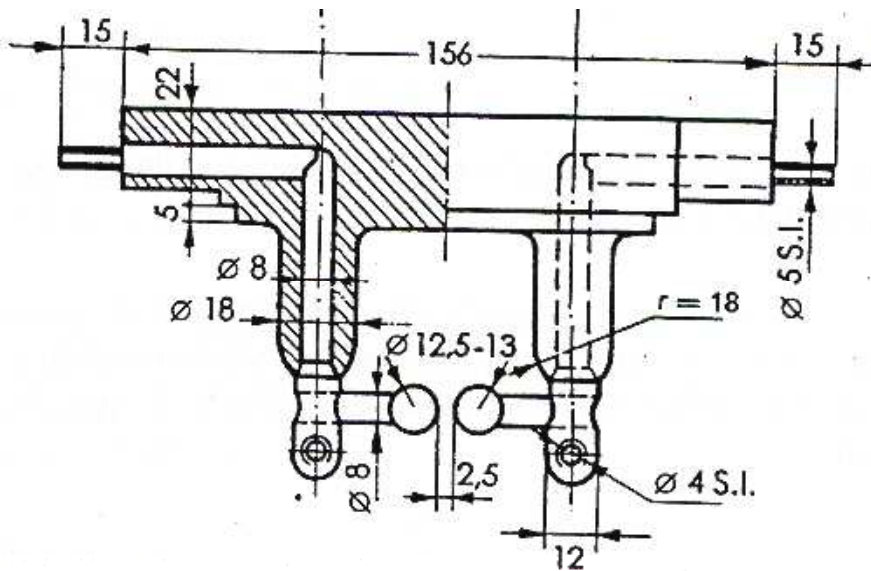


Figure III.9 : Schéma de la cellule de mesure normalisée, avec électrodes sphériques [43]



Figure III.10 : Diélectromètre BAUR 100kV/50Hz

III. 2.3.2 Le traitement de l'huile

Le traitement de l'huile (c. f. § I.3.1.1), encore appelé conditionnement, consiste à réduire les impuretés présentes dans les huiles, susceptibles de diminuer leurs propriétés électriques.

Ces impuretés sont l'humidité, les particules et les gaz. Ainsi le traitement revient à sécher, filtrer et dégazer l'huile, et doit être réalisé avant la mise en service de l'huile.

La méthode de laboratoire qui permet de concilier ces trois fonctions et qui se rapproche au mieux de la réalité industrielle, consiste à faire passer l'huile par un filtre ; cette dernière est ensuite récupérée dans une fiole sous vide.

Notre unité de traitement de laboratoire (figure III.11) est constituée par un filtre en verre fritté de porosité 4-16 μ m et d'une pompe à vide pouvant créer un vide de 10⁻³ bars. L'huile est chauffée à 60°C et agitée pendant tout le traitement.

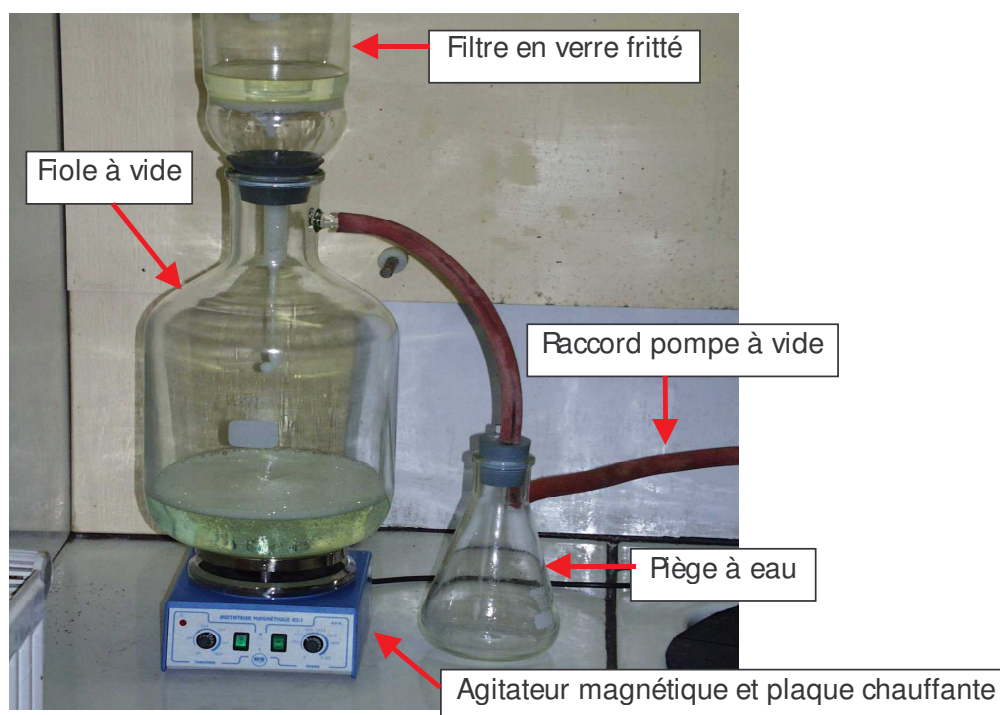


Figure III.11 : *Unité de traitement du laboratoire*

III. 2.3.3 Contrôle des impuretés

- La teneur en eau est mesurée avant chaque essai, par la méthode de Karl Fisher (c. f. § I.2.1.2.c), d'après la norme CEI 60814 [23] et au moyen d'un coulomètre METTLER TOLEDO KF DL37 (figure III.12).

- La teneur en particules solides est mesurée, avant chaque mesure, selon les recommandations de la norme CEI 60970 [142] et au moyen de la norme NF E48-658 [143]. Le niveau de pollution est classé selon la norme NF E48-655 [144], représentée par le tableau III.3.
- La teneur en gaz dissous est mesurée, selon la norme CEI 60567 [91], après les essais de claquage pour noter l'influence de l'arc sur la génération de gaz.

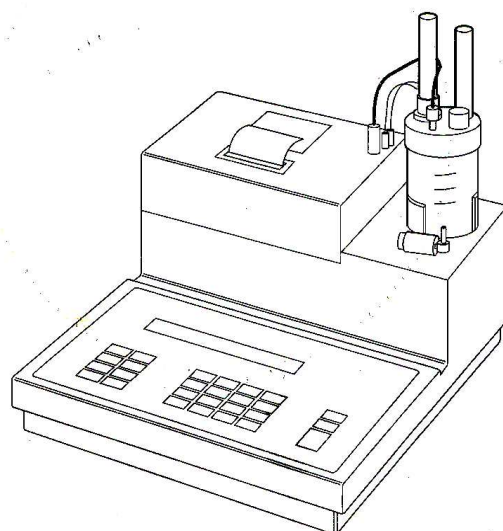


Figure III.12 : coulomètre pour la mesure de la teneur en eau des huiles

| taille (μm) | Classes de pollution | | | | | | | | | | | |
|-----------------------------|----------------------|------|-------|-------|-------|-------|--------|--------|--------|---------|---------|---------|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 | 12 |
| [2-5] | 2500 | 5000 | 10000 | 20000 | 40000 | 80000 | 160000 | 320000 | 640000 | 1280000 | 2560000 | 5120000 |
| [5-15] | 500 | 1000 | 2000 | 4000 | 8000 | 16000 | 32000 | 64000 | 128000 | 256000 | 512000 | 1024000 |
| [15-25] | 89 | 178 | 356 | 712 | 1425 | 2850 | 5700 | 11400 | 22800 | 45600 | 91200 | 182400 |
| [25-50] | 16 | 32 | 63 | 126 | 253 | 506 | 1012 | 2025 | 4050 | 8100 | 16200 | 32400 |
| [50-100] | 3 | 6 | 11 | 22 | 5 | 90 | 180 | 360 | 720 | 1440 | 2880 | 5760 |
| ≥ 100 | 1 | 1 | 2 | 4 | 8 | 16 | 32 | 64 | 128 | 256 | 512 | 1024 |

Tableau III.3 : Classes de pollution indiquant les nombres maximaux de particules, par tailles, pour 100ml d'huile, et donnant une classe de pollution [144]

III. 2.4 *Stabilité au vieillissement*

Le test de stabilité au vieillissement est un outil indispensable pour estimer la durée de vie des huiles isolantes et par conséquent celle du transformateur. Ce test est d'autant plus important lorsqu'il s'agit de comparer différents produits et des mélanges, pour savoir lequel est le plus sensible.

Comme énoncé dans le chapitre I (c. f. § I.2), les principaux facteurs responsables du vieillissement d'une huile dans un transformateur sont l'oxygène, l'humidité et la température. Le premier but est alors de réaliser un essai qui met en jeu ces trois facteurs et le second est de réaliser un vieillissement accéléré pour obtenir des valeurs significatives dans des délais plus brefs que la réalité. Il faut ensuite choisir les meilleurs moyens de mesure pour interpréter la sensibilité au vieillissement des différents produits testés.

III. 2.4.1 *Description de l'essai*

Le but de cet essai est de choisir un système dans lequel l'oxygène, l'humidité et la température peuvent intervenir. L'autre objectif est de définir des temps de vieillissement modérés, afin de réaliser de nombreux tests. Enfin, cet essai doit permettre d'une part d'avoir assez de liquide pour pouvoir réaliser les différentes analyses référencées dans le paragraphe III.2.4.2 après le vieillissement, et d'autre part de réaliser un vieillissement avec du papier et du cuivre de transformateur en respectant les proportions en pourcentage de masse que l'on trouve généralement dans un transformateur de puissance.

III. 2.4.1.a *Essai suivant ASTM D1934*

L'essai préconisé par la spécification ASTM D1934 [145], qui est un essai d'oxydation accéléré, correspond bien à nos attentes. En effet, il consiste à faire vieillir les huiles contenues dans un bêcher ouvert à 115°C au moyen d'une étuve à circulation d'air et pendant 96h. Ainsi, les échantillons sont en contact avec l'oxygène et l'humidité de l'air ambiant, et sont soumis à une contrainte thermique.

A la différence de l'essai indiqué dans la CEI 61125 [18], ce test est effectué sur un volume d'huile important (400ml), qui permet de réaliser de nombreuses analyses après vieillissement. Bien que les concentrations en oxygène et humidité ne soient pas contrôlées, l'essai garde sa validité dans le sens où le but est d'établir une comparaison entre différents produits testés dans les mêmes conditions.

Chaque échantillon d'huile est équipé d'un thermocouple pour s'assurer qu'il n'y a pas de différences de température trop importantes dues à une mauvaise répartition de la chaleur dans l'étuve.

III. 2.4.1.b Les différents cas de vieillissement

Nous avons décidé d'étudier le vieillissement des huiles et des mélanges dans différentes situations d'une part pour confirmer les résultats obtenus, et d'autre part pour rendre l'essai plus sévère et noter l'influence de divers paramètres sur le vieillissement des huiles tout en se rapprochant d'une configuration réelle.

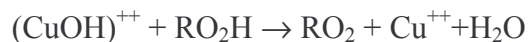
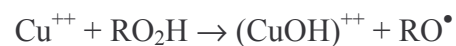
C'est ainsi que nous avons réalisé successivement et dans l'ordre le vieillissement des échantillons seuls, le vieillissement des échantillons en présence de cuivre catalytique, le vieillissement des échantillons en présence de papier Kraft et le vieillissement des échantillons en présence de cuivre de transformateur et de papier Kraft.

- Le vieillissement des échantillons seuls (essai 1)

Cet essai constitue le test de référence et donne une première approche du comportement des huiles face aux contraintes de vieillissement auxquelles elles sont soumises.

- Le vieillissement en présence de cuivre catalytique (essai 2)

Cet essai permet d'accélérer le processus d'oxydation des huiles et d'obtenir un vieillissement plus sévère. La catalyse de l'oxydation de l'huile minérale par le cuivre, intervient dans les réactions d'oxydation (c. f. § I.2.1.a, figure I.6) selon le mécanisme suivant [13] :



Le catalyseur que nous avons utilisé est le même que celui indiqué dans la norme CEI 61125 [18], c'est à dire qu'il est sous forme d'un fil de cuivre électrolytique recuit dont le diamètre est de 1mm. Pour l'essai, il a été enroulé sous forme de spirale. La norme CEI 61125 indique aussi que le surface de cuivre pour 25g d'huile non inhibée doit être de 9,7cm². Nous avons alors recalculé notre surface de cuivre pour notre volume d'huile (400ml) sachant que ce dernier a une forme cylindrique (surface = 2*π*rayon*longueur).

- Le vieillissement en présence de papier Kraft (essai 3)

Cet essai permet de se trouver dans une situation de vieillissement qui se rapproche de l'isolation des transformateurs. Il a pour objectif de noter l'influence du papier sur le

vieillessement de l'huile, mais aussi l'influence de l'huile sur le vieillissement du papier. Pour être dans une configuration proche de la réalité, nous avons respecté la proportion approximative qui se retrouve dans les transformateurs de puissance. Un rapport du LCIE indique que la masse de papier est environ de 10% et celle de l'huile 60% (en considérant que cuivre + papier + huile = 100%) [146].

Nous avons utilisé du papier Kraft d'entre couches dont le grammage est 175g/m^2 et l'épaisseur de 0,25mm.

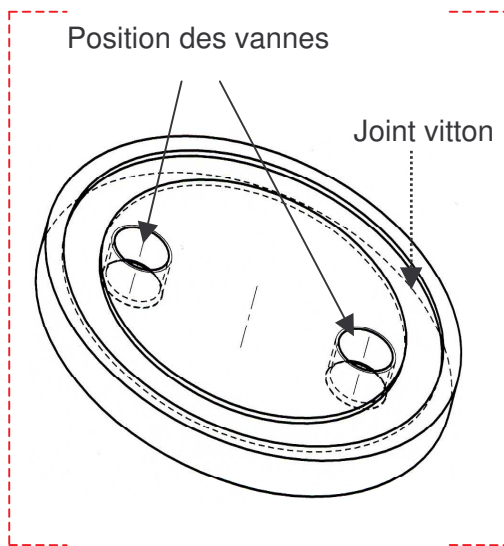
Le papier a été roulé de façon à entrer dans le bêche (figure III.13), puis séché pendant 72h à une température de 80°C et sous un vide de 10^{-3} bar, dans des cuves destinées à cet effet (figure III.14). Il a ensuite été imprégné sous le même vide, avec une huile chaude traitée (c. f. § III.2.3.2), jusqu'à la disparition de toute bulle dans l'huile. Le vide a été maintenu dans les bêche (dont le bec a été supprimé) au moyen d'un couvercle équipé de deux vannes (l'une pour l'entrée d'huile et l'autre pour créer le vide), comme indiqué sur la figure III.15.



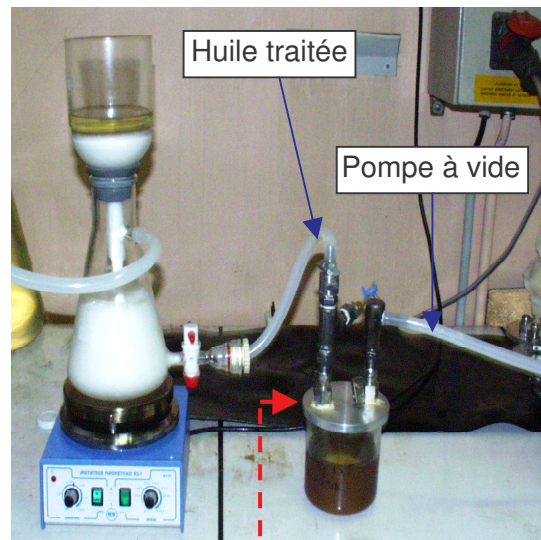
Figure III.13 : Disposition du papier dans les flacons



Figure III.14 : Cuve pour le séchage du papier en température et sous vide



(1)



(2)

Figure III.15 : Couvercle (1) et système d'imprégnation (2) du papier séché

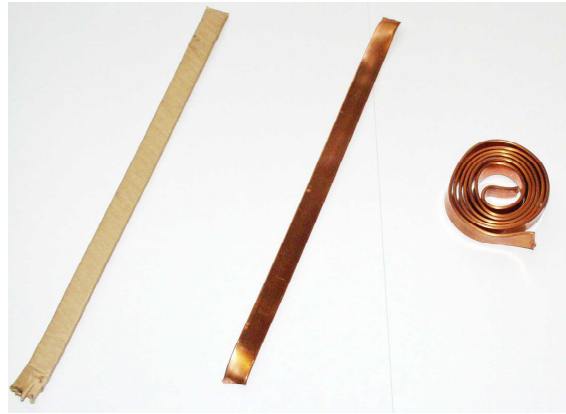
- Le vieillissement en présence de cuivre de transformateur et de papier Kraft (essai 4)

Cet essai permet de se trouver dans une situation de vieillissement très proche des transformateurs de puissance, mettant en jeu les principaux matériaux en interaction lors du vieillissement. Cet essai, contrairement au précédent, a été réalisé sur un temps plus long (500h au lieu de 96h), de manière à obtenir un vieillissement plus sévère. Il a aussi pour objectif de noter l'influence du cuivre de transformateur sur la dégradation des isolants.

Comme pour l'essai précédent (essai 3), nous avons respecté la proportion approximative que l'on retrouve dans les transformateurs de puissance, à savoir d'après un rapport du LCIE [146], 10% de papier, 60% d'huile et 30% de cuivre en masse.

Nous utilisons toujours le papier Kraft d'entre couches dont le grammage est 175g/m^2 et l'épaisseur de 0,25mm. Le papier a été disposé comme dans l'essai 3 (figure III.13). Il a été séché sous vide à 90°C pendant 40h, avant d'être imprégné comme sur la figure III.15.

Le cuivre utilisé est du cuivre méplat de type Cu ETP, utilisé avec le papier de guipage. Le papier de guipage a été enlevé et le cuivre a été roulé de façon à pouvoir être mis dans le flacon, comme indiqué sur la figure III.16.



(1)



(2)

Figure III.16 : Cuivre méplat dénudé du papier de guipage (1) et mis en présence de papier et d'huile (2) pour l'essai 4

III. 2.4.2 Description des analyses

III. 2.4.2.a Les analyses liées à la dégradation de l'huile

- Les deux principales analyses que nous avons faites systématiquement avant et après chaque vieillissement sont *la mesure de l'acidité* suivant la norme ISO 6618 [16] et *la mesure de $\tan \delta$* suivant la spécification CEI 60247 [31].

En effet, ces deux mesures sont les plus représentatives de la dégradation d'une huile comme indiqué dans le chapitre précédent (c. f. § I.3.1.2.c, figures I.15 et I.16 ; c. f. § I.2.1.1.a, figure I.6 ; c. f. § I.5.3.2, figure I.51). De plus, la spécification CEI 61125 [18], norme de référence pour le vieillissement des huiles minérales isolantes, préconise ces deux mesures après vieillissement.

- La tension de claquage (CEI 60156 [43]) qui représente l'essai essentiel pour évaluer la tenue diélectrique d'un liquide, a aussi été mesurée avant et après le vieillissement des huiles pour l'essai 1 ainsi que la teneur en eau (CEI 60814 [23]) et la teneur en particules (NF E48-658 [143]).

- La teneur en gaz dissous (CEI 60567 [91]) a été mesurée pour noter l'influence du vieillissement sur la génération de gaz dans l'huile.

III. 2.4.2.b Les analyses liées à la dégradation du papier

- Notions sur le vieillissement du papier

La dégradation du papier est exclusivement d'ordre mécanique et, comme les huiles est liée à la température (pyrolyse), l'humidité (hydrolyse) et l'oxygène (oxydation) [22, 94, 147, 148]. La dégradation du papier (c. f. § I.5.1 et § I.5.2) se traduit par une dépolymérisation et la création de gaz tel que le monoxyde de carbone (CO) et le dioxyde de carbone (CO₂). Plus exactement, la dépolymérisation est due à la scission des liaisons oxygène qui créent des molécules de glucose libres ; l'apparition des gaz est principalement due à la dégradation thermique. Le papier qui est un isolant de classe A (température maximale d'utilisation

préconisée : 105°C) a une dégradation quasiment nulle pour des températures inférieures à 100°C, et significative pour des températures comprises entre 115 et 140°C [94].

Il existe trois méthodes pour mesurer sa dégradation :

- Le degré de polymérisation (DP) qui permet de quantifier la scission des chaînes dans le papier. Plus ce nombre est bas et plus le papier est dégradé. Ce test se réalise suivant la spécification CEI 60450 [149].
- La tenue en traction qui permet d'évaluer directement la tenue mécanique du papier. Cet essai se fait suivant les recommandations de la CEI 60554-2 [150] qui fait appel à la norme ISO 1924-1 [151].
- L'analyse des dérivés furaniques (c. f. § I.5.2) qui se fait suivant la norme CEI 61198 [100]. Ces composés apparaissent lors de la rupture des chaînes et de la création de glucose.

De nombreuses études bibliographiques [108, 152, 153, 154] ont montré une corrélation dans l'évolution des caractéristiques citées précédemment, suivant la dégradation du papier (figure III.17).

La mesure de l'humidité du papier (suivant la CEI 60814 [23]), qui se fait par une méthode d'extraction au solvant, est aussi un outil indispensable pour noter l'altération de ce dernier.

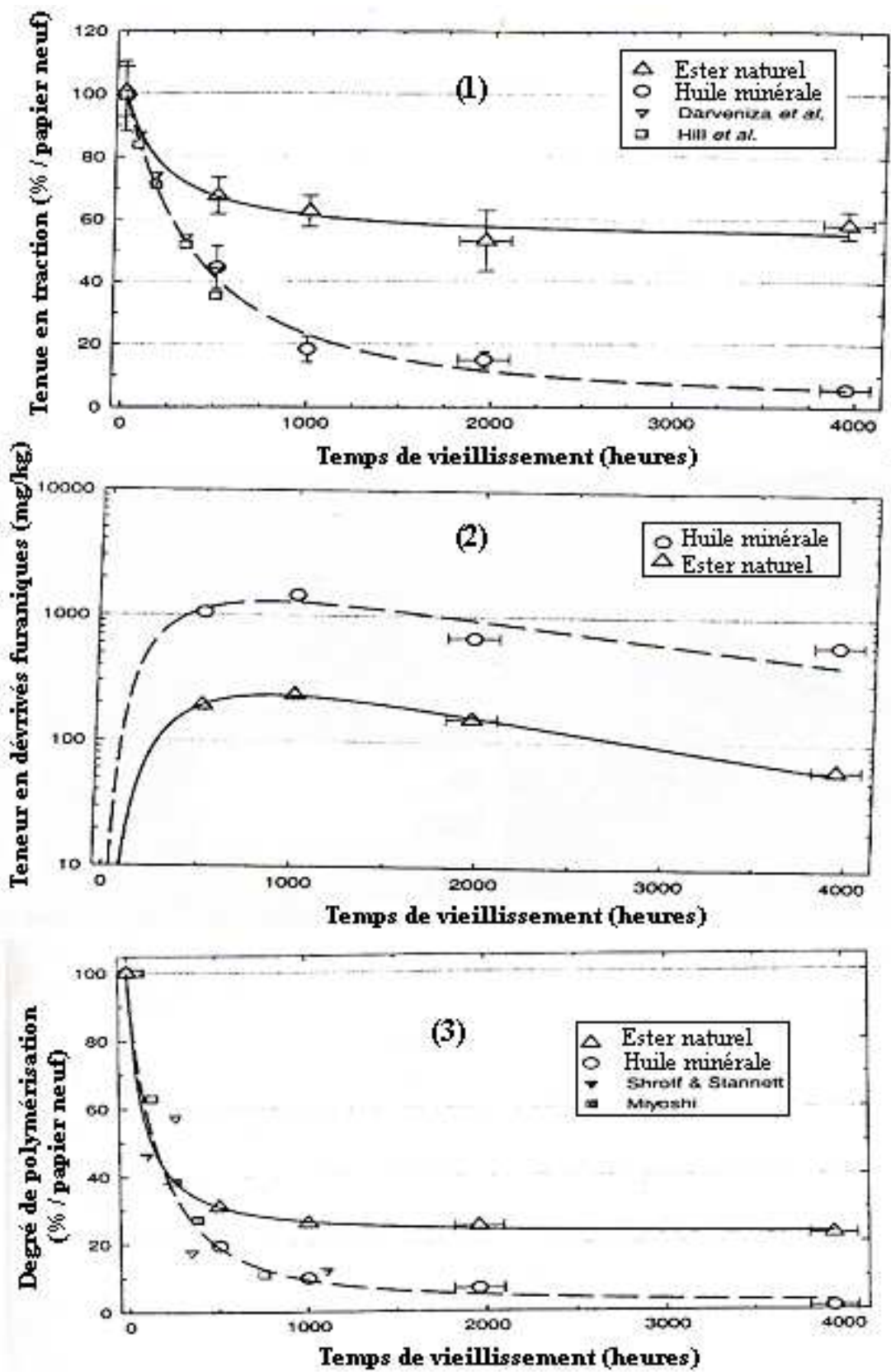


Figure III.17 : Evolution de la tenue en traction (1), de la concentration en dérivés furaniques (2) et du degré de polymérisation (3), en fonction du temps de vieillissement, pour un même papier [108]

- Les analyses

- Nous avons choisi l'essai de tenue en traction. Cet essai a été réalisé dans le sens du roulage du papier (Sens machine ou MD) et consiste à déterminer la contrainte à la rupture σ (MPa) :

$$\sigma = F/A \quad \text{(III.4)}$$

où

F est la force mesurée (Newton),

A est la surface de l'éprouvette (mm^2).

- La teneur en gaz dissous et l'analyse des dérivés furaniques permettront de noter une dégradation éventuelle du papier.
- La mesure de la teneur en eau dans le papier viendra compléter la mesure de la teneur en eau dans l'huile, afin de noter les interactions entre le papier et l'huile.

III. 2.5 *Tendance à l'électrisation statique (ECT)*

Ce problème, qui touche les transformateurs de puissance (c. f. § I.3.1.5), même s'il est rare, doit être pris en compte dans l'étude des produits et des mélanges car ses conséquences peuvent être catastrophiques. Comme indiqué dans le paragraphe I.3.1.5.c, le moyen le plus employé de part sa simplicité et permettant de caractériser la tendance à la charge des huiles (ECT), est l'essai du « ministatic charge tester ».

Pour apprécier l'importance de ce phénomène, nous avons réalisé cet essai sur les différents types d'huile et les mélanges. Nous avons aussi étudié l'influence de l'humidité ainsi que la corrélation avec la résistivité.

III. 2.5.1 Mesure de l'ECT

Cet essai consiste à forcer une huile à passer à travers un papier filtre en cellulose, de manière à produire une génération et une séparation de charge à la surface du papier, directement mesurée au moyen d'un électromètre (c. f. § I.3.1.5.c, figure I.43). L'essai a été réalisé à température ambiante.

Pour notre étude, nous avons toujours utilisé le même échantillon de cellulose (remplacé pour chaque type d'huile), de manière à faire un comparatif entre les différents liquides. Cet échantillon est le papier filtre Whatman 541, recommandé par certains auteurs [59, 65]. Toujours en suivant ces recommandations, la mesure s'est faite avec 50ml de liquide. Le résultat présenté est une moyenne sur trois mesures.

Le résultat de l'essai est exprimé en densité de charge (q), exprimée en $\mu\text{C}/\text{m}^3$ et se calcule à l'aide de la formule suivante :

$$q = (i.t.10^{12})/V = (i.t.10^{12})/50 \quad (\text{III.5})$$

où

i est le courant mesuré à la surface du papier (A),

t est le temps d'écoulement (s),

V est le volume de liquide (ml).

III. 2.5.2 Facteurs d'influence et de corrélation

- Nous avons réalisé cet essai sur des échantillons non traités et des échantillons traités (contenant une plus faible teneur en eau) de manière à mettre en évidence l'influence de l'humidité sur la tendance à la charge.

- Nous avons aussi réalisé des mesures de résistivité selon la CEI 60247 [31] au moyen d'une cellule à trois bornes (c. f. § I.3.1.2.d, figure I.18) et sur différents types d'huile afin de mettre en évidence la corrélation entre génération de charge et résistivité de l'huile.

III. 3 Conclusion

L'analyse et les observations faites dans ce chapitre nous ont permis de mettre en évidence la haute solubilité des esters pour l'eau (forte capacité à absorber l'humidité) et la bonne stabilité à l'oxydation des huiles silicones. Ces deux atouts ont ainsi guidé notre choix de produit pour l'optimisation de l'huile minérale par la voie des mélanges.

Les produits que nous avons retenus sont :

- l'huile minérale naphthénique Nynas Nytro 10GBN,
- deux huiles esters synthétiques (meilleure stabilité à l'oxydation que les esters naturels) : Midel 7131 et ProEco TR 3746 ;
- l'huile silicone Rhodorsil 604V50.

Afin d'étudier les principales caractéristiques requises pour une huile de transformateur, nous avons sélectionné :

- la mesure de la viscosité cinématique pour étudier le transfert de chaleur,
- la mesure de la tension de claquage selon la norme CEI 60156 pour apprécier la tenue diélectrique,
- les mesures de l'acidité, de $\tan \delta$, de la teneur en eau et de la tension de claquage de l'huile pour évaluer la stabilité au vieillissement (selon la norme ASTM D1934). La dégradation de la cellulose est aussi évaluée (humidité, tenue en traction et dérivés furaniques).
- la mesure de la tendance à la charge électrostatique au moyen du « ministatic charge tester ».

**IV RESULTATS EXPERIMENTAUX : COMPARAISON DES
LIQUIDES ET DES MELANGES**

Introduction

Afin d'étudier les différentes caractéristiques requises pour une huile isolante de transformateur et de définir la validité de nos mélanges, nous avons scindé cette étude en cinq parties :

- l'étude de la miscibilité,
- l'étude du transfert de chaleur au moyen de la viscosité cinématique,
- l'étude de la tenue diélectrique au moyen de la tension de claquage,
- l'étude du vieillissement au moyen de différents essais et diverses analyses
- l'étude de la tendance à la charge électrostatique (ECT).

Dans chacune de ces parties, nous présentons et discutons les résultats expérimentaux obtenus sur les mélanges à base d'huile minérale dans les proportions (80 :20). En effet, le but de notre recherche est d'optimiser les caractéristiques de l'huile minérale et il est donc primordial d'utiliser les autres types d'huile en tant qu'additif. Seule l'étude de la tension de claquage présente des mélanges dans les proportions (50 :50) afin de confirmer les hypothèses émises.

IV. 1 Analyse qualitative de la Miscibilité

L'étude de la miscibilité selon la norme AIR 1651 [137] nous a permis de vérifier si les différents produits considérés ne présentaient pas d'incompatibilité.

Après l'essai (voir § III.2.1.1), les résultats (tableau III.1) nous ont montré que les différents produits :

- sont miscibles au sens qualitatif et en toute proportion (en masse) avec l'huile minérale ; en effet aucune émulsion n'apparaît lors de leur mélange avant et après vieillissement pour les différents pourcentages ;
- apparaissent à première vue comme compatibles, car aucune évolution anormale de l'acidité n'a été remarquée.

| Produits | Aspect visuel | | Indice de neutralisation (mg KOH/g) | |
|---------------|-----------------|-----------------|-------------------------------------|--------------|
| | <i>Avant</i> | <i>Après</i> | <i>Avant</i> | <i>Après</i> |
| Nynas | Rien à signaler | Rien à signaler | < 0,01 | < 0,01 |
| Midel | | | 0,014 | 0,028 |
| 90% Midel | | | 0,013 | 0,020 |
| 50% Midel | | | 0,013 | 0,014 |
| 10% Midel | | | < 0,01 | < 0,01 |
| Rhodorsil | | | < 0,01 | < 0,01 |
| 90% Rhodorsil | | | < 0,01 | < 0,01 |
| 50% Rhodorsil | | | < 0,01 | < 0,01 |
| 10% Rhodorsil | | | < 0,01 | < 0,01 |

Tableau IV.1 : Evolution de l'aspect visuel et de l'acidité pour les huiles et les mélanges, avant et après le vieillissement, selon la norme AIR 1651

Ces deux remarques permettent de valider la première étape de notre étude sur les mélanges et de pouvoir ainsi continuer dans une recherche plus détaillée de compatibilité, à savoir l'évolution des caractéristiques de viscosité, de tension de claquage, de tenue au vieillissement et de tendance à la charge, pour les mélanges par rapport à l'huile minérale.

IV. 2 Etude de la viscosité cinématique

Comme il a été noté dans les chapitres précédents, l'étude du transfert de chaleur au moyen de la viscosité s'est faite en deux étapes et selon l'essai décrit dans le paragraphe III.2.2.2 :

- (1) étude de l'évolution de la viscosité des différents types d'huile et des mélanges à 20%,
- (2) étude de la corrélation entre les résultats empiriques et la loi des mélanges.

IV. 2.1 Effet de la température

L'évolution de la viscosité avec la température pour les différents types d'huile et les mélanges est représentée sur la figure IV.1.

Les variations de viscosité avec la température ont été étudiées (figure IV.2) au moyen du quotient Q , préférentiellement à l'indice de viscosité selon la norme ISO 2909 [71] qui se calcule uniquement pour les produits pétroliers (huile minérale) et ne peut donc s'appliquer aux huiles esters ou silicones.

Q est le rapport des viscosités à deux températures :

$$Q = \frac{\nu_1}{\nu_2} \quad (\text{IV.1})$$

où

ν_1 est la viscosité à la température T_1 ,

ν_2 est la viscosité à la température T_2 , avec la condition $T_1 < T_2$.

En comparant différents liquides aux mêmes températures, la valeur de Q permet d'identifier le liquide le plus stable. En effet, plus Q est important, plus la variation de viscosité du liquide est importante entre les deux températures. Nous avons étudié cette variation pour deux plages de températures extrêmes : entre 0 et 90°C et entre -20°C et 100°C.

Il apparaît (figure IV.1) que l'huile minérale est la plus efficace pour évacuer la chaleur dans les transformateurs. En effet, à 90°C qui est la température moyenne de fonctionnement d'un transformateur, l'huile minérale Nynas a une viscosité bien plus basse que les autres types d'huile, permettant un meilleur transfert de chaleur par convection. Il est aussi important de noter que l'huile minérale possède la plus faible viscosité pour les températures allant de 0 à 90°C, ce qui permet alors une meilleure évacuation de chaleur lors du redémarrage d'un transformateur à ces températures.

Contrairement à l'huile minérale, l'huile silicone possède la plus importante viscosité à 90°C. En outre, elle a une viscosité moins élevée aux températures négatives (d'où une meilleure évacuation de la chaleur lors du redémarrage des transformateurs aux basses températures) et une faible variation de viscosité avec la température (figure IV.2). On dit alors que l'huile silicone a un bon indice de viscosité.

L'huile ester qui se situe entre l'huile silicone et l'huile minérale, pour la température d'utilisation (90°C), a une valeur de viscosité très importante aux basses températures. Cependant, il est intéressant de noter que le mélange avec 20% d'ester a une viscosité relativement proche de l'huile minérale seule (figure IV.1) et reste conforme aux spécifications de la CEI 60296 [15]. Le bon comportement de ce mélange est vérifié avec les variations du paramètre Q (figure IV.2) qui sont quasi identiques à celle de l'huile minérale.

Pour l'application type transformateurs, une huile ayant une faible viscosité à 90°C et un bon indice de viscosité serait idéale car elle permettrait un transfert de chaleur efficace pour toutes les plages de températures.

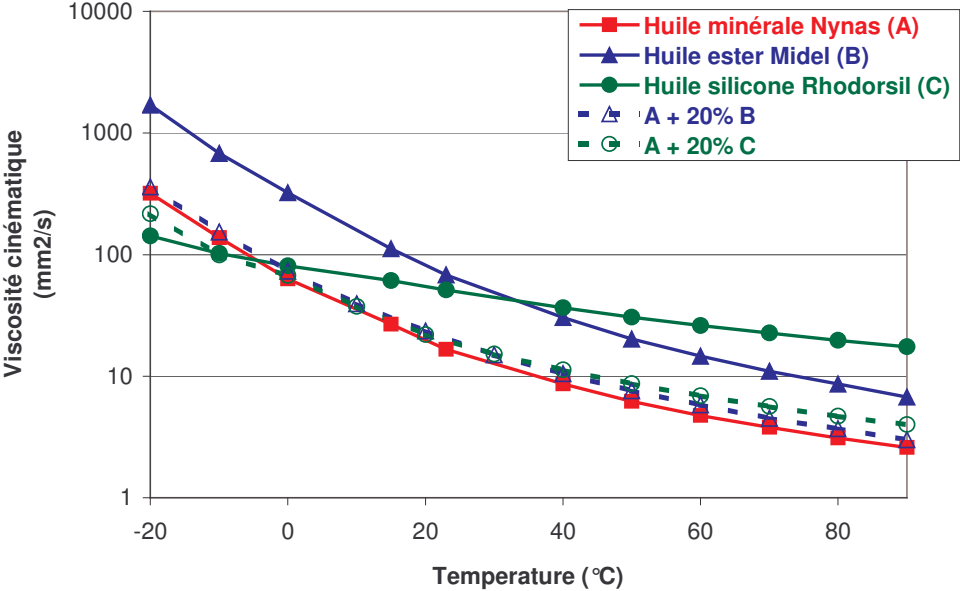


Figure IV.1 : Evolution de la viscosité cinématique, en fonction de la température, pour les huiles et les mélanges à 20%

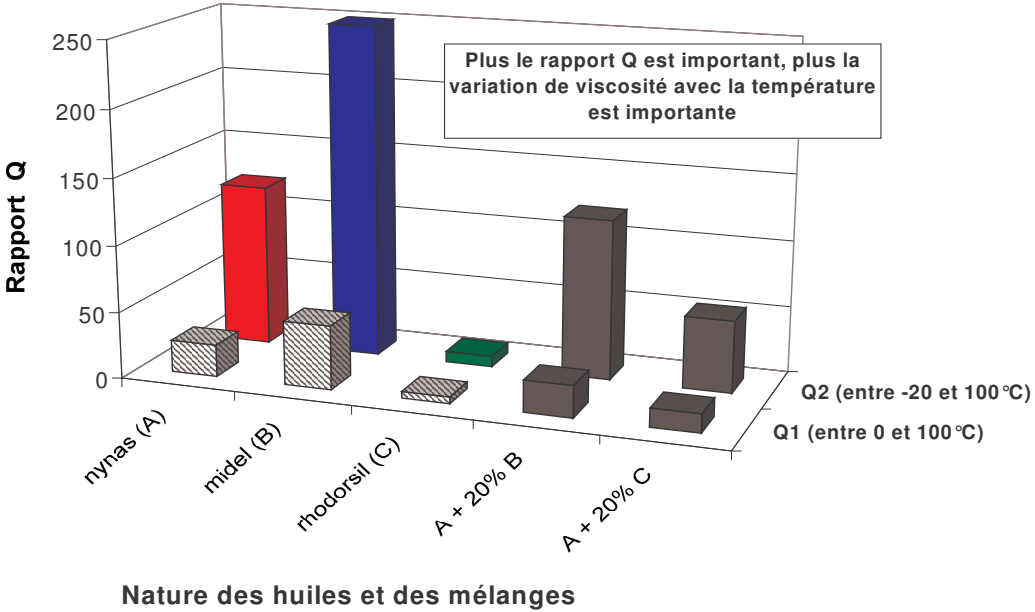


Figure IV.2 : Variation de la viscosité en fonction de la température, exprimé par le rapport Q (rapport entre viscosités à deux températures différentes)

IV. 2.2 *Loi des mélanges*

La viscosité des huiles étant une propriété intrinsèque, cette dernière devrait suivre une loi des mélanges, définie par la relation (III.1) du paragraphe III.2.1.2, à savoir que le mélange de X % d'une huile A de viscosité ν_A avec Y % d'une huile B de viscosité ν_B devrait donner un produit C de viscosité ν_C telle que :

$$\nu_C = \left(\frac{X}{100} \times \nu_A \right) + \left(\frac{Y}{100} \times \nu_B \right) \quad (\text{IV.2})$$

Pour vérifier cette hypothèse, nous avons alors comparé les courbes expérimentales aux courbes théoriques obtenues par le calcul avec l'équation (IV.2).

La figure IV.3 montre que la loi des mélanges ne peut pas s'appliquer en donnant des différences entre la valeur calculée (selon l'équation IV.2) et les valeurs expérimentales. Elle nous permet aussi de constater que ces différences sont relativement faibles pour les températures au dessus de l'ambiante, mais qu'elles deviennent de plus en plus importantes lorsqu'on s'éloigne de l'ambiante vers les températures négatives. Cet écart est d'ailleurs d'autant plus croissant que le produit ajouté à l'huile minérale a un changement important de viscosité avec la température.

La figure IV.3.b confirme le travail réalisé par FOFANA *et al* [117], représenté sur la figure II.9 (c. f. § II.3.1), qui montrait que l'évolution de la viscosité du mélange suivant le pourcentage d'ester, n'évolue pas de façon linéaire ou proportionnelle (échelle logarithmique). Un calcul spécifique (différent de la loi des mélanges) à partir des données expérimentales, a été alors établi par ces auteurs pour obtenir la viscosité d'un mélange entre l'huile ester Midel et une huile minérale (Shell Diala D).

Ainsi, les résultats que nous avons obtenus et ceux de FOFANA *et al.* mettent en évidence le fait que des interactions chimiques se passent entre les liquides.

Les figures IV.3.a et IV.3.b montrent aussi que les résultats expérimentaux sont en deçà de ceux attendus avec la loi des mélanges, justifiant ainsi le fait que l'on obtienne une viscosité relativement proche de l'huile minérale seule lorsqu'on ajoute 20% d'ester à l'huile minérale.

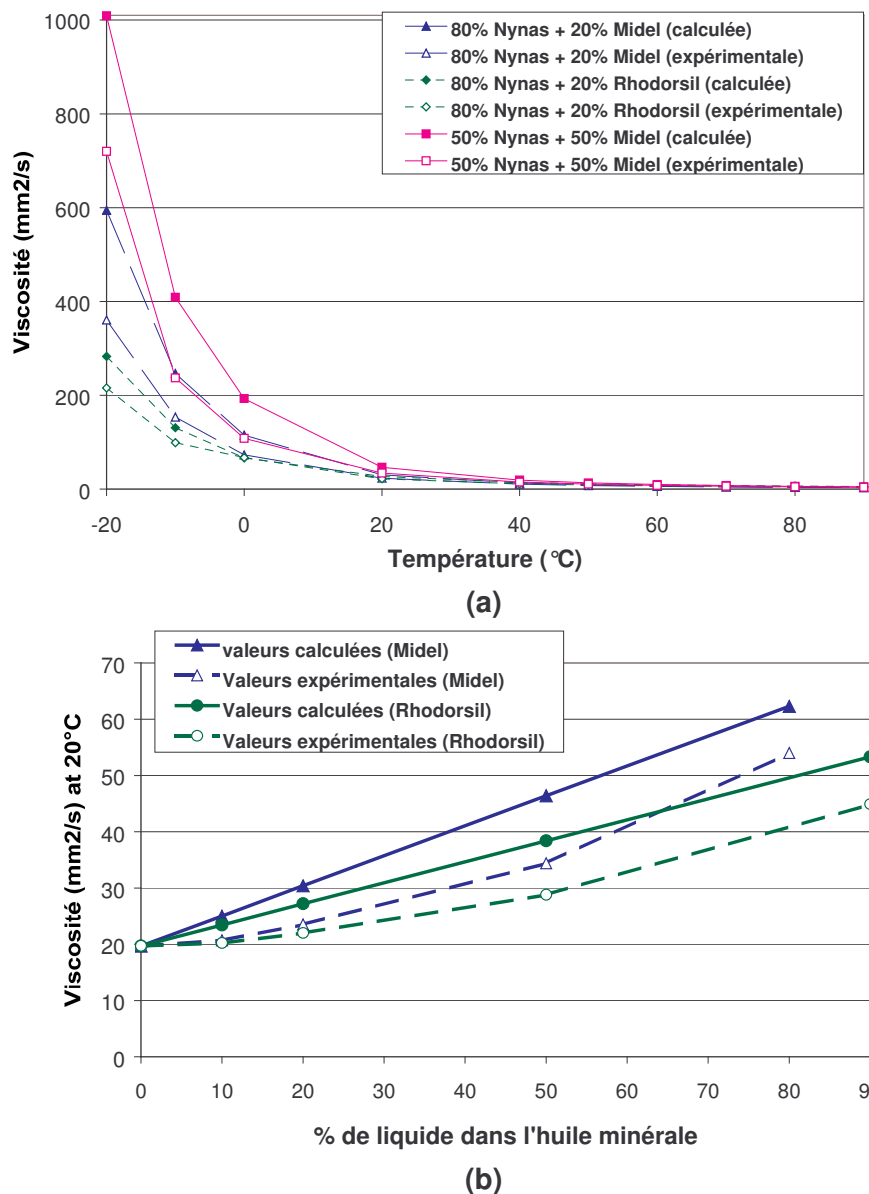


Figure IV.3 : Comparaison entre la viscosité calculée suivant la loi des mélanges et la viscosité obtenue expérimentalement, en fonction de la température **(a)**, en fonction du pourcentage d'huile ajouté à l'huile minérale **(b)**

IV. 2.3 Conclusion

Les résultats expérimentaux obtenus ont permis de montrer que l'huile minérale est la plus efficace pour évacuer la chaleur, aux températures moyennes de fonctionnement d'un transformateur (90°C), et se trouve respectivement meilleure que l'huile ester et l'huile silicone. L'utilisation de l'huile minérale dans les transformateurs de puissance est alors justifiée pour cette caractéristique, en plus de son faible coût.

Il est intéressant de noter que l'ajout de 20% d'ester Midel dans l'huile minérale Nynas crée un mélange ayant une viscosité très proche de l'huile minérale seule, en restant d'une part conforme à la norme CEI 60296 [15], mais aussi en gardant quasiment les mêmes variations avec la température.

Ce résultat est lié au fait que les mélanges d'huile sont le fait d'interactions chimiques et ne suivent pas la loi des mélanges (confirmant la littérature [117]), c'est à dire que leur viscosité n'évolue pas de façon proportionnelle par rapport à la viscosité des produits seuls. Au contraire, cette valeur est minorée et l'effet est d'autant plus marqué que la température décroît et que le produit ajouté à l'huile minérale a un changement de viscosité important en fonction de la température.

IV. 3 Etude de la tension de claquage

L'étude de la tension de claquage, des huiles et des mélanges (dans les rapports 80 :20 et 50 :50 en masse) traités dans les mêmes conditions, réalisée à température ambiante et sous pression atmosphérique, est effectuée selon trois étapes :

- (1) une étude préliminaire qui consiste d'une part à confirmer notre recherche bibliographique, à savoir si les types d'huiles choisis peuvent apporter une meilleure tenue diélectrique à l'huile minérale , et d'autre part à noter l'influence de notre traitement de laboratoire ;
- (2) une étude plus approfondie sur les probabilités de claquage au moyen du système normalisé (c. f. § III.2.3.1.b) et de la loi de GAUSS ;
- (3) une analyse des gaz dissous pour tenter d'évaluer la dégradation éventuelle des liquides, liée à la rupture diélectrique selon la norme CEI 60156 [43].

IV. 3.1 Etudes préliminaires

Dans une première étape, l'étude de la tenue diélectrique est effectuée sur deux systèmes :

- un système expérimental (c. f. § III.2.3.1.a) ;
- un système normalisé (c. f. § III.2.3.1.b).

Ces essais préliminaires, réalisés sur des huiles neuves et non traitées, nous permettent de justifier le choix de nos produits avant de faire une étude plus approfondie.

Dans une deuxième étape, nous étudions l'influence du traitement sur le claquage des huiles et plus particulièrement les paramètres (teneur en eau, particules et gaz) sur lesquels notre unité de traitement de laboratoire (c. f. III.2.3.2) a un impact.

IV. 3.1.1 Essais préliminaires sur les huiles non traitées

Il ressort des différentes observations expérimentales effectuées, que l'addition d'huile ester synthétique permet d'améliorer la tenue diélectrique de l'huile minérale de façon nette (tableau IV.2). L'huile minérale Nynas en mélange avec l'huile ester Midel ou l'huile ester ProEco, crée un complexe ayant des tensions moyennes de claquage bien plus élevées que l'huile minérale seule. Il apparaît aussi que les résultats obtenus en mélange donnent de meilleures valeurs que les huiles seules. Il est intéressant de noter que l'ajout de 20% d'ester permet tout autant d'améliorer la tenue diélectrique de l'huile minérale. Ce dernier résultat semble prometteur pour utiliser les huiles esters synthétiques en tant qu'additif pour augmenter la tension de claquage de l'huile minérale.

Contrairement à l'huile ester synthétique, l'huile silicone n'améliore pas les caractéristiques de l'huile minérale.

Ces premiers résultats sont d'une importance capitale, bien que les essais aient été réalisés sur des huiles non traitées, qui en plus d'une teneur en eau élevée, sont susceptibles de contenir plus ou moins de particules, pouvant alors fausser l'interprétation des résultats. Par la suite, les analyses de claquage seront effectuées sur des échantillons traités et sur lesquels une analyse de la pollution particulaire sera faite.

Enfin, les résultats rapportés dans le tableau IV. 2 montrent que le système expérimental donne une déviation (représentée par l'écart type) bien plus importante que celle obtenue avec le système normalisé. Ainsi, pour minimiser ces problèmes de répétabilité nous avons poursuivi nos essais sur la cellule préconisée par la CEI 60156 [43] (c. f. § III.2.3.1.b).

| Produits | Essai sur système expérimental ¹ | | | Essai par laboratoire certifié ² | | |
|------------------------------|---|--------------|---------------------|---|--------------|---------------------|
| | Moyenne sur 20 mesures (kV) | σ (%) | Teneur en eau (ppm) | Moyenne sur 6 mesures (kV) | σ (%) | Teneur en eau (ppm) |
| Huile minérale Nynas (A) | 34 | 18 | 20 | 46 | 7 | 21 |
| Huile ester Midel (B) | 29 | 17 | 94 | 77 | 1 | 104 |
| Huile ester ProEco (C) | - | - | - | 78 | 8 | 35 |
| Huile silicone Rhodorsil (D) | 23 | 13 | 66 | 59 | 7 | 52 |
| A + B (50 :50) | 42 | 14 | 65 | 91 | 4 | 141 |
| A + C (50 :50) | - | - | - | 90 | 8 | 59 |
| A + D (50 :50) | 25 | 19 | 40 | 46 | 9 | 43 |
| A + B (80 :20) | - | - | - | 73 | 6 | 52 |

1 : essai en cellule verticale avec 1,75mm de gap

2 : essai selon la CEI 60156 sur 6 mesures, avec un gap de 2,5mm

Tableau IV. 2 : *Tension de claquage, écart type (σ) et teneur en eau sur des huiles seules et des mélanges*

IV. 3.1.2 Influence du traitement sur la tenue au claquage

Dans le but d’apprécier la validité de notre unité de traitement de laboratoire (c. f. III.2.3.2) sur les huiles, et de justifier ainsi sa réalisation avant chaque étude de claquage, nous avons étudié l’influence de ce dernier en testant les trois différents types d’huiles (minérale, silicone et ester synthétique). Le traitement que nous réalisons est effectué avec un seul passage de l’huile.

Pour chaque type d’huile, la tension moyenne de claquage (réalisée sur 12 mesures et d’après le système normalisé de la CEI 60156 [43]), la teneur en eau, la teneur en gaz dissous et la teneur en particule ont été mesurées avant et après traitement.

Il apparaît que le traitement a une influence capitale sur la tension moyenne de claquage (figure IV.4), réhaussant cette dernière de 50% de sa valeur pour l'huile minérale Nynas, de 40% pour l'huile silicone et de 25% pour l'huile ester Midel. Cette amélioration est directement liée à la teneur en eau (figure IV.6), qui diminue de façon notable avant et après traitement pour chaque type d'huile, par rapport à leur niveau de saturation respectif (c. f. § III.1.3.4, tableau III.2). L'influence plus faible du traitement sur l'huile ester est notamment liée au fait qu'elle soit moins sensible à la présence d'humidité de part sa haute solubilité pour l'eau. La dispersion des mesures (figure IV.5), bien qu'elle dépende de la présence d'impuretés, ne semble pas être directement liée au traitement de laboratoire puisqu'elle évolue de façon différente pour les trois huiles.

La figure IV.7 indique que le traitement permet de s'affranchir des particules dont la taille est supérieure à 50 μ m. Cependant, les particules de petite taille sont plus difficiles à éliminer, voire plus importantes en nombre pour les trois huiles après le traitement. Ceci est lié à la pollution possible des flacons utilisés après le traitement, résultant du brassage de micro-particules lors du séchage dans l'étuve à pression atmosphérique. Au delà de ces remarques, en comparant les figures IV.4 et IV.7, on peut constater que la présence des micro particules de faible taille (< 50 μ m) a une influence relativement faible (par rapport à la teneur en eau) sur la tension de claquage mesurée avec le système normalisé ; confirmant ainsi les résultats de KRAUSE [42] (c. f. § I.2.1.2.c, tableau I.2 et figure I.19).

Enfin, comme le montre la figure IV.8, le traitement permet de diminuer la présence des gaz permanents dans les huiles, tels que l'oxygène et l'azote. La présence de dioxyde de carbone, présent en faible quantité, diminue aussi avec le traitement.

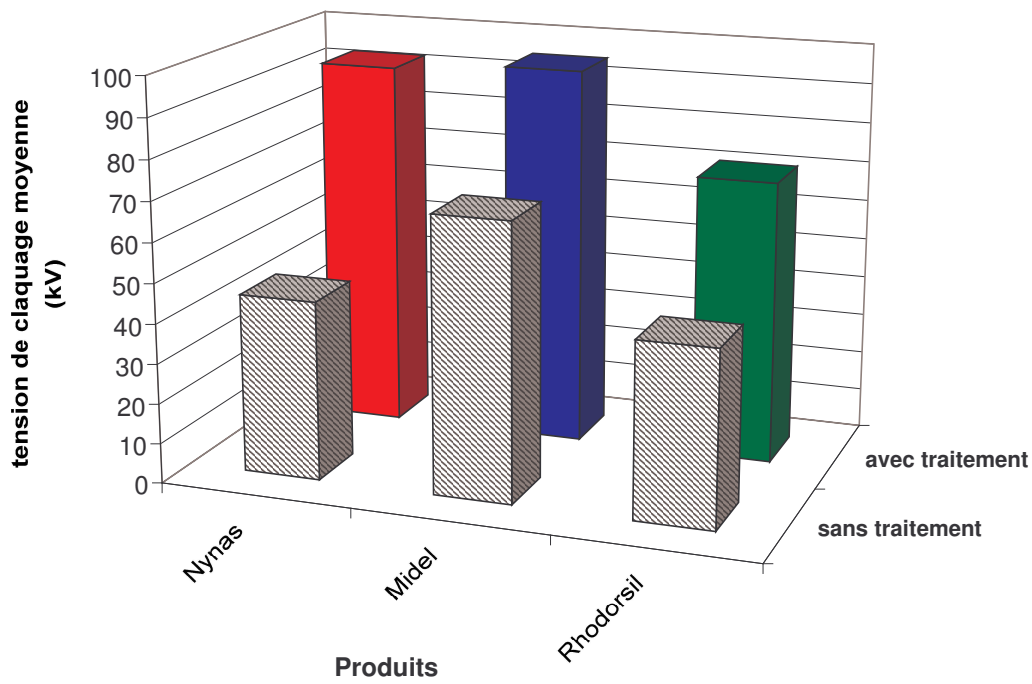


Figure IV. 4 : Tension de claquage moyenne sur 12 mesures, avec la cellule normalisée, avant et après traitement

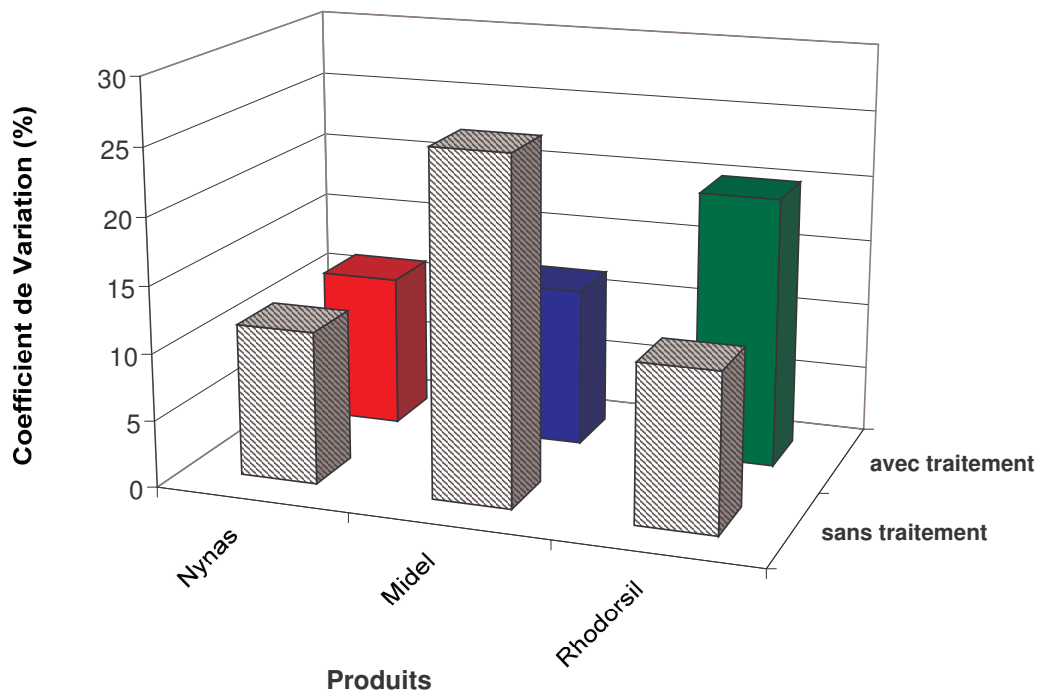


Figure IV. 5 : Coefficient de variation de la tension de claquage moyenne, avec la cellule normalisée, avant et après traitement

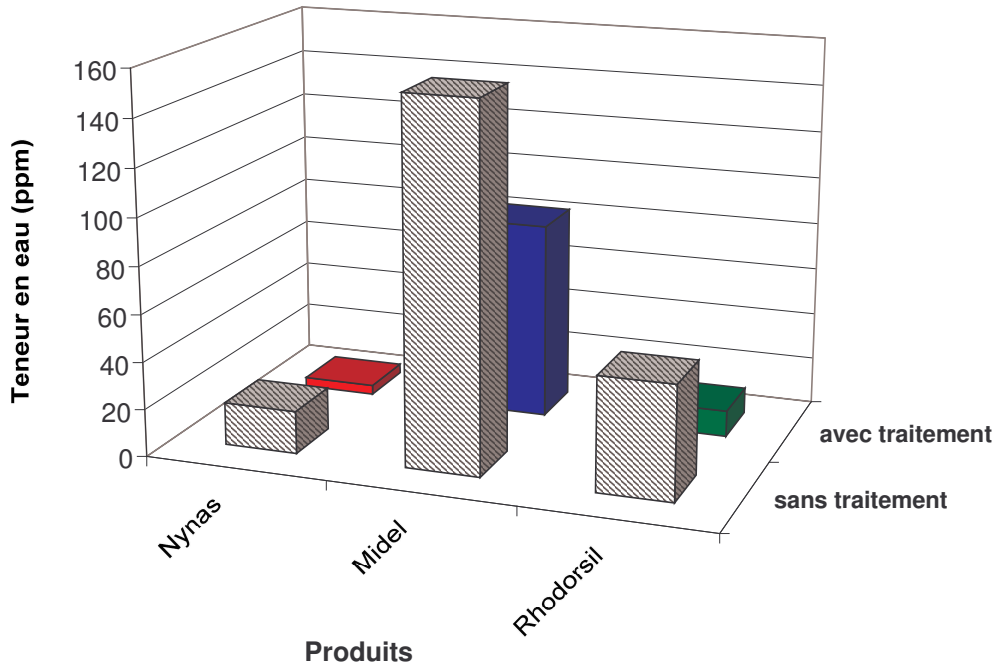


Figure IV. 6 : Influence du traitement sur la teneur en eau

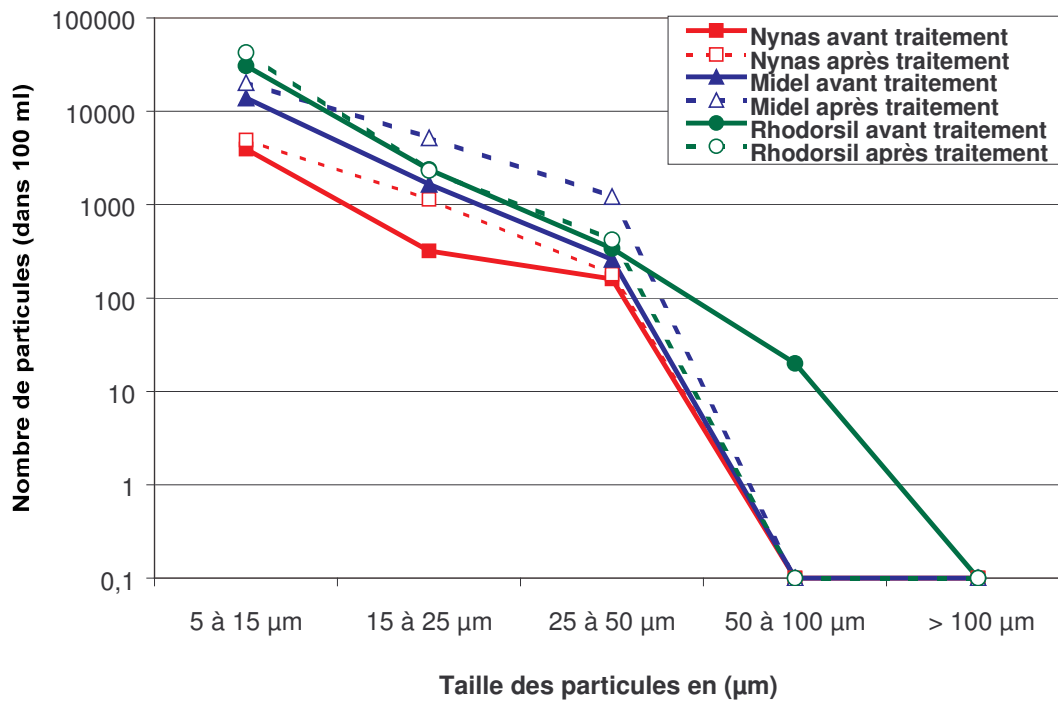


Figure IV.7 : Influence du traitement sur la teneur en particules

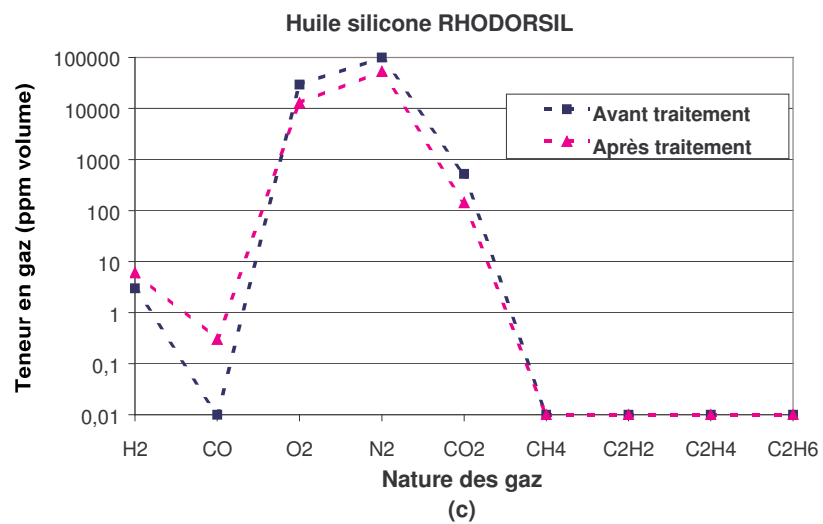
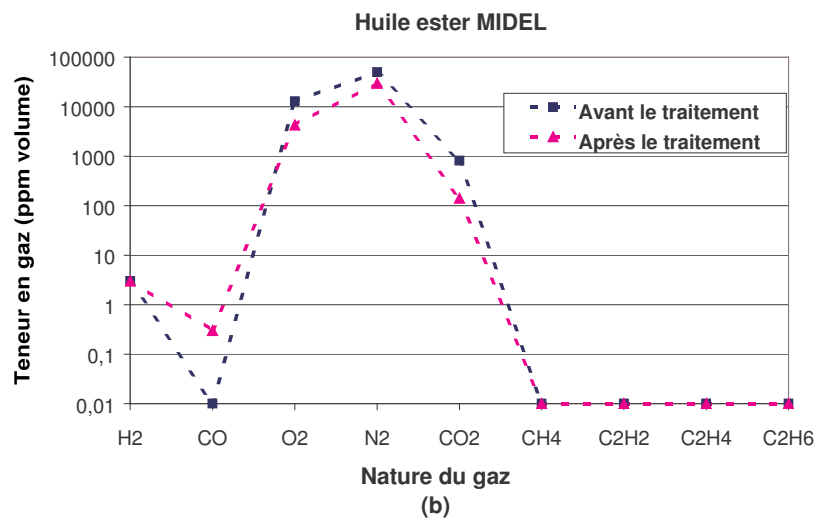
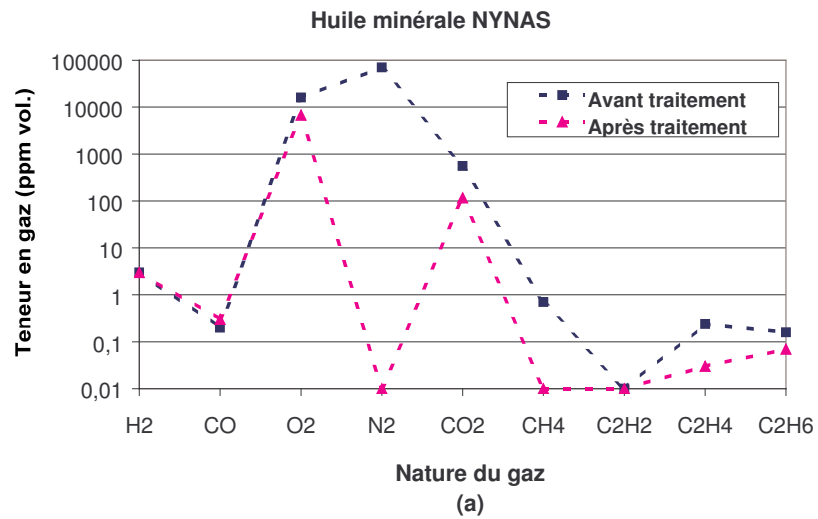


Figure IV.8 : Influence du traitement sur la teneur en gaz, pour l'huile minérale (a), pour l'huile ester (b) et pour l'huile silicone (c)

IV. 3.2 Etude des probabilités de claquage

Le but de cette étude est d'apprécier la tenue au claquage de l'huile minérale Nynas, des huiles esters synthétiques Midel et ProEco, de l'huile silicone Rhodorsil, et de confirmer les résultats préliminaires, à savoir que les huiles esters peuvent améliorer les propriétés de claquage de l'huile minérale et plus particulièrement en tant qu'additif (avec un faible pourcentage de l'ordre de 20%), de manière à rester dans un coût relativement correct.

Afin d'exploiter au mieux les résultats obtenus, nous avons étudié les probabilités de claquage des huiles traitées, pour lesquelles on connaît la teneur en eau ainsi que la répartition des particules en taille et en nombre.

Dans ce paragraphe, nous rappelons tout d'abord le principe de la distribution normale et son application avec la loi de GAUSS que nous allons utiliser pour le dépouillement. Nous présentons ensuite les résultats d'une première étude sur 12 mesures ainsi que les différentes étapes conduisant à la densité de probabilité de claquage et au tracé des courbes de GAUSS, ainsi que les premières interprétations. Enfin, nous présentons l'étude effectuée sur un échantillonnage plus important, c'est à dire 32 mesures, qui sera directement présentée au moyen des probabilités de GAUSS.

IV. 3.2.1 Loi normale

IV. 3.2.1.a Distribution normale

Lorsque l'on réalise n mesures ($n_1, n_2, \dots, n_i, \dots, n_k$) donnant chacune des tensions de claquage $U(U_1, U_2, \dots, U_i, \dots, U_n)$, on peut alors calculer la fréquence relative d'amorçage f_i :

$$f_i = \frac{n_i}{n} \quad \text{sachant que } \sum_{i=1}^k n_i = n \quad (\text{IV.3})$$

On peut ensuite tracer les fréquences f_i en fonction du rang i de leur classe et on obtient alors l'histogramme des tensions de claquage (figure IV.9.a).

Si l'on totalise les fréquences f_i jusqu'au rang i , on obtient la fréquence cumulée F_i (figure IV. 9.b) avec :

$$F_i = \sum_{i=1}^i f_i \quad (\text{IV.4})$$

L'histogramme et la courbe cumulative des tensions de claquage sont des représentations empiriques de la densité de probabilité de claquage $p(U)$ et de sa fonction de répartition $P(U)$ [155], avec :

$$P(U) = \int_0^U p(U).du \quad (\text{IV.5})$$

Le tracé de ces courbes constitue la première étape pour émettre l'hypothèse que les échantillons testés suivent une loi de distribution normale.

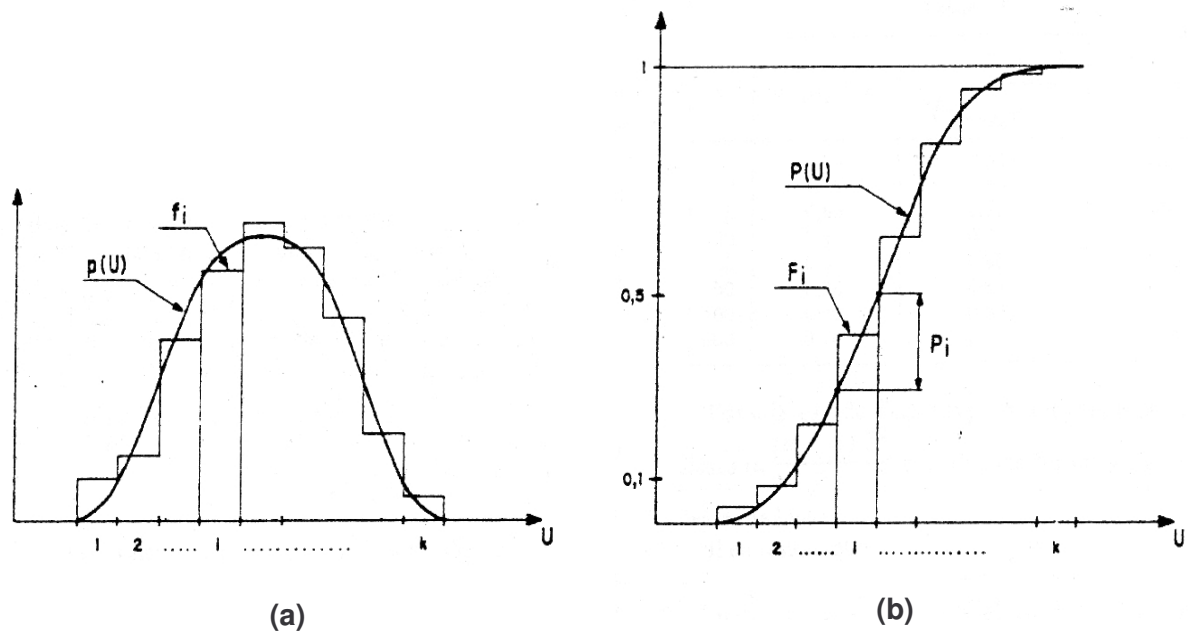


Figure IV. 9 : Histogramme (a) et courbe cumulative (b) des tensions de claquage, observées pour un échantillon idéal suivant une distribution normale [155]

IV. 3.2.1.b Droite de HENRI

Lorsque la première hypothèse (c. f. § IV.3.2.1.a) est validée, pour savoir ensuite si un échantillon suit réellement une distribution normale, il suffit de réaliser le calcul ci-dessous (IV.6) et de vérifier que lorsqu'on trace $u_i = f(U_i)$, les points sont approximativement alignés, de manière à obtenir une droite dite « droite de HENRI » [155] :

$$u_i = \frac{U_i - U_M}{\sigma} \quad (\text{IV.6})$$

$$\text{avec } U_M = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n U_i \quad (\text{IV.7})$$

$$\text{et } \sigma = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (U_i - U_M)^2} \quad (\text{IV.8})$$

où

u_i est la valeur calculée de Henri,

U_i est la tension de claquage mesurée,

U_M est la tension de claquage moyenne,

σ est l'écart type.

IV. 3.2.1.c Loi de GAUSS

On considère le plus souvent que la forme de $p(U)$ ou $P(U)$, en distribution normale, suit une loi de GAUSS, exprimée alors par les relations suivantes [155] :

$$p(U) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left[-\frac{1}{2}\left(\frac{U_i - U_M}{\sigma}\right)^2\right] \quad (\text{IV.9})$$

$$\text{ou } P(U) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^U \exp\left[-\frac{1}{2}\left(\frac{U_i - U_M}{\sigma}\right)^2\right] du \quad (\text{IV.10})$$

où

U_i est la tension de claquage mesurée,

U_M est la tension de claquage moyenne,

σ est l'écart type.

Outre le fait de pouvoir obtenir des courbes bien définies selon une loi de probabilité vérifiée, l'autre avantage de se servir de la probabilité de GAUSS est de pouvoir calculer la tension U_i pour laquelle l'échantillon a une probabilité presque nulle de subir l'amorçage. Autrement dit, ce calcul permet de déterminer le coefficient de sécurité d'un échantillon.

Ce calcul, encore appelé loi normale inverse, est réalisé par une méthode d'itération avec la fonction $P(U)$, c'est à dire l'équation (IV.10).

On parle de probabilité presque nulle car il est impossible de réaliser ce calcul avec $P(U) = 0$, $\exp[X] = 0$ n'existant pas. Ainsi, les calculs du coefficient de sécurité seront faits pour $P(U) = 0,001$; c'est à dire une probabilité de 99,9% de ne pas claquer en dessous de cette tension trouvée par le calcul.

IV. 3.2.2 Etude sur 12 mesures

Cette étude consiste à réaliser 12 mesures de tension de claquage sur les huiles seules et les mélanges selon la norme CEI 60156 [43]. En fait, on réalise deux fois plus de mesures que la norme (qui en préconise 6) afin d'avoir plus d'échantillons pour établir des lois de probabilité.

Pour cela, on trace dans un premier temps la fonction de répartition des densités de probabilité de claquage (comme indiqué dans le § IV.3.2.1.a). Ensuite, on applique la formule de HENRI (IV.6) pour confirmer que les échantillons suivent une loi normale. Enfin, si les deux étapes précédentes sont validées, on trace les probabilités selon la loi de GAUSS (IV.10).

IV. 3.2.2.a Fonction de répartition des densités de probabilité de claquage

Avant de commenter les résultats obtenus, il est important de préciser que tous les échantillons testés, comme indiqué dans le tableau IV.3, contenaient des particules de taille inférieure à 50 μ m et une faible teneur en eau (loin de leur limite de teneur en eau à saturation et bien en deçà des 50% de la saturation ; c. f. § III.1.3.4, tableau III.2), les mettant ainsi sur un pied d'égalité pour comparer leur caractéristique presque « intrinsèque » de claquage.

Il apparaît (figure IV.10.a) que l'huile silicone Rhodorsil est la moins performante avec 20% des échantillons qui ont déjà subi une rupture diélectrique entre 40 et 50kV, et 100% entre 80 et 90kV alors que seulement 20% des autres types d'huile ont claqué dans ce dernier intervalle. Les huiles esters Midel et ProEco apparaissent comme les plus performantes avec seulement 30% des échantillons qui ont claqué entre 90 et 100kV, alors que 90% des échantillons d'huile minérale Nynas ont subi une rupture diélectrique. Le bon comportement des esters en tenue au claquage est lié au fait que ces derniers ont une meilleure affinité pour l'eau que l'huile minérale et l'huile silicone, leur permettant d'avoir une faible sensibilité à l'humidité. Ces résultats confirment ceux rapportés dans la littérature [117].

Du point de vue des mélanges, on peut noter que les huiles esters permettent d'améliorer la tenue au claquage de l'huile minérale. Il est d'ailleurs intéressant de souligner deux points :

- le mélange à 20% (figure IV.10.b) permet de diminuer le claquage des échantillons entre 20 et 30% pour l'intervalle de 90 à 100 kV,
- le mélange à 50% (figure IV.10.c) donne des résultats aussi bons que les huiles esters seules.

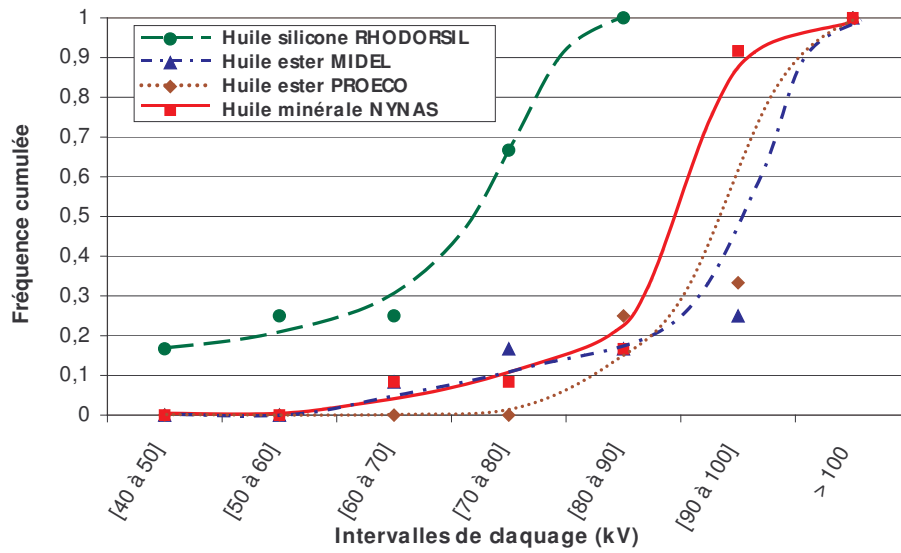
L'huile silicone, dans la logique, n'améliore pas les propriétés de l'huile minérale. Cependant, on peut constater que le résultat obtenu donne une valeur intermédiaire qui pourrait presque

s'accorder avec la loi des mélanges (pour le mélange 50 :50, 10% des échantillons ont claqué dans l'intervalle 50 à 60kV, contre environ 20% pour l'huile silicone seule).

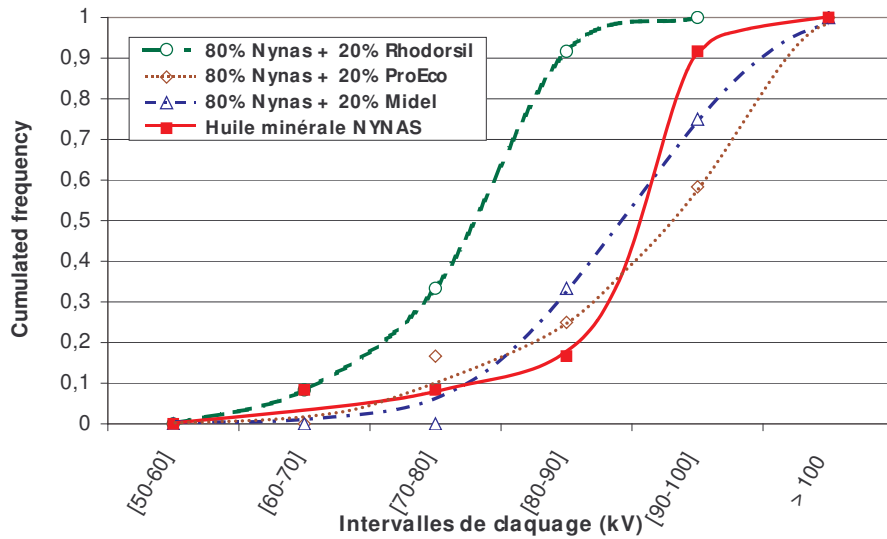
Enfin, il est intéressant de noter que la présence importante de micro particules de taille comprise entre 5 et 15µm, n'affecte pas la tenue au claquage des huiles lorsque l'essai est réalisé selon le système normalisé de la CEI 60156. En effet, le mélange 50% d'huile minérale avec 50% d'huile ester ProEco (A+50%C), qui a beaucoup plus de particules de ce type que les autres produits, présente une des meilleures probabilités de claquage. Le tableau IV.3 permet aussi de souligner que les micro particules de taille inférieure à 50µm n'ont pas d'incidence importante sur les résultats avec le système normalisé. En effet, les échantillons avec les esters (huiles seules et mélanges) contiennent tous des particules en plus grand nombre que l'huile minérale et ont de meilleures tensions de claquage. Ceci confirme alors les résultats rapportés par LACAZE et SAMAT [39] qui montrent l'impact des particules dans les grands volumes d'huile, ce qui n'est pas le cas avec le système de la CEI 60156 (entre 300 et 400ml) ; mais aussi les résultats de VINCENT *et al.*[156] qui soulèvent le fait que les essais selon la CEI 60156 sont faiblement influencés par la pollution en particules.

| Huiles | Teneur en eau à l'ambiante (ppm) | Taille des particules (µm) | | | | |
|---------------|----------------------------------|----------------------------|---------|---------|----------|-------|
| | | 5 à 15 | 15 à 25 | 25 à 50 | 50 à 100 | > 100 |
| Nynas (A) | 5 | 4940 | 1140 | 180 | 0 | 0 |
| Midel (B) | 71 | 20280 | 5220 | 1220 | 0 | 0 |
| ProEco (C) | 42 | 21860 | 320 | 360 | 0 | 0 |
| Rhodorsil (D) | 14 | 42560 | 2320 | 420 | 0 | 0 |
| A + 20% B | 14 | 17200 | 2820 | 420 | 0 | 0 |
| A + 20% C | 19 | 6760 | 1380 | 160 | 0 | 0 |
| A + 20% D | 7 | 7420 | 1420 | 440 | 0 | 0 |
| A + 50% B | 30 | 6500 | 1640 | 380 | 0 | 0 |
| A + 50% C | 34 | 745840 | 1060 | 20 | 0 | 0 |
| A + 50% D | 9 | 3560 | 920 | 120 | 0 | 0 |

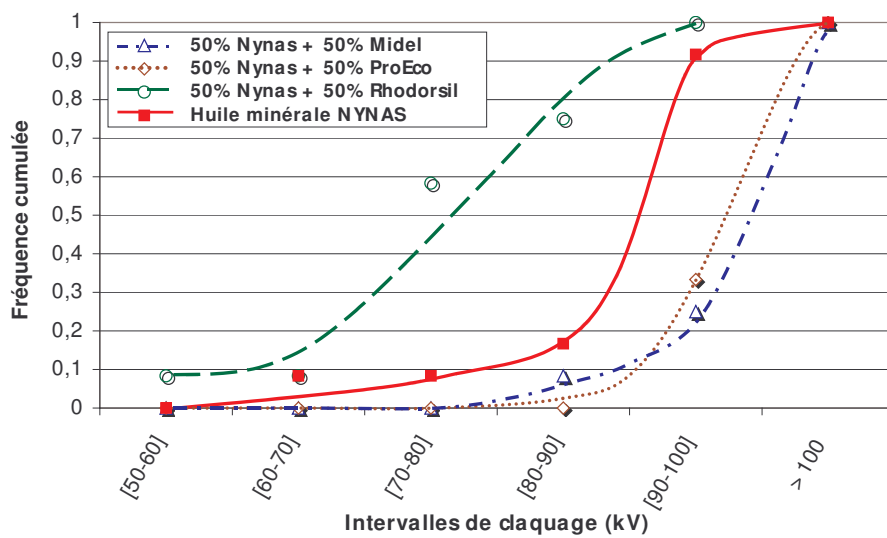
Tableau IV. 3 : Teneur en eau et répartition en taille des particules (après claquage) pour les échantillons testés



(a)



(b)



(c)

Figure IV. 10 : Probabilité de claquage en fréquence cumulée sur les huiles seules (a), les mélanges à 20% (b) et 50% (c), sur 12 mesures, avec le système normalisé

IV. 3.2.2.b Droites de HENRI

Les courbes de tendance obtenues précédemment en traçant la fonction de répartition des densités de probabilité de claquage (figure IV.10) sont très similaires à la courbe idéale de distribution normale (figure IV.9.b). On peut alors émettre l'hypothèse que le claquage des huiles et des mélanges testés suit une distribution normale. Pour s'en assurer, nous avons appliqué la formule de HENRI (équation IV.6) et vérifié que l'on obtient bien des droites. La figure IV.11 confirme que les probabilités de claquage suivent une distribution normale.

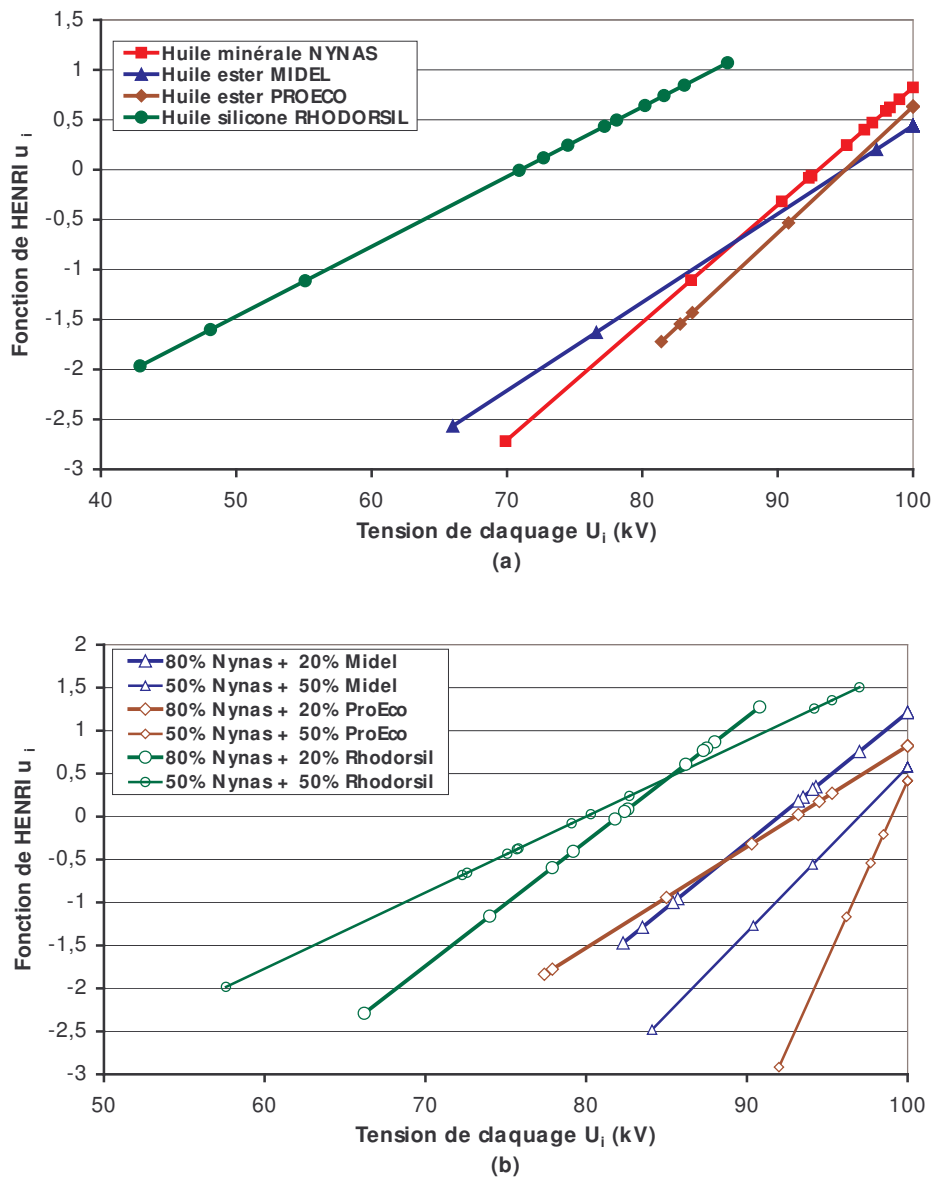


Figure IV. 11 : Droite de Henri pour les huiles seules (a) et pour les mélanges (b)

IV. 3.2.2.c Courbes de GAUSS

Les droites de HENRI obtenues (figure IV.11) confirment bien que le claquage des huiles isolantes suit une distribution normale. On peut alors appliquer la loi de probabilité la plus utilisée pour cette configuration, à savoir la loi de GAUSS (équation IV.10).

Il apparaît que les courbes obtenues sur la figure IV. 12, contrairement à celles tracées dans le § IV.3.2.2.a, figure IV. 10 , n'atteignent pas la fréquence de 1 lorsqu'elles sont tracées avec la loi GAUSS. Autrement dit, nous n'atteignons jamais la tension seuil pour laquelle 100% des échantillons testés ont claqué. Ceci peut être traduit comme suit :

- Le système d'essai que nous avons utilisé était limité à 100kV et de ce fait, les échantillons qui auraient claqué pour des tensions supérieures à 100kV ne peuvent pas apparaître sur la courbe de GAUSS. Ceci apparaît clairement sur la figure IV.12.a, avec l'huile minérale et les huiles esters qui présentent des courbes « tronquées ».
- L'échantillonnage (12 mesures) était trop faible et ne donnait pas assez de valeurs pour permettre de tracer une courbe complète. Ceci apparaît clairement avec l'huile silicone qui n'a jamais claqué au dessus de 100kV.

Ainsi, pour la suite de l'étude des probabilités de claquage, nous allons réaliser une étude sur 32 mesures afin d'obtenir des courbes de GAUSS plus complètes. Nous déterminerons aussi le coefficient de sécurité pour chaque type d'huile et chaque mélange.

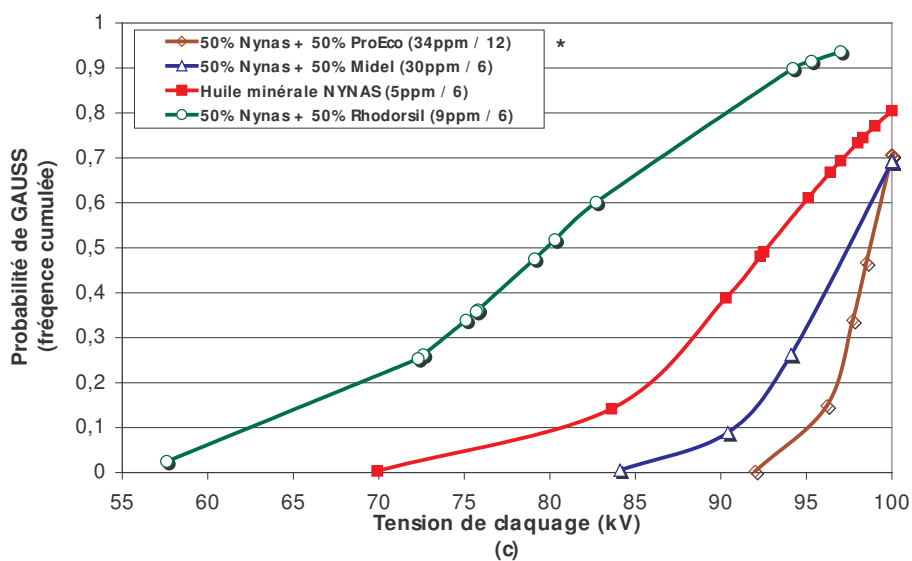
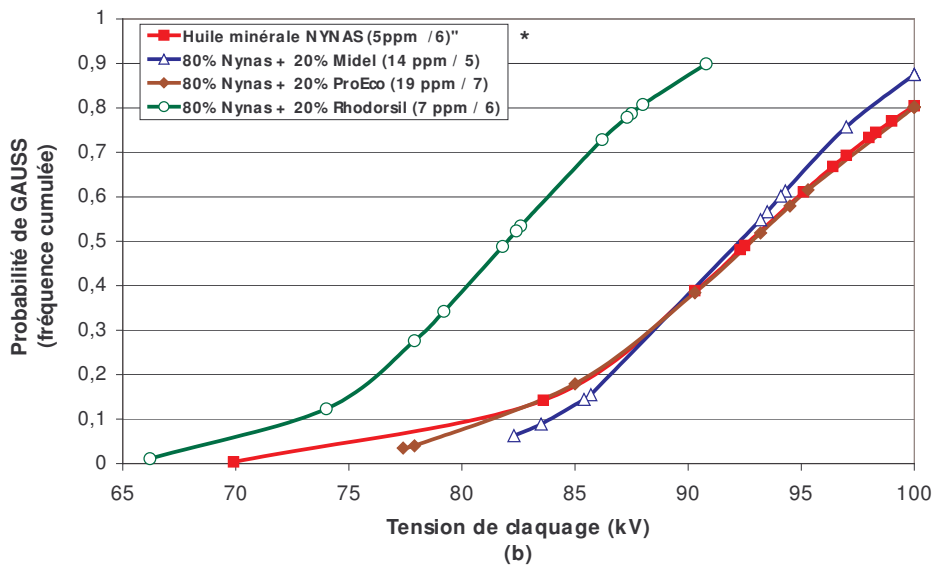
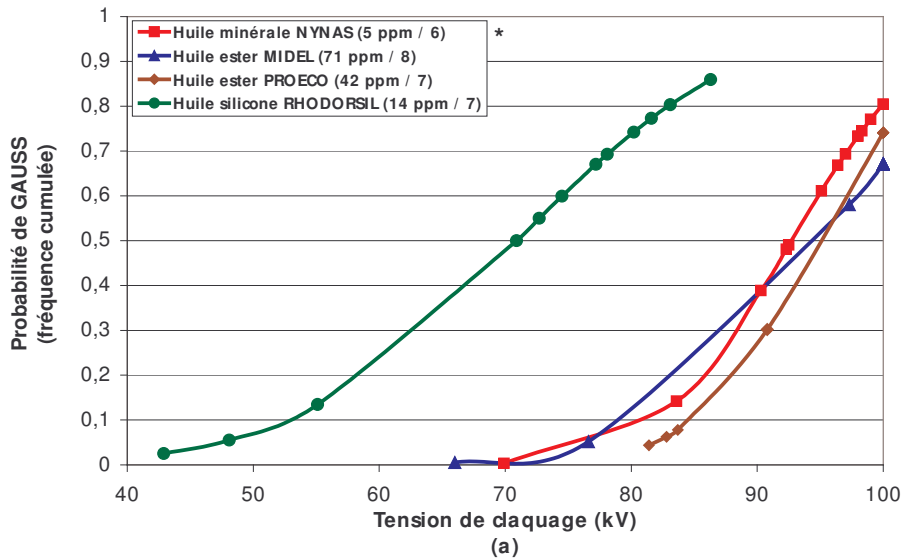


Figure IV. 12 : Probabilités de claquage selon la loi de GAUSS, pour les huiles seules (a), les mélanges à 20% (b) et les mélanges à 50% (c)

* Entre parenthèse, le premier chiffre exprimé en ppm représente la teneur en eau et le deuxième la classe de pollution

IV. 3.2.3 Etude approfondie sur 32 mesures

Nous avons réalisé l'étude des probabilités sur 32 mesures pour avoir un échantillonnage plus important et obtenir des courbes de GAUSS plus complètes.

Afin de réaliser une interprétation plus précise, nous avons effectué les analyses suivantes :

- la teneur en eau (en ppm) et la classe de pollution particulaire, indiquées dans la légende sur chaque graphique des courbes de GAUSS (figure IV.13);
- la répartition des particules en tailles et nombre (tableau IV.4);
- une analyse de la nature des particules métalliques (figure IV.14).

Les résultats obtenus (figure IV.13) confirment le bon comportement du mélange entre l'huile minérale et l'huile ester synthétique. Plus particulièrement, le mélange à 20% apparaît comme un très bon compromis pour améliorer la tenue à l'amorçage de l'huile minérale. Ils nous indiquent aussi que la loi des mélanges n'est pas suivie. En effet, les mélanges à 20% donnent des valeurs pratiquement aussi bonnes que les huiles esters seules.

L'huile minérale, l'huile silicone et les mélanges avec l'huile silicone apparaissent comme ayant les moins bonnes probabilités de claquage. Ceci peut s'expliquer en partie par le fait que ces échantillons possèdent tous des particules de dimensions comprises entre 50 et 100 μ m (tableau IV.4), probablement dues à une pollution lors des essais. Néanmoins, les échantillons comme l'huile ester ProEco et le mélange à 50% avec l'huile ester Midel qui en contiennent le même nombre, présentent une bonne probabilité de claquage, confirmant ainsi que l'huile silicone et l'huile minérale sont moins performantes « intrinsèquement » en tenue diélectrique, malgré leur faible teneur en particules.

Lorsque l'on regarde la figure IV.14 qui représente la répartition des particules métalliques en fonction de leur nature, on peut s'apercevoir que l'huile silicone possède un très grand nombre de particules de silicium, qui pourrait alors justifier le fait que cette dernière et ses mélanges donnent des valeurs maximales de claquage inférieures aux autres échantillons. Ceci se manifeste par l'obtention de courbes de GAUSS complètes et non tronquées à la différence des autres échantillons qui ont des valeurs de claquage supérieures à 100kV (mais non déterminées car notre système était limité à 100kV).

Enfin, les coefficients de sécurité calculés avec la formule de GAUSS (équation IV.10) indiquent l'optimisation que peuvent apporter les huiles esters (à 20%) en tant qu'additif à l'huile minérale. Cependant, ces résultats de coefficient de sécurité sont à prendre avec précaution. En effet, la présence de particules de taille comprise entre 50 et 100 μ m dans l'huile minérale et qui ne le sont pas dans les mélanges à 20%, ont pu amener un faible coefficient de sécurité (même si ce n'est pas le cas pour le mélange avec 50% d'ester...).

| Huiles | Taille des particules (μ m) | | | | |
|---------------|----------------------------------|-----------------|-----------------|------------------|---------------|
| | 5 à 15 μ m | 15 à 25 μ m | 25 à 50 μ m | 50 à 100 μ m | > 100 μ m |
| Nynas (A) | 4400 | 620 | 40 | 20 | 0 |
| Midel (B) | 5440 | 820 | 140 | 0 | 0 |
| ProEco (C) | 8800 | 1180 | 160 | 20 | 0 |
| Rhodorsil (D) | 37860 | 1420 | 280 | 20 | 0 |
| A + 20% B | 4240 | 440 | 180 | 0 | 0 |
| A + 20% C | 109140 | 560 | 40 | 0 | 0 |
| A + 20% D | 7380 | 70 | 160 | 40 | 0 |
| A + 50% B | 5180 | 520 | 260 | 20 | 0 |
| A + 50% C | 212620 | 880 | 140 | 0 | 0 |
| A + 50% D | 11760 | 960 | 240 | 20 | 0 |

Tableau IV. 4 : Répartition des particules en taille et en nombre pour les échantillons testés, après claquage

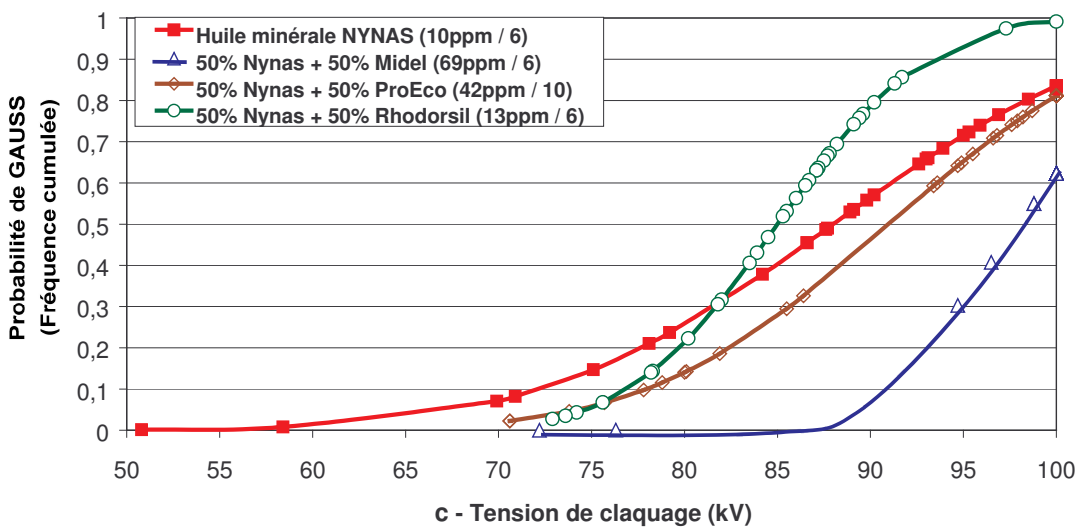
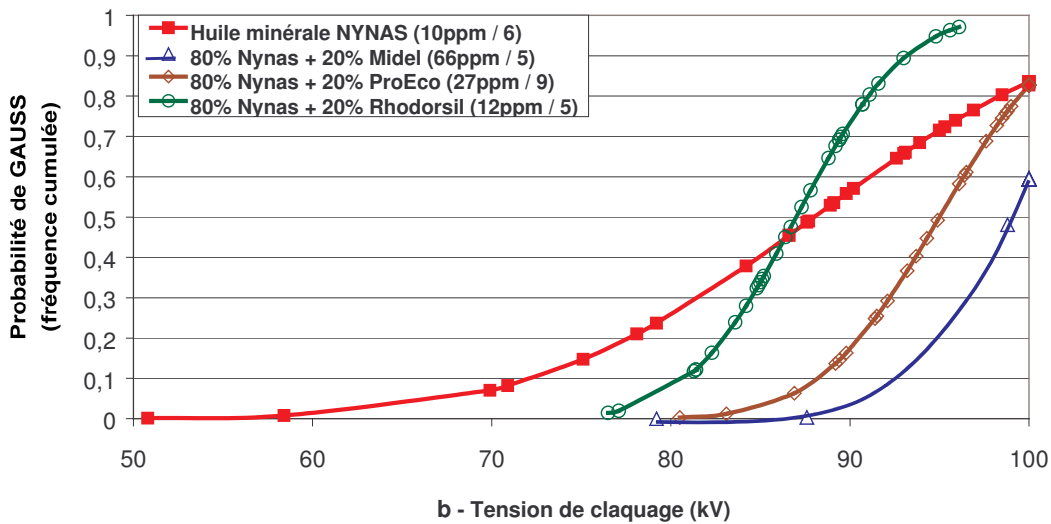
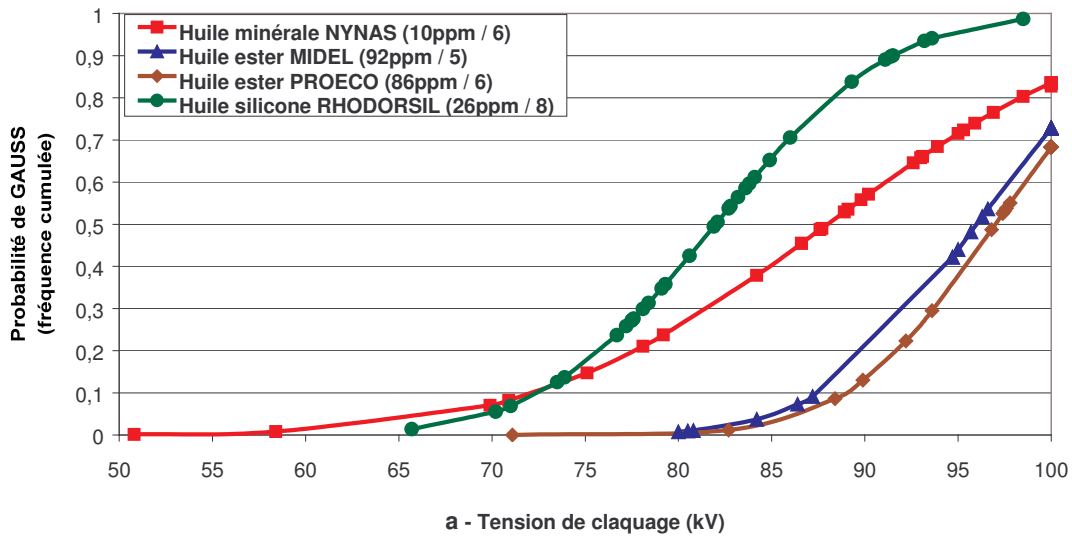


Figure IV. 13 : Evolution de la tension de claquage suivant la probabilité de GAUSS, pour les huiles seules (a), les mélanges à 20% (b) et les mélanges à 50% (c)

* Entre parenthèse, le premier chiffre exprimé en ppm représente la teneur en eau et le deuxième la classe de pollution

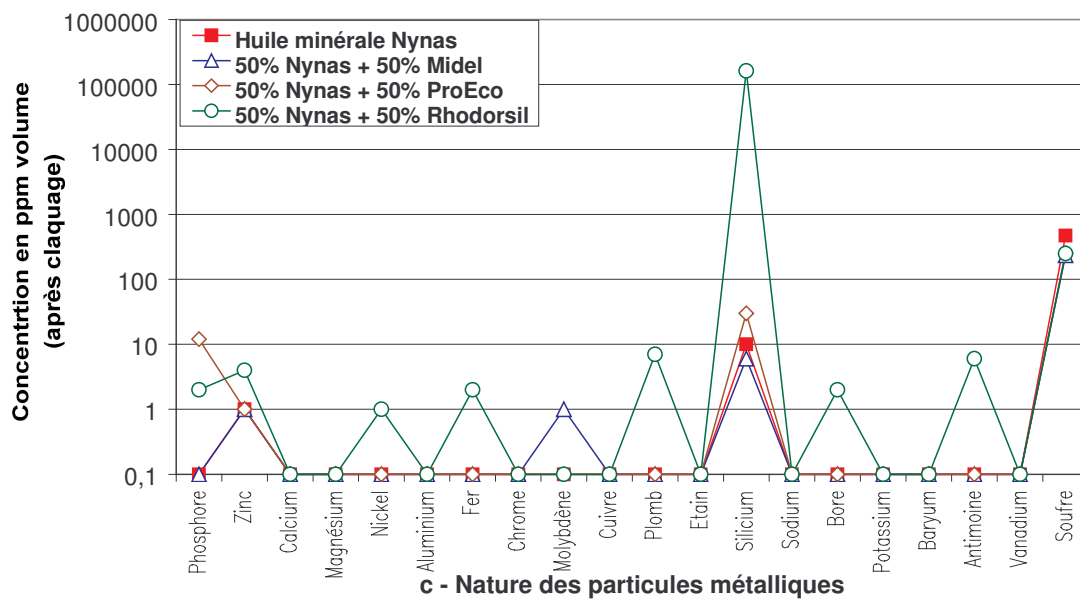
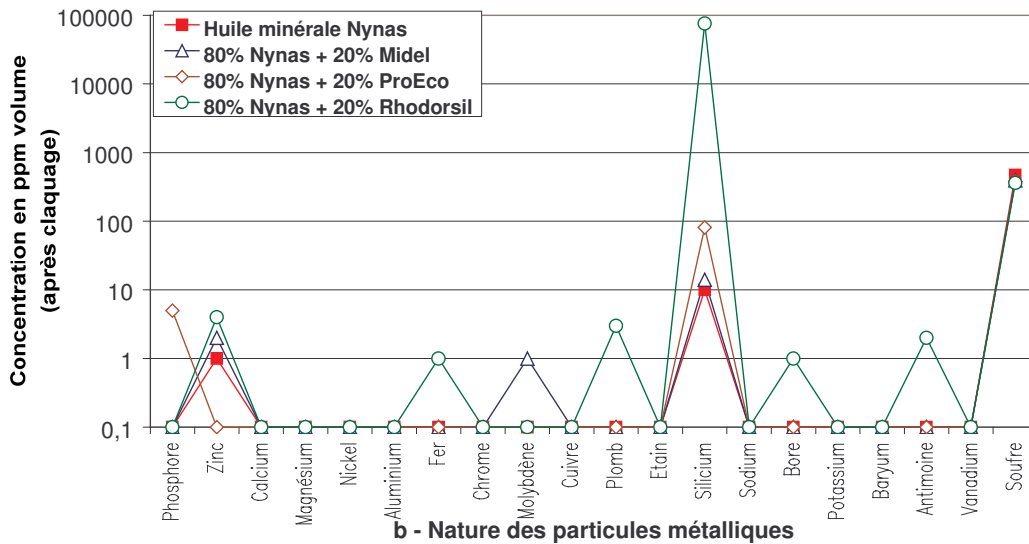
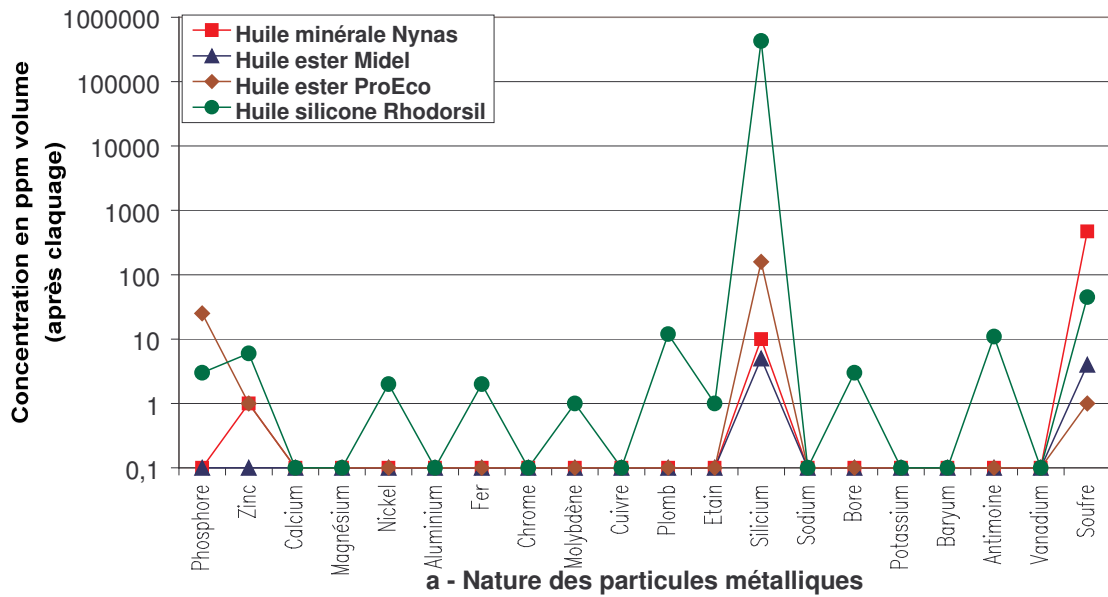


Figure IV. 14 : Répartition de la nature des particules métalliques dans les huiles seules (a), les mélanges à 20% (b) et les mélanges à 50% (c)

| Produits | Coefficient de sécurité calculé (kV) |
|--------------------------|--------------------------------------|
| Huile minérale Nynas | 50 |
| Huile ester Midel | 76 |
| Huile ester ProEco | 78 |
| Huile silicone Rhodorsil | 59 |
| Nynas + 20% Midel | 86 |
| Nynas + 20% ProEco | 79 |
| Nynas + 20% Rhodorsil | 72 |
| Nynas + 50% Midel | 78 |
| Nynas + 50% ProEco | 59 |
| Nynas + 50% Rhodorsil | 66 |

Tableau IV. 5 : *Coefficient de sécurité calculé selon la loi de GAUSS pour les huiles et les mélanges*

IV. 3.2.4 Conclusion

Les résultats expérimentaux ci-dessus nous ont permis de démontrer que la tension de claquage des huiles isolantes, déterminée selon la méthode de la norme CEI 60156, suit une distribution normale. Les probabilités de claquage peuvent alors être étudiées suivant la loi de GAUSS en prenant un échantillonnage suffisamment grand ($n > 30$).

Les résultats obtenus ont aussi montré que les huiles esters synthétiques présentent des tensions de claquage respectivement plus élevées que l'huile minérale et l'huile silicone ; elles permettent également d'optimiser la tenue diélectrique de l'huile minérale, même en faible pourcentage (20%), sans suivre la loi des mélanges. Ces résultats confirment les travaux menés par FOFANA *et al.* [117] et sont liés au fait que les esters ont une plus faible sensibilité à l'humidité que les autres liquides testés.

IV. 3.3 Analyse des gaz dissous

Il apparaît que le gaz le plus représentatif du claquage détecté dans le cas de la cellule normalisée (bien qu'il soit en quantité très faible) est l'acétylène (C_2H_2), comme représenté sur les figures IV.15 et IV.16, et comme indiqué dans les données bibliographiques (c. f. § I.5.1, tableau I.5 [25]). La faible quantité de gaz produit est lié au fait que l'arc est automatiquement coupé dès son apparition, et que le nombre de claquages est très faible.

Bien que les quantités de gaz formés et le nombre de claquages soient faibles, on peut noter que l'huile minérale est celle qui génère le plus de C_2H_2 alors que l'huile silicone est la plus stable en ne produisant pas d'acétylène, ce qui confirme les résultats rapportés dans la littérature (c. f. § II.1.4.1, figure II.12 [119]). Par contre, il apparaît que les mélanges à 20% ne permettent pratiquement pas de diminuer la génération d'acétylène dans l'huile minérale (figure IV. 16), en donnant des valeurs presque équivalentes à celle dans l'huile minérale seule. Le point intéressant à retenir de ces analyses est que les mélanges, notamment les mélanges avec les esters synthétiques, n'affectent pas les propriétés de l'huile minérale vis à vis de la génération des gaz.

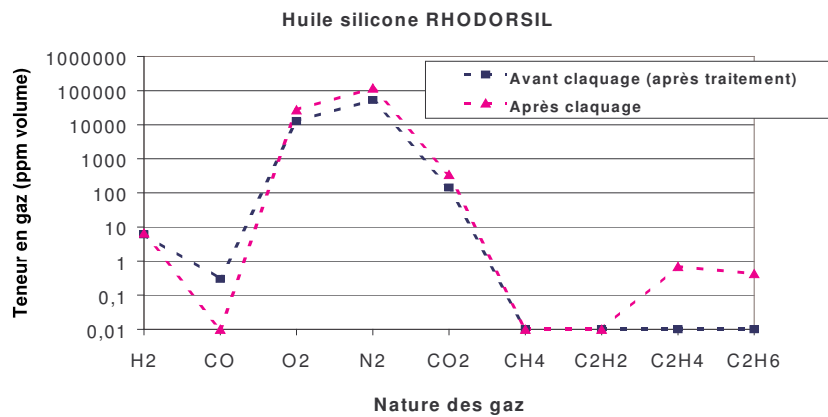
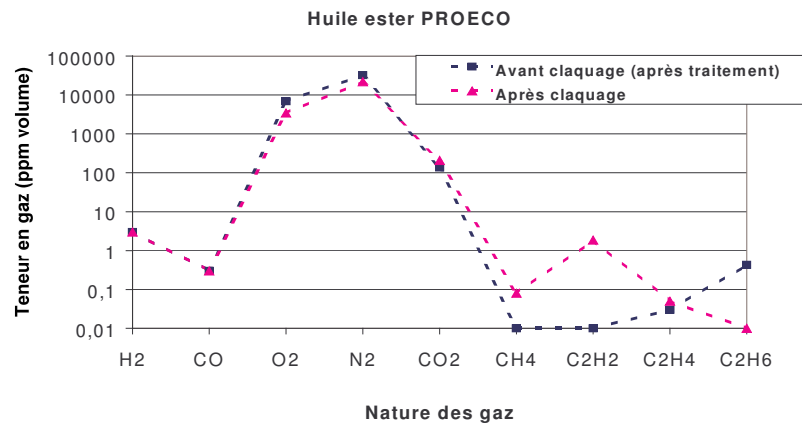
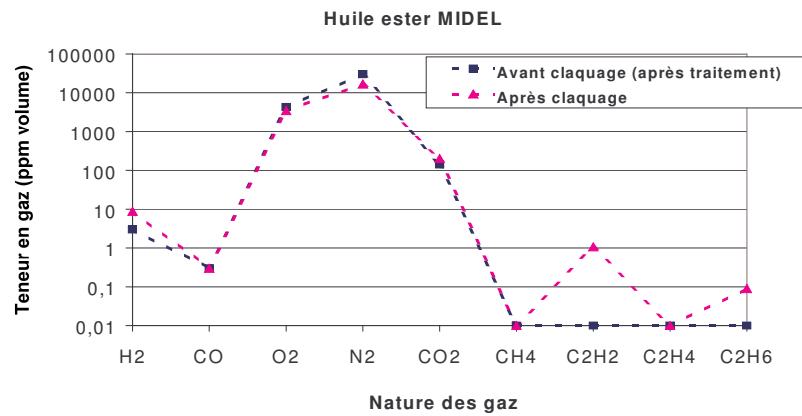
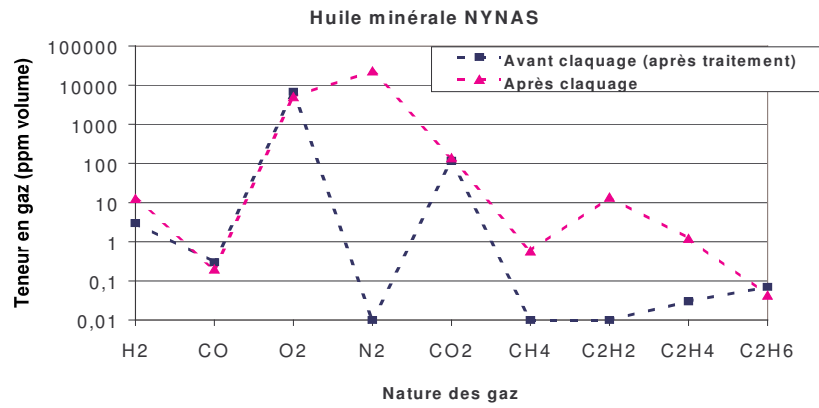


Figure IV. 15 : Evolution de la teneur en gaz dissous avant et après le claquage (12 mesures), sur les huiles seules

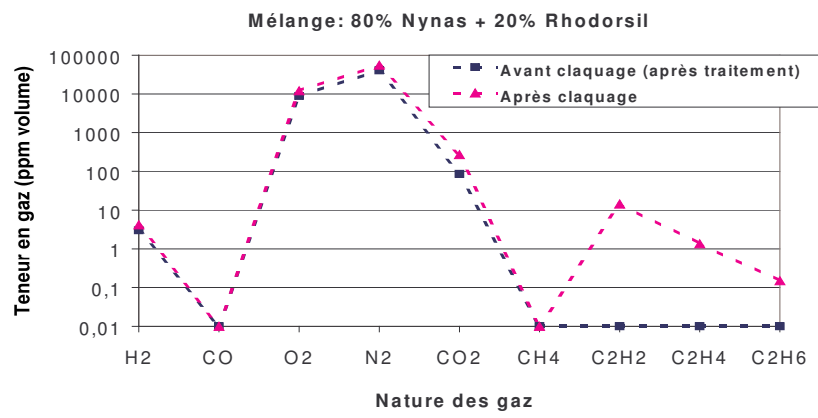
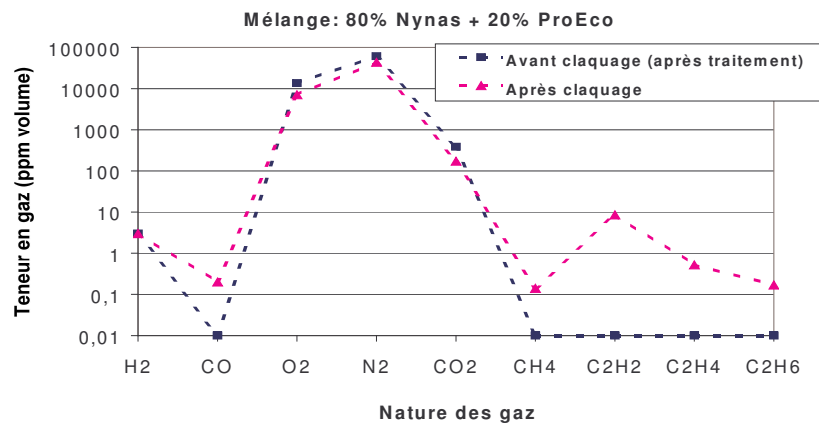
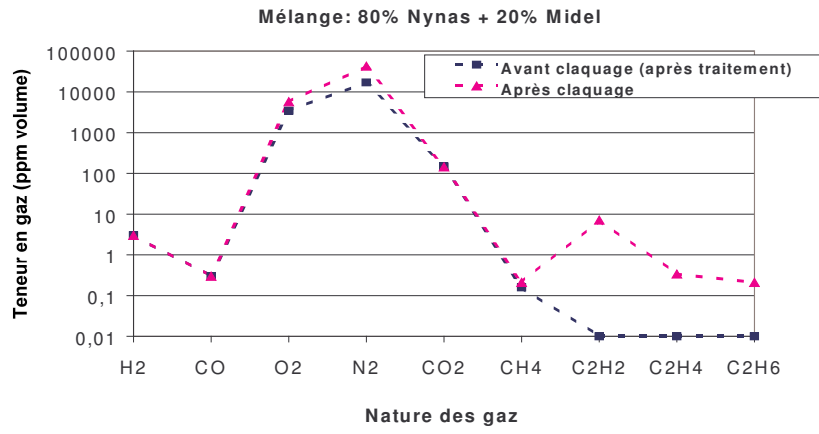


Figure IV. 16 : Evolution de la teneur en gaz dissous avant et après le claquage (12 mesures), sur les mélanges à 20%

IV. 3.4 Conclusion

Au travers des différentes étapes et des essais effectués dans cette étude, nous avons pu noter que l'humidité est le facteur d'influence prépondérant sur la tenue diélectrique des huiles isolantes, alors que l'influence des particules de taille inférieure à 50 μ m est relativement moins importante sur la tension de claquage mesurée selon la norme CEI 60156.

Les résultats expérimentaux ont permis de montrer que le claquage des huiles isolantes suit une distribution normale qui peut être étudiée au moyen des probabilités de GAUSS pour un échantillonnage important ($n > 30$).

Nous avons également mis en évidence le fait que les huiles esters synthétiques ont respectivement une tenue diélectrique meilleure que l'huile minérale et l'huile silicone. La meilleure tenue diélectrique des huiles esters est justifiée par leur meilleure affinité avec l'eau alors que la moins bonne tenue diélectrique de l'huile silicone semble être due à la présence importante de particules de silicium.

Le point le plus intéressant à souligner est que l'ajout d'ester (et même à 20% en masse) permet d'améliorer de façon significative la tension de claquage de l'huile minérale. Ceci est lié au fait que l'huile ester permet de diminuer l'influence de l'humidité sur l'huile minérale. Ces observations montrent ainsi que la loi des mélanges ne s'applique pas pour cette propriété qui en fait est essentiellement dictée par l'affinité de l'huile pour l'eau (la pollution en particules et en gaz étant faible).

Ce résultat est d'autant plus intéressant que dans la partie précédente (§ IV.2), nous avons montré que l'ajout de 20% d'ester ne dégradait pas la bonne viscosité de l'huile minérale.

IV. 4 Etude du vieillissement

Cette étude comporte diverses analyses pour essayer d'avoir une large vue du comportement des huiles et des mélanges (en tant qu'additif à 20%) face au vieillissement. Notre travail est principalement centré sur une étude empirique à partir de laquelle on tente d'analyser la stabilité ou plutôt la sensibilité à la dégradation des huiles par des mesures d'acidité, de $\tan \delta$, de gaz dissous et de tension de claquage. Les analyses sur le papier nous permettent quant à elle de noter l'influence éventuelle des liquides sur son vieillissement.

Pour se faire, nous avons réalisé deux sortes d'essais (c. f. § III.2.4.1) :

- des essais suivant la norme ASTM D1934 [145] (96h à 115°C, sous atmosphère ambiante), dans différentes conditions, afin d'avoir des résultats exploitables et représentatifs pour les industriels ;
- des essais plus poussés, en gardant la base de la norme ASTM D1934 (à 115°C, sous atmosphère ambiante) pendant 500h, pour voir les limites éventuelles des huiles et des mélanges.

IV. 4.1 *Evolution de l'acidité et du facteur de dissipation (tan delta)*

IV. 4.1.1 Essais pendant 96h (ASTM D1934)

Les résultats obtenus (figure IV.17.a et IV.17.b) indiquent que l'huile silicone est la plus stable aux vieillissements réalisés, en gardant des valeurs d'acidité et de $\tan \delta$ pratiquement constantes. A l'inverse, l'huile minérale est la plus sensible avec une nette augmentation, par comparaison aux autres échantillons et notamment en présence de cuivre catalytique. Ces résultats montrent que l'huile minérale a tendance à s'oxyder plus rapidement en formant des

acides carboxyliques (c. f. § I.2.1.1.a, figure I.6). On peut souligner aussi, que l'augmentation de $\tan \delta$ en présence de cuivre, est plus ou moins marquée pour tous les échantillons, excepté pour l'huile silicone.

Les huiles esters, qui ont une meilleure stabilité au vieillissement que l'huile minérale, permettent de diminuer la dégradation de cette dernière. Plus particulièrement, l'huile ester Midel forme un très bon compromis en mélange (à 20%) avec l'huile minérale Nynas, amenant de très faibles variations de l'acidité et de $\tan \delta$.

L'huile silicone, qui seule a un très bon comportement au vieillissement, n'apporte pas d'effets particulièrement bénéfiques à l'huile minérale, notamment en présence de papier, en donnant une importante valeur d'acidité.

Ces résultats montrent ainsi que la loi des mélanges ne s'applique pas pour l'évolution des propriétés d'acidité et de $\tan \delta$ au cours du vieillissement, démontrant ainsi que les mélanges d'huiles sont le siège d'interactions.

La figure IV.18 montre que malgré l'inhomogénéité de température dans l'étuve, l'huile minérale (qui vieillit aux températures les plus basses) ne se dégrade pas plus à cause d'une différence de température trop importante, mais bien de part sa nature. Cette figure montre aussi que la température, dans la plupart des cas, n'est pas responsable des différences de résultats entre les différents échantillons. En effet, pour le vieillissement avec le cuivre catalytique, tous les échantillons (excepté l'huile silicone, mais qui demeure malgré tout la plus stable) se trouvent dans la même plage de température. Pour le vieillissement en présence de papier, on peut soupçonner que la température a catalysé la réaction d'oxydation du mélange avec 20% d'huile silicone, car c'est le seul échantillon à base d'huile minérale qui vieillit à une telle température (120°C).

La figure IV.17.(a) soulève aussi le fait que le papier Kraft participerait à l'augmentation de l'acidité soluble dans l'huile minérale comme indiqué par D. DHIBA [13].

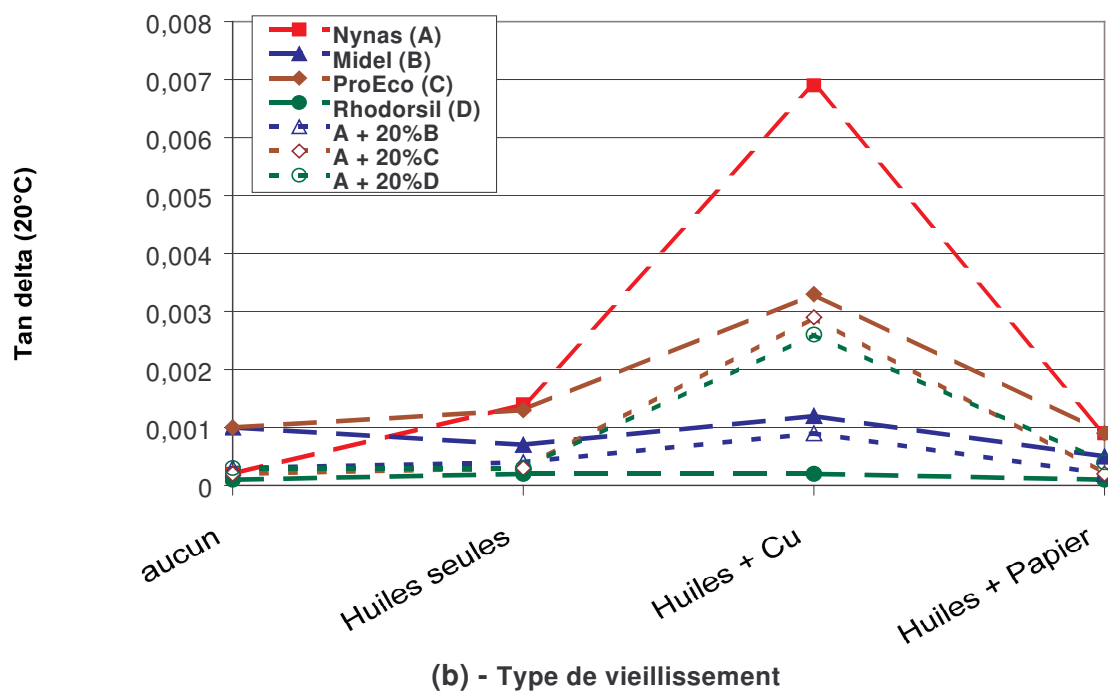
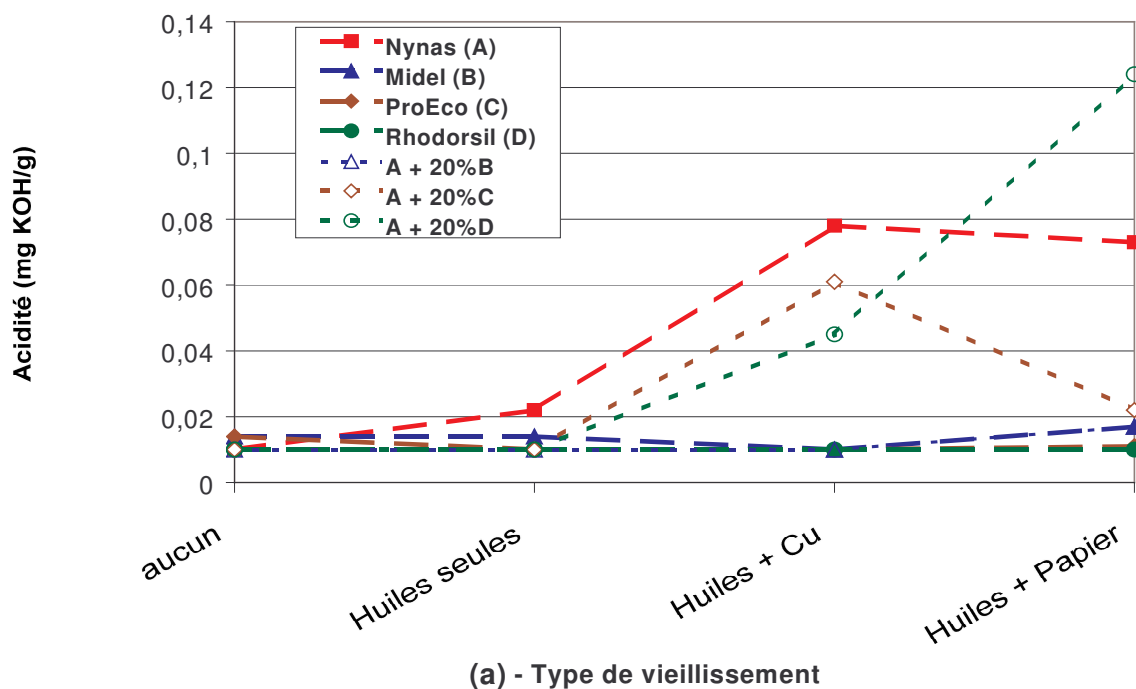


Figure IV. 17 : Evolution de l'acidité (a) et de tan delta (b) en fonction des différents types de vieillissement, suivant la norme ASTM D1934 (96h à 115°C)

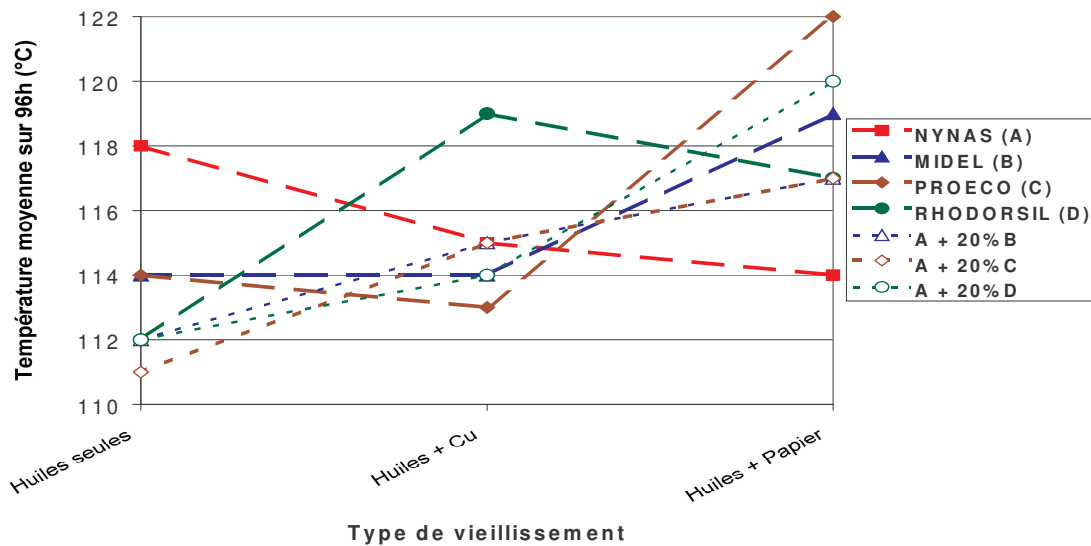


Figure IV. 18 : Température moyenne réelle des échantillons lors des différents vieillissements

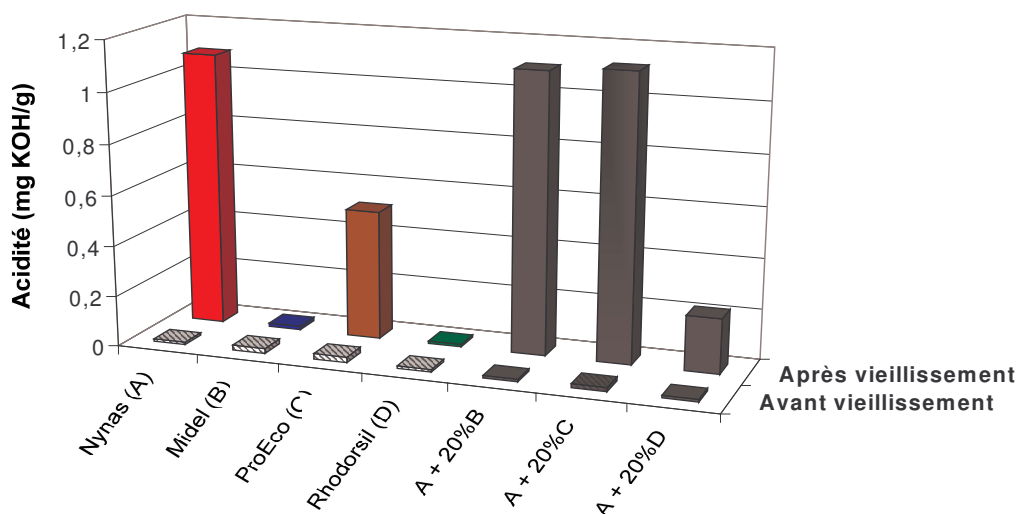
IV. 4.1.2 Essai pendant 500h

Dans ce vieillissement, réalisé sur une période plus longue en présence de cuivre et de papier de transformateur (pour s'approcher des conditions réelles), il apparaît (figure IV.19) que l'huile silicone reste toujours la plus stable, alors que les mélanges d'huile minérale avec les esters synthétiques qui apparaissaient comme intéressants selon l'essai normalisé, se dégradent autant que l'huile minérale seule. Ainsi, les mélanges à 20% d'ester ont des limites; cependant il faut noter que cet essai de 500h sous atmosphère ambiante est loin des conditions réelles d'utilisation de l'huile de transformateur. Il serait alors maladroit de dire que les esters n'ont pas d'effet bénéfique sur le vieillissement de l'huile minérale.

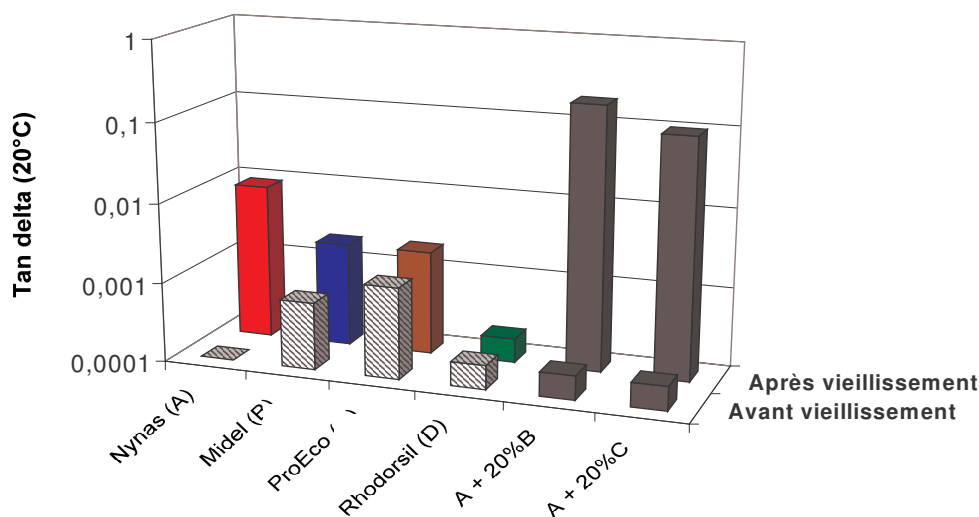
Le mélange avec 20% d'huile silicone présente aussi une augmentation de l'acidité, mais relativement basse comparée à celle de l'huile minérale et des mélanges avec les esters. Ainsi, pour un essai plus sévère, qui toutefois s'éloigne des conditions d'utilisation, la bonne stabilité de l'huile silicone apparaîtrait comme bénéfique à l'huile minérale.

Outre le fait que le vieillissement soit plus long, la présence de cuivre de transformateur crée une augmentation plus ou moins importante de $\tan \delta$ pour tous les échantillons (figure IV.19.b), excepté l'huile silicone.

Il est intéressant de noter aussi que l'huile ester Midel a une stabilité relativement bonne face aux autres types d'huile et est meilleure que l'huile ester ProEco.



a - Nature des huiles et des mélanges



b - Nature des huiles et des mélanges

Figure IV. 19 : Evolution de l'acidité (a) et de $\tan \delta$ (b) avant et après vieillissement à 115°C pendant 500h sous atmosphère ambiante

IV. 4.2 Analyse de la teneur en eau

La teneur en eau constitue un paramètre important dans la dégradation d'une huile et notamment dans l'altération de ses propriétés diélectriques. Cependant, en réalisant un vieillissement en contact avec l'atmosphère ambiante, on ne peut que s'attendre à un changement de teneur en eau, plus lié à un échange entre l'air et l'huile qu'à une cause directement liée à l'altération de l'huile. Ainsi, les valeurs indiquées dans le tableau III.6 sont essentiellement présentées à titre de contrôle (pour vérifier que les échantillons ne se trouvent pas dans des conditions aux limites de leur saturation en eau), mais aussi pour nous permettre de noter comment les différents types d'huile et les mélanges réagissent durant le vieillissement au contact de l'air ambiant.

Il apparaît (tableau IV.6) que la teneur en eau de l'huile minérale, de l'huile silicone et des mélanges augmente systématiquement au cours des différents vieillissements. Les mélanges absorbent plus d'eau que l'huile minérale et prouvent ainsi que l'addition de produits ayant une meilleure affinité avec l'eau permettent d'augmenter la solubilité de l'eau dans l'huile minérale. En présence de papier, on peut noter que l'augmentation de la teneur en eau est légèrement supérieure. Pour un temps de vieillissement plus long, la teneur en eau augmente de façon plus importante (par différence avec sa valeur avant vieillissement). Ceci s'explique par le fait que les échantillons sont en contact plus longtemps avec l'humidité de l'air ambiant et en absorbent donc plus.

L'évolution de la teneur en eau dans les esters est beaucoup plus mitigée. Excepté, lors du vieillissement à 500h où les évolutions pour les deux esters sont contradictoires, on peut constater que ce type d'huile tend à s'équilibrer avec l'humidité de l'air ambiant. Ainsi, pour des teneurs en eau relativement élevées, la valeur diminue et inversement lorsque ces dernières sont relativement faibles.

| Produits | Teneur en eau à l'ambiante (ppm) | | | | | | | |
|------------------------------|----------------------------------|-----|-----------------------------------|-----|-----------------------------|-----|---------------------------------|-----|
| | Huiles seules (96h) | | Huiles + Cuivre catalytique (96h) | | Huiles + Papier Kraft (96h) | | Huiles + Cuivre et Kraft (500h) | |
| | av. | ap. | av. | ap. | av. | ap. | av. | ap. |
| Huile minérale Nynas(A) | 6 | 13 | 25 | 38 | 8 | 18 | 3 | 36 |
| Huile ester Midel (B) | 103 | 62 | 287 | 222 | 43 | 84 | 155 | 114 |
| Huile ester ProEco (C) | 79 | 85 | 305 | 259 | 37 | 109 | 101 | 208 |
| Huile silicone Rhodorsil (D) | 19 | 32 | 35 | 79 | 6 | 20 | 24 | 60 |
| A + 20% B | 15 | 29 | 68 | 85 | 19 | 36 | 19 | 89 |
| A + 20% C | 13 | 36 | 72 | 100 | 12 | 33 | - | 106 |
| A + 20% D | 9 | 20 | 20 | 51 | 4 | 12 | 16 | 46 |

Tableau IV.6 : Evolution de la teneur en eau des différents échantillons, avant (av.) et après (ap.) les différents vieillissements

IV. 4.3 Evolution de la teneur en gaz dissous

Il apparaît (figure IV. 20 et IV. 21) que les principaux gaz générés dans l'huile au cours du vieillissement 1 effectués sur les produits seuls, selon la norme ASTM D1934 [145], sont l'oxygène (O₂), l'azote (N₂) et le dioxyde de carbone (CO₂). Les gaz O₂ et N₂ proviennent de l'air atmosphérique, alors que le CO₂ est directement relié à la dégradation de l'huile en présence d'air [47]. On peut noter que seule l'huile minérale produit une quantité plus importante de CO₂ après le vieillissement par rapport à sa teneur d'origine; et que cette quantité n'est pas diminuée lorsque cette dernière est en mélange avec les autres types d'huile.

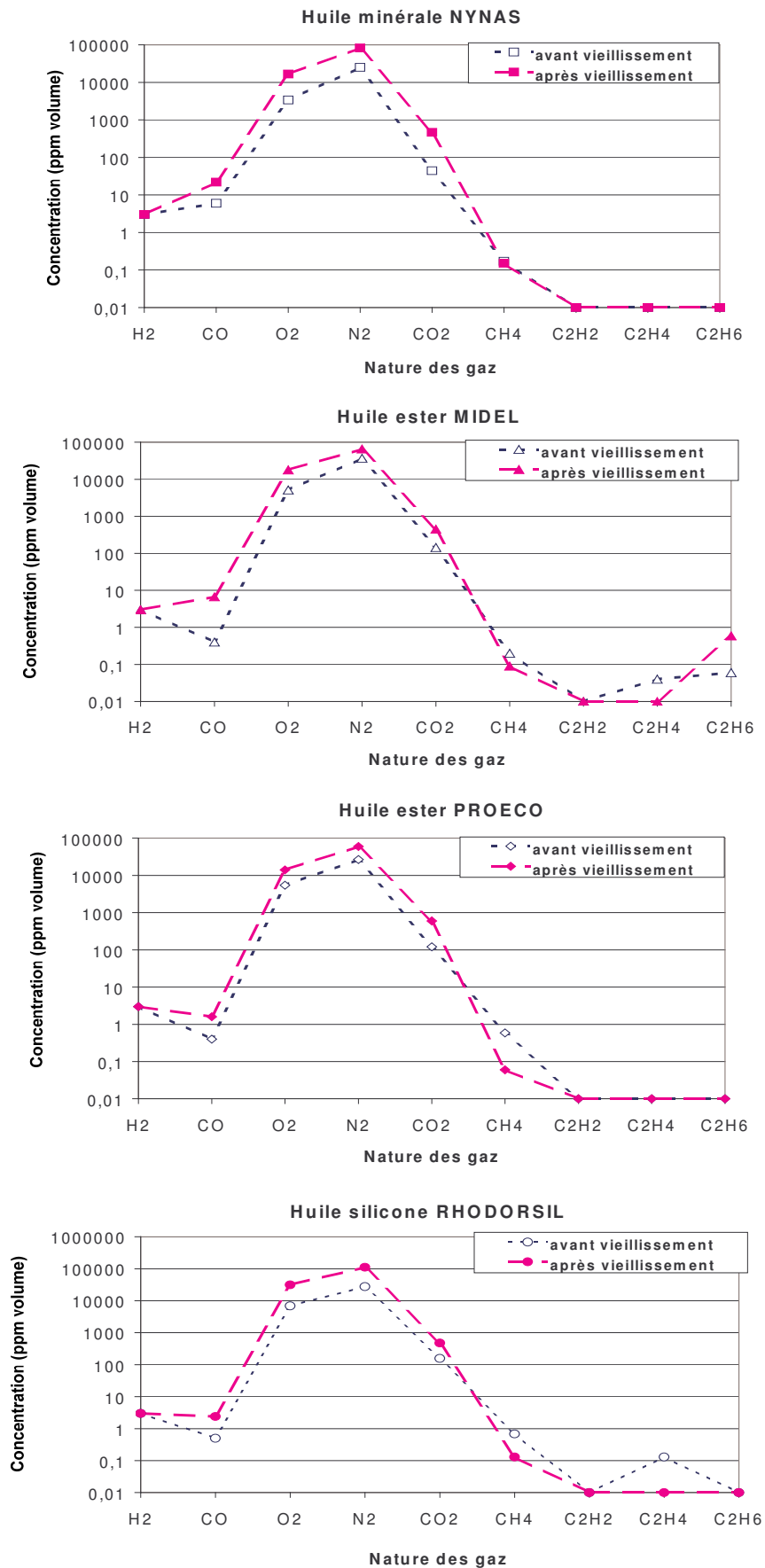


Figure IV. 20 : Teneur en gaz dissous pour les différents types d'huile, avant et après le vieillissement 1 (sur les huiles seules)

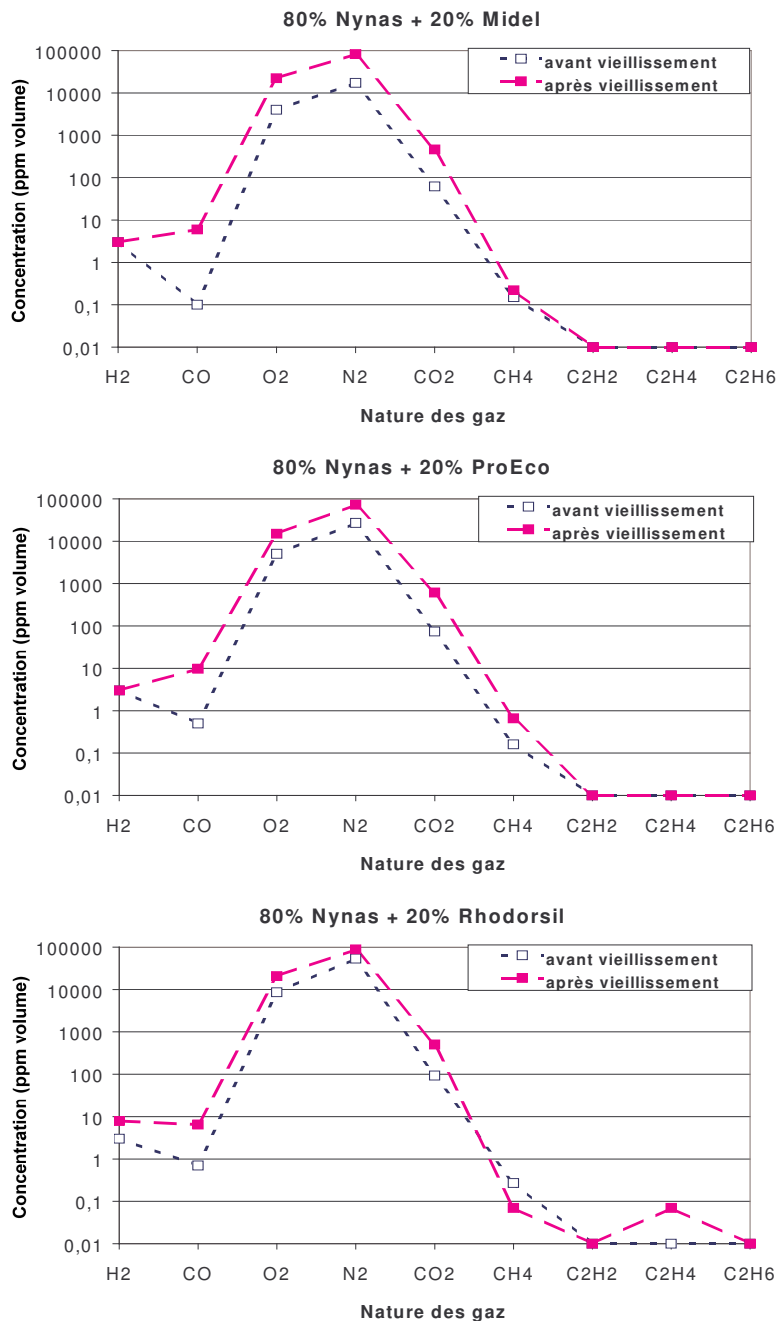


Figure IV. 21 : Teneur en gaz dissous pour les différents mélanges à 20%, avant et après le vieillissement 1 (sur les mélanges)

IV. 4.4 Evolution de la tension de claquage

Le vieillissement réalisé selon la norme ASTM D1934, sur les échantillons seuls, abaisse considérablement la tension de claquage de l'huile minérale et de l'huile silicone, alors que

son influence est beaucoup plus réduite sur les esters synthétiques (figure IV.22.a). L'ajout de 20% d'ester à l'huile minérale, est bénéfique à cette dernière en lui permettant de garder une bonne tension de claquage après vieillissement (figure IV.22.b). En revanche, l'huile ester ProEco a un effet moins favorable que l'huile ester Midel, mais reste meilleure que celui de l'huile silicone. Les tableaux IV.7 et IV.8 permettent de noter que la répartition des particules en taille et en nombre, reste dans des valeurs correctes et identiques pour chaque échantillon, et a donc peu d'influence sur cette baisse de tension de claquage. La teneur en eau qui est convenable (bien en deçà de la saturation), doit cependant être en partie responsable de cette baisse de tenue diélectrique et notamment pour l'huile minérale qui est très sensible à ce facteur et voit sa valeur doubler (de 6 à 13ppm). La baisse de tension de claquage pour l'huile silicone est moins marquée, car cette dernière est moins sensible à l'humidité (en ayant une plus forte solubilité de l'eau) que l'huile minérale. Ainsi, la meilleure affinité des esters pour l'eau leur permet de conserver une bonne tension de claquage après vieillissement et d'améliorer (en tant qu'additif à 20%) la tenue diélectrique de l'huile minérale face au vieillissement. Ces résultats confirment le fait que la loi des mélanges n'est pas du tout suivie, en présentant des valeurs pour les mélanges à 20% d'ester, tout aussi élevées que pour les huiles esters seules.

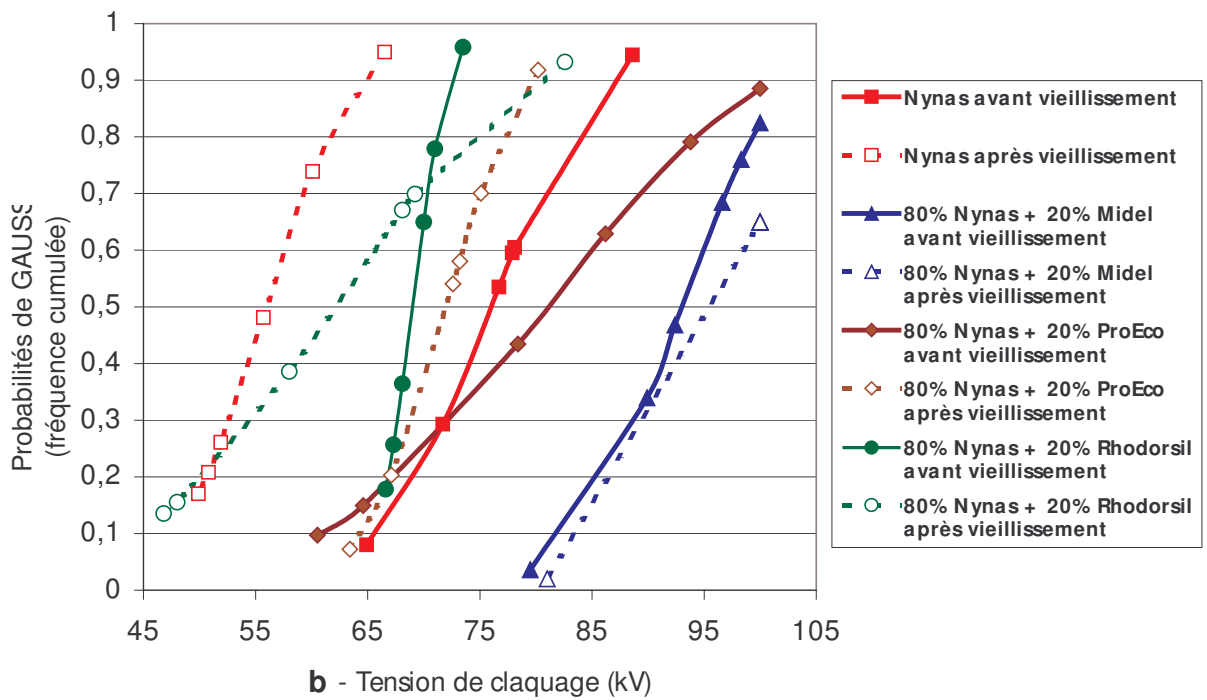
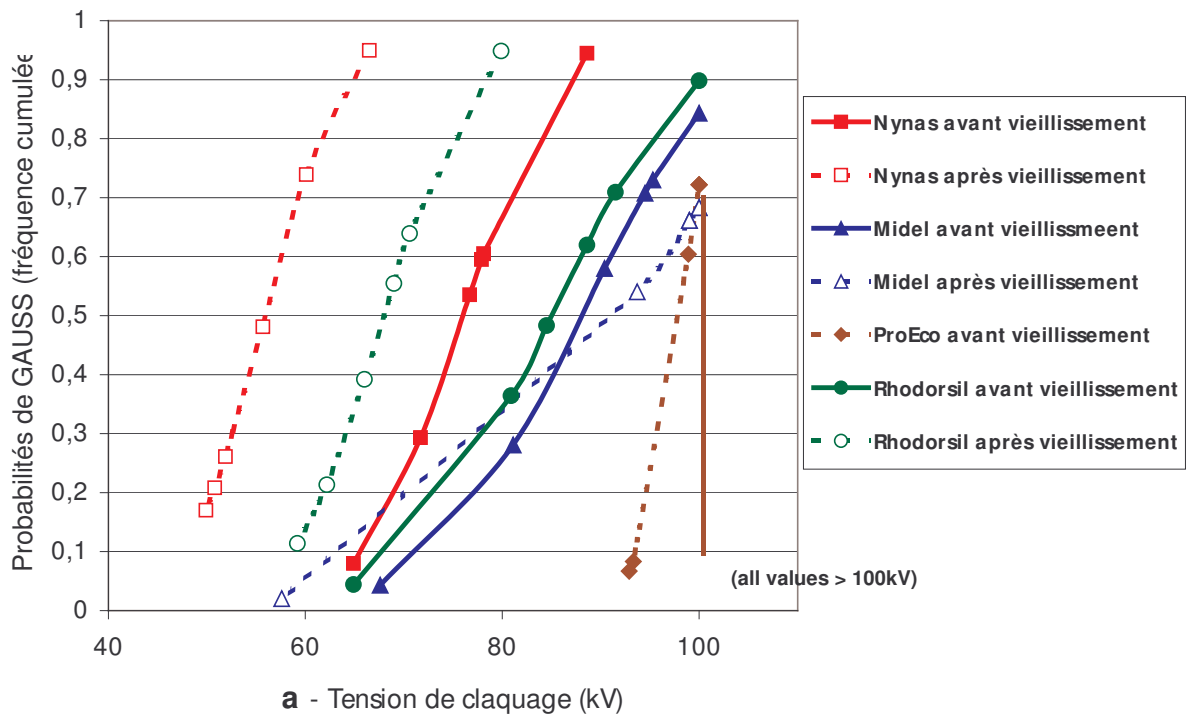


Figure IV. 22 : Probabilité de tension de claquage (sur 6 mesures) avant et après vieillissement 1 (huiles seules), pour chaque type d'huile (a) et les mélanges (b)

| Huiles | Teneur en eau à l'ambiante (ppm) | Taille des particules (µm) | | | | |
|---------------|----------------------------------|----------------------------|---------|---------|----------|-------|
| | | 5 à 15 | 15 à 25 | 25 à 50 | 50 à 100 | > 100 |
| Nynas (A) | 6 | 6800 | 1980 | 440 | 0 | 0 |
| Midel (B) | 103 | 7460 | 740 | 180 | 0 | 0 |
| ProEco (C) | 81 | 6300 | 760 | 100 | 0 | 0 |
| Rhodorsil (D) | 19 | 6920 | 380 | 120 | 0 | 0 |
| A + 20% B | 15 | 6340 | 700 | 160 | 0 | 0 |
| A + 20% C | 13 | 8880 | 1000 | 400 | 0 | 0 |
| A + 20% D | 9 | 10020 | 1060 | 320 | 0 | 0 |

Tableau IV. 7 : Teneur en eau et pollution particulaire des huiles et des mélanges, avant le vieillissement 1 (huiles seules)

| Huiles | Teneur en eau à l'ambiante (ppm) | Taille des particules (µm) | | | | |
|---------------|----------------------------------|----------------------------|---------|---------|----------|-------|
| | | 5 à 15 | 15 à 25 | 25 à 50 | 50 à 100 | > 100 |
| Nynas (A) | 13 | 5260 | 920 | 200 | 0 | 0 |
| Midel (B) | 62 | 6420 | 1040 | 160 | 0 | 0 |
| ProEco (C) | 85 | 7220 | 740 | 140 | 0 | 0 |
| Rhodorsil (D) | 32 | 14500 | 1420 | 240 | 0 | 0 |
| A + 20% B | 29 | 7540 | 780 | 260 | 0 | 0 |
| A + 20% C | 36 | 8800 | 700 | 320 | 0 | 0 |
| A + 20% D | 20 | 11780 | 1480 | 260 | 0 | 0 |

Tableau IV. 8 : Teneur en eau et pollution particulaire des huiles et des mélanges, après le vieillissement 1 (huiles seules)

IV. 4.5 Vieillessement du papier

L'analyse des dérivés furaniques n'a donné aucun résultat exploitable. En effet, la concentration des divers dérivés est restée nulle après les deux vieillissements en présence de papier. Ces résultats s'expliquent par les faibles durées de vieillissement, comparé aux données bibliographiques [108, 157] où les temps de vieillissement sont de l'ordre de quelques milliers d'heures, mais aussi du fait que la température était de 115°C. Ces résultats

nous permettent cependant de noter que pour les vieillissements réalisés, tous les échantillons et notamment les mélanges ont une bonne compatibilité avec le papier.

Les résultats de l'essai de contrainte de rupture en traction présentent de faibles variations entre les divers produits. Pour chaque produit, on note aussi que cette variation est faible par rapport à la contrainte de rupture du papier non vieilli (70 Mpa). Ainsi, il est délicat de tirer des conclusions quant à l'influence des divers liquides sur la dégradation mécanique du papier. Toutefois, il apparaît (figure IV.23) que le vieillissement 4 (500h) abaisse, la contrainte de rupture selon une tendance générale et souligne ainsi une faible dégradation des chaînes de cellulose due à la température. Cette dégradation de tenue en traction doit aussi être liée à la plus importante teneur en humidité des échantillons lors du vieillissement à 500h (figure IV.24.a).

Comme mentionné précédemment et bien qu'il soit impossible de tirer des conclusions quant à l'influence de chaque liquide sur la dégradation du papier, on peut tout de même noter que le papier dans l'huile minérale a la plus importante chute de tenue en traction entre les deux vieillissements, laissant supposer que le papier se dégraderait plus vite dans cette dernière.

L'analyse de la teneur en humidité du papier donne les résultats les plus exploitables quant à l'échange d'humidité dans le complexe papier/huile. La figure IV.24.(a) indique en effet que la grande solubilité de l'eau dans les esters permet de diminuer l'humidité dans le papier au cours du vieillissement, et confirment ainsi les données bibliographiques [108, 116, 158]. Ce phénomène apparaît seulement pour l'essai de 500h, car dans celui limité à 96h, le temps est trop court pour qu'un équilibre entre l'huile, le papier et l'atmosphère commence à s'établir, et on observe ainsi une diminution de l'humidité dans tous les échantillons. Cette diminution générale doit être liée au fait que la solubilité de l'eau dans les liquides augmente avec la température et leur permet ainsi d'absorber l'eau du papier dans un premier temps. On peut

aussi remarquer que l'effet d'absorption de l'humidité dans le papier pour l'essai à 500h est mitigé pour les mélanges avec les esters, puisque seul le mélange avec l'ester Midel présente une légère diminution de l'humidité dans la cellulose.

La figure IV.24.b permet de noter que les esters sont capables de contenir plus d'eau que les autres types d'huile, sans pour autant la faire migrer dans le papier, grâce à leur haute solubilité de l'eau.

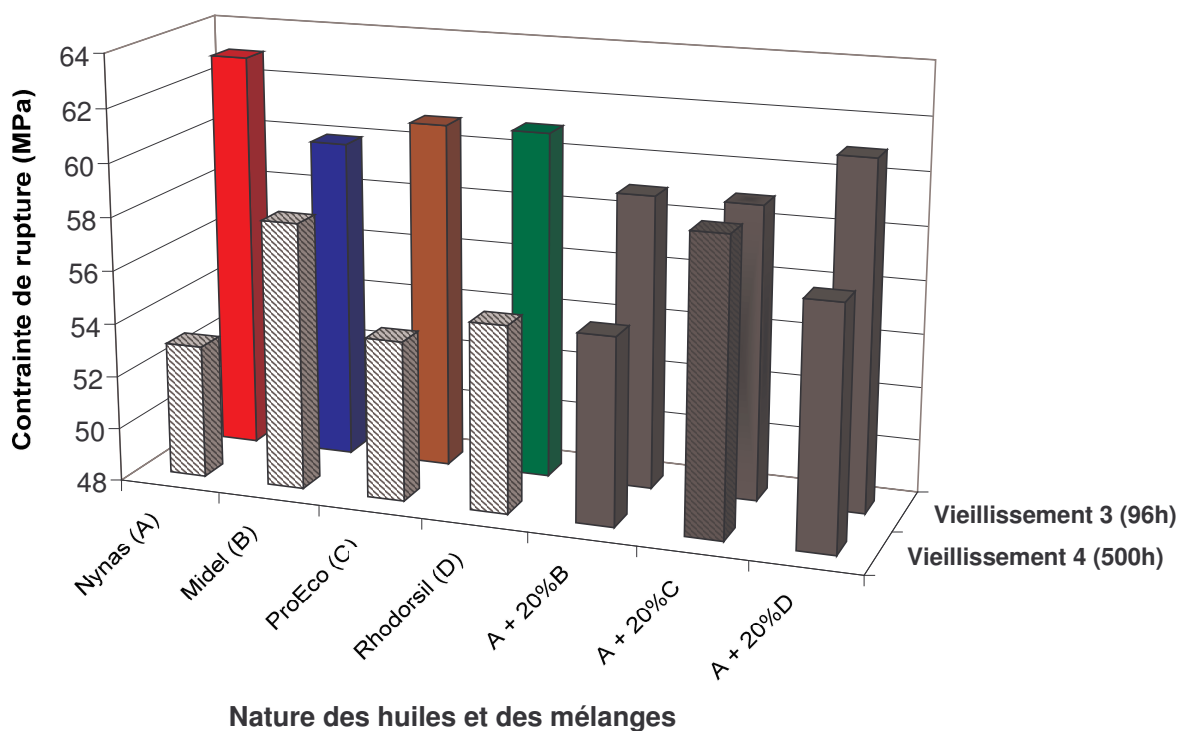


Figure IV. 23 : Comparaison de la contrainte de rupture en traction pour les différents échantillons, après les vieillissements 3 et 4.

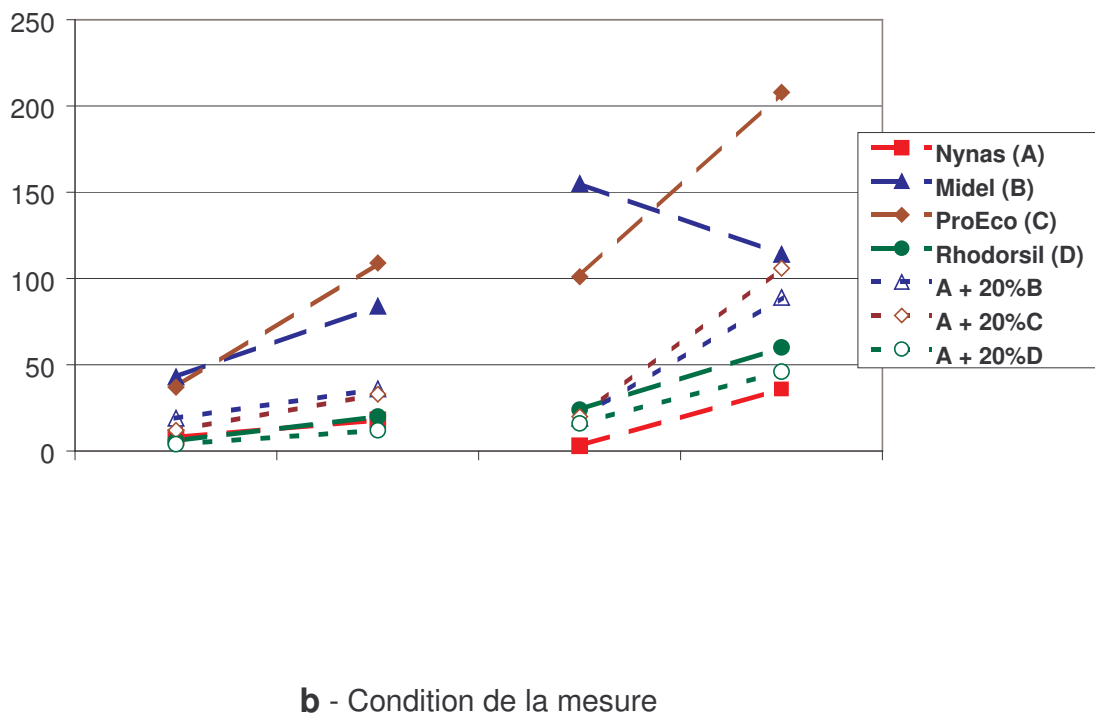
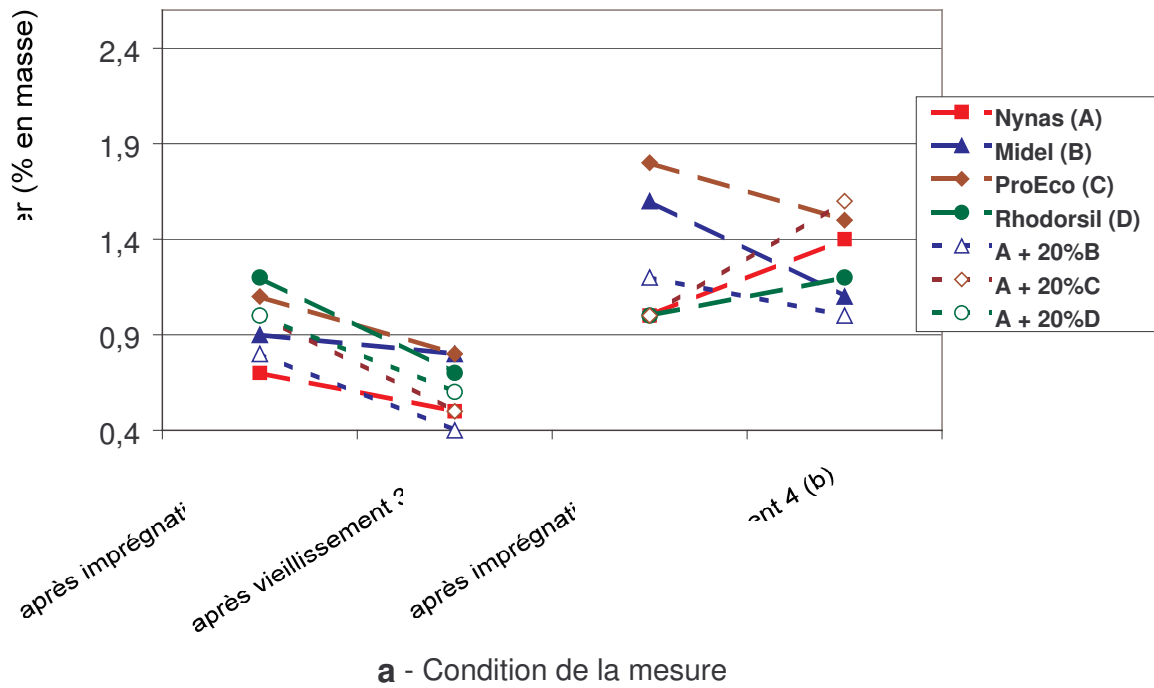


Figure IV. 24 : Evolution de l'humidité du papier (a) et de l'humidité de l'huile (b), en fonction du vieillissement 3 (96h avec présence de papier) et du vieillissement 4 (500h en présence de papier et de cuivre)

IV. 4.6 Conclusion

Les résultats expérimentaux obtenus ont montré que l'huile minérale apparaît comme la plus sensible à l'oxydation, contrairement à l'huile silicone qui présente une très bonne stabilité avec une variation quasi nulle de l'acidité et de $\tan \delta$ au cours des différents vieillissements. Les huiles esters présentent une bonne tenue au vieillissement et plus particulièrement l'huile ester Midel 7131.

L'ajout de 20% d'ester synthétique permet à l'huile minérale, dans le cadre d'essais normalisés (ASTM D1934), d'être moins sensible au vieillissement ; cependant, lors d'un essai plus sévère qui dépasse le cadre de la norme, les mélanges avec l'ester sont aussi sensibles que l'huile minérale. Il serait alors intéressant d'approfondir cette étude en testant ces mélanges dans le cadre d'un essai normalisé plus sévère et destiné aux huiles minérales, tel que celui de la CEI 61125 [18].

Au cours des différents vieillissements, nous avons pu constater que le cuivre de transformateur a une influence notable sur l'augmentation de $\tan \delta$ des huiles isolantes, excepté pour l'huile silicone. Cette influence est particulièrement marquée sur l'huile minérale.

L'étude de la tension de claquage a permis de mettre en évidence le fait que l'huile minérale et l'huile silicone perdent en tenue diélectrique avec le vieillissement à cause de l'augmentation de l'humidité, et que cet effet est annihilé par l'ajout de 20% d'ester, grâce à la meilleure affinité des esters pour l'eau.

Il a été mis en évidence, avec les essais en présence de papier, que les esters permettaient d'absorber l'humidité dans ce dernier, alors que ce point reste discutable pour les mélanges à 20% d'ester. Il apparaît aussi que la tenue mécanique du papier est moins dégradée dans les esters que dans l'huile minérale, mais les faibles écarts dans les résultats nécessiteraient de faire d'autres tests pour le confirmer.

Enfin, on a pu constater à travers les différents vieillissements, que la loi des mélanges n'est pas suivie, confirmant ainsi que les mélanges d'huiles sont le siège d'interactions chimiques.

IV. 5 Etude de la tendance à la charge électrostatique (ECT)

IV. 5.1 Génération de charge et influence de la teneur en eau

L'ensemble des analyses effectuées (figure IV.25) montrent que les huiles esters synthétiques ont une plus forte tendance à générer des charges statiques lors de leur passage au travers du filtre cellulosique. A l'opposé, l'huile minérale et l'huile silicone ont une tendance à la charge beaucoup moins importante. Les mélanges réalisés avec les huiles esters à 20%, génèrent une densité de charge qui se situe bien en dessous du résultat prévu si cette propriété suivait une loi des mélanges. Ainsi, cette propriété n'est que relativement altérée par l'ajout de 20% d'ester, et on peut dire que le complexe obtenu donne une valeur modérée de tendance à la charge.

La deuxième constatation qui ressort de la figure IV.25 et du tableau IV.9 concerne l'influence du traitement et plus précisément l'influence de la teneur en eau sur les résultats d'ECT. Les échantillons à forte teneur en eau (par rapport à leur limite de saturation respective) présentent une plus faible tendance à la charge, confirmant ainsi les résultats rapportés dans la littérature [52, 56, 58]. Ainsi, l'humidité aurait pour conséquence de diminuer le processus de génération de charges à l'interface.

Toujours d'après la figure IV.25, il semblerait que les huiles ayant une plus forte affinité pour l'eau (tel que les esters) aient une plus forte tendance à la charge. Cette dernière remarque corrobore ainsi le fait que l'humidité abaisse la tendance à la charge d'une huile, mais jusqu'à une certaine valeur et par rapport à sa limite de saturation respective.

Enfin, un autre point a été soulevé lors de ces essais : en contact avec l'huile silicone, la surface du papier, contrairement aux autres huiles s'est chargée positivement. Ces résultats laisseraient alors penser que la couche diffuse (c. f. § I.3.1.5.a, figures I.37) serait chargée négativement dans l'huile silicone.

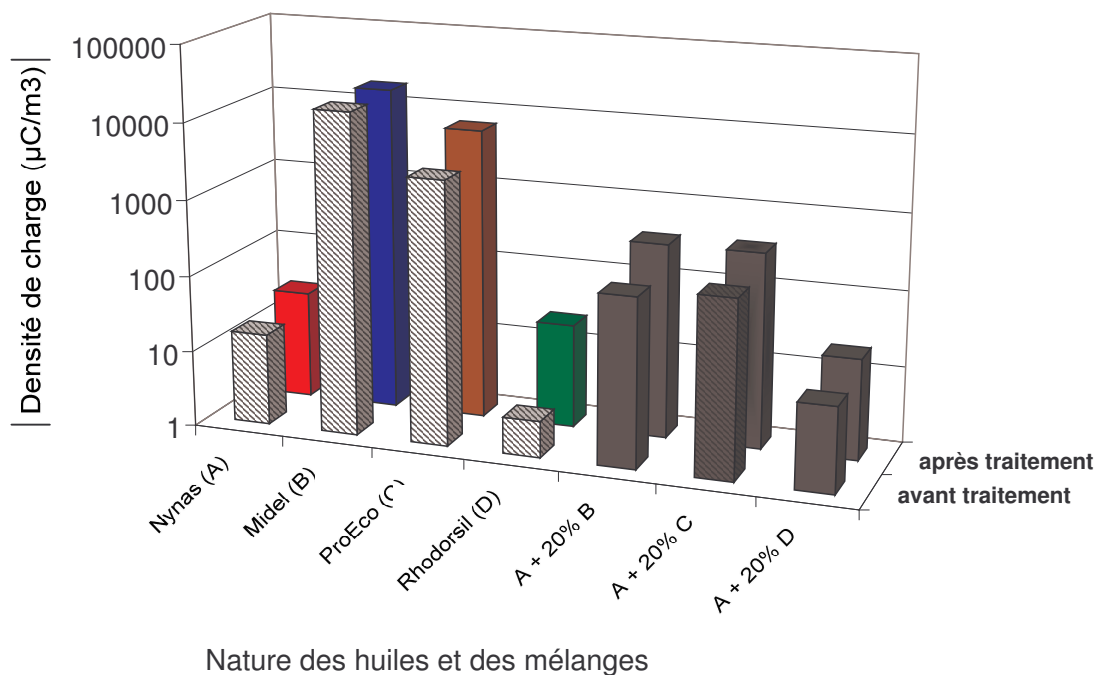


Figure IV. 25 : Comparaison de la densité de charge générée pour les différents échantillons, avant et après traitement

| Produits | Nynas (A) | Midel (B) | ProEco (C) | Rhodorsil (D) | A + 20% B | A + 20% C | A + 20% D |
|--------------------------------------|-----------|-----------|------------|---------------|-----------|-----------|-----------|
| Teneur en eau avant traitement (ppm) | 29 | 277 | 168 | 76 | 90 | 58 | 48 |
| Teneur en eau après traitement (ppm) | 13 | 168 | 96 | 27 | 32 | 45 | 15 |

Tableau IV. 9 : Teneur en eau des échantillons avant et après traitement

IV. 5.2 Corrélation de l'ECT et de la résistivité

Sur l'ensemble des huiles testées, il est possible d'établir une corrélation (figure IV.26) entre la résistivité des huiles et leur tendance à générer des charges. Ainsi, nous constatons que la tendance à la charge d'une huile est plus faible pour une haute valeur de résistivité. Ces résultats expliquent en partie le fait que les esters aient une plus haute valeur d'ECT. Ces résultats viennent aussi confirmer les données bibliographiques [52, 55].

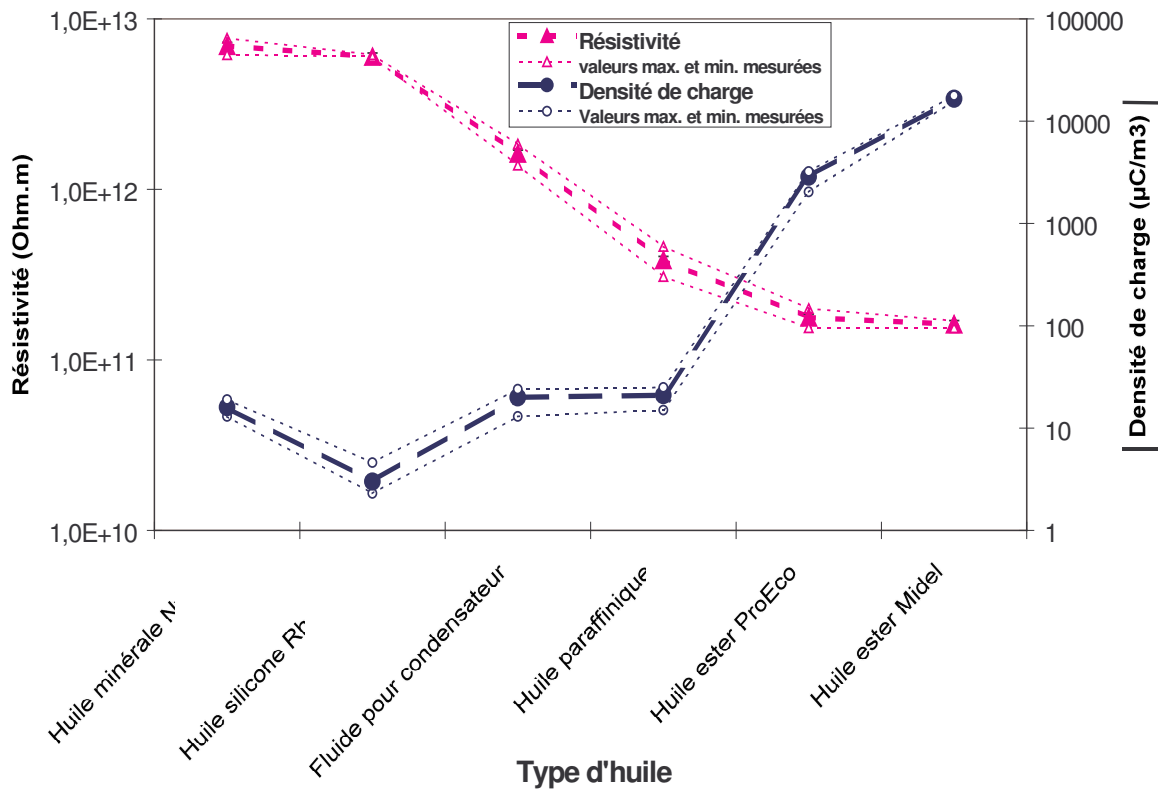


Figure IV. 26 : Corrélation entre la résistivité (2 mesures) et la densité de charge (3 mesures) pour différents types d'huile , avec la représentation des valeurs maximales et minimales obtenues pour faire la moyenne

| Produits | Nynas | Rhodorsil | Fluide condensateur | Huile paraffinique | ProEco | Midel |
|---------------------|-------|-----------|---------------------|--------------------|--------|-------|
| Teneur en eau (ppm) | 29 | 76 | 78 | 35 | 168 | 277 |

Tableau IV.10 : Teneur en eau des échantillons pour l'étude de corrélation entre la résistivité et la densité de charge

IV. 5.3 Conclusion

Les mesures réalisées au moyen du « ministatic charge tester » nous ont permis de noter que les huiles esters synthétiques ont une tendance à la charge beaucoup plus marquée que les huiles minérale et silicone. La loi des mélanges n'étant pas applicable pour cette propriété, les mélanges d'huile minérale avec 20% d'ester donnent des valeurs modérées en comparaison aux huiles esters seules.

Nous avons observé que l'humidité diminue la tendance à la charge jusqu'à une certaine valeur, qui dépend de la limite de saturation en eau de chaque type d'huile confirmant ainsi certains résultats rapportés dans la littérature [52, 56, 58]. En revanche, il apparaît que les huiles ayant une meilleure affinité avec l'eau (tels que les esters) ont tendance à générer plus de charge.

L'étude de la résistivité nous a permis de justifier en partie la plus forte tendance à la charge des huiles esters et de confirmer les résultats de PEYRAQUE [52] et OKUBO *et al.* [55], à savoir que plus la résistivité d'un liquide est faible et plus sa tendance à la charge est importante.

IV. 6 Conclusion

Au travers des différents essais que nous avons réalisés sur l'huile minérale naphthénique Nynas Nytro 10GBN, les huiles esters synthétiques Midel 7131 et ProEco TR3746, et l'huile silicone Rhodorsil 604V50 ; il apparaît d'un point de vue comparatif au niveau des huiles seules, que chaque type d'huile a un avantage :

- L'huile minérale est la plus efficace pour évacuer la chaleur, aux températures moyennes de fonctionnement d'un transformateur (90°C), et se trouve respectivement meilleure que l'huile ester et l'huile silicone.
- Les huiles esters synthétiques ont respectivement une tenue diélectrique meilleure que l'huile minérale et l'huile silicone, même après l'essai de vieillissement. Leur meilleure tenue diélectrique est justifiée par leur plus grande affinité pour l'eau alors que la moins bonne tenue diélectrique de l'huile silicone semble être due à la présence importante de particules de silicium.
- L'huile silicone présente la meilleure stabilité à l'oxydation avec une variation quasi nulle de l'acidité et de $\tan \delta$ au cours des différents vieillissements, contrairement à l'huile minérale qui apparaît comme la plus sensible.
- les huiles esters synthétiques ont une tendance à la charge beaucoup plus marquée que les huiles minérale et silicone. Ceci s'explique en partie par leur plus faible valeur de résistivité.

Il ressort de l'analyse des différentes associations d'huiles avec l'huile minérale que la loi des mélanges est inapplicable pour les propriétés étudiées (viscosité cinématique, tension de claquage, stabilité au vieillissement et tendance à la charge électrostatique). C'est ainsi que le mélange de l'huile minérale avec 20% d'ester synthétique (en masse) est apparu comme optimal :

- L'ajout de 20% d'ester dans l'huile minérale crée un mélange ayant une viscosité très proche de l'huile minérale seule, bien que les esters aient une viscosité plus élevée. Ce résultat est lié au fait que les mélanges d'huile sont le fait d'interactions chimiques et que leur viscosité n'évolue pas de façon proportionnelle par rapport à la viscosité des produits seuls. On a pu noter que cette valeur est minorée et l'effet est d'autant plus marqué que la température décroît et que le produit ajouté à l'huile minérale a un changement de viscosité important en fonction de cette dernière.
- L'ajout de 20% d'ester permet d'améliorer de façon significative la tension de claquage de l'huile minérale. Ceci est lié au fait que l'huile ester permet de diminuer l'influence de l'humidité sur l'huile minérale. Outre les propriétés intrinsèques du produit et toute chose égale par ailleurs (i. e. la pollution en particules solides et en gaz), la loi des mélanges est essentiellement dictée par l'affinité de l'huile pour l'eau.
- L'ajout de 20% d'ester synthétique permet à l'huile minérale, dans le cadre d'essais normalisés (ASTM D1934) d'être moins sensible au vieillissement, alors que l'huile silicone, qui est très stable à l'oxydation, ne diminue guère sa sensibilité. Ces résultats montrent ainsi que les mélanges d'huiles sont le siège d'interactions chimiques au cours du vieillissement, impossible à prévoir par la loi des mélanges.
- Le mélange d'huile minérale avec 20% d'ester présente des valeurs d'ECT modérées comparé à celles qu'on aurait pu attendre en observant celles des huiles esters synthétiques seules.

Ainsi, le mélange d'huile minérale avec 20% d'ester synthétique, (et plus particulièrement l'huile minérale naphétique Nynas Nytro 10GBN et l'huile ester Midel 7131) semble faire un très bon compromis, vis à vis des propriétés que nous avons vérifiées et qui sont essentielles pour l'application transformateurs de puissance.

CONCLUSION GENERALE

La recherche d'un mélange optimal à base d'huile minérale, nous a conduit à effectuer des essais typiques : essai de viscosité cinématique pour apprécier le transfert de chaleur, mesure de la tension de claquage, essai de vieillissement et mesure de la tendance à la charge électrostatique des huiles et des mélanges. Il ressort de cette étude sur l'huile minérale naphténiq ue Nynas Nytro 10GBN, les huiles esters synthétiques Midel 7131 et ProEco TR3746, et l'huile silicone Rhodorsil 604V50, que chaque type d'huile présente un atout par rapport aux autres et que le mélange d'une huile minérale naphténiq ue avec 20% d'ester synthétique présente le meilleur compromis.

Nous avons montré que l'huile minérale est la plus efficace pour évacuer la chaleur, aux températures moyennes de fonctionnement d'un transformateur (90°C), et se trouve respectivement meilleure que les huiles esters synthétiques et l'huile silicone .

Les huiles esters synthétiques ont respectivement une tenue diélectrique meilleure que l'huile minérale et l'huile silicone, même après l'essai de vieillissement. Leur meilleure tenue diélectrique est justifiée par leur plus grande affinité pour l'eau alors que la moins bonne tenue diélectrique de l'huile silicone semble être due à la présence importante de particules de silicium.

L'huile silicone présente la meilleure stabilité à l'oxydation avec une variation quasi nulle de l'acidité et de $\tan \delta$ au cours des différents vieillissements, contrairement à l'huile minérale qui apparaît comme la plus sensible.

les huiles esters synthétiques ont une tendance à la charge beaucoup plus marquée que les huiles minérale et silicone. Ceci s'explique en partie par leur plus faible valeur de résistivité.

L'étude des différentes associations d'huiles avec l'huile minérale nous a permis de constater que la loi des mélanges est inapplicable pour les propriétés étudiées, et c'est ainsi que le mélange de l'huile minérale avec 20% d'ester synthétique (en masse) est apparu comme optimal. En effet, l'ajout de 20% d'ester dans l'huile minérale crée un mélange ayant une viscosité très proche de l'huile minérale seule, bien que les esters aient une viscosité plus élevée. Ce résultat est lié au fait que les mélanges d'huile sont le siège d'interactions chimiques et que leur viscosité n'évolue pas de façon proportionnelle par rapport à la viscosité des produits seuls. On a pu noter que cette valeur est minorée et l'effet est d'autant plus marqué que la température décroît et que le produit ajouté à l'huile minérale a un changement de viscosité important en fonction de cette dernière.

20% d'ester permettent d'améliorer de façon significative la tension de claquage de l'huile minérale. Ceci est lié au fait que l'huile ester permet de diminuer l'influence de l'humidité sur l'huile minérale. Pour cette propriété, outre les propriétés intrinsèques du produit et toute chose égale par ailleurs (i. e. la pollution en particules solides et en gaz), la loi des mélanges est essentiellement dictée par l'affinité de l'huile pour l'eau.

L'ajout de 20% d'ester synthétique permet à l'huile minérale, dans le cadre d'essais normalisés (ASTM D1934), d'être moins sensible au vieillissement alors que l'huile silicone, qui est très stable à l'oxydation, ne diminue guère sa sensibilité. Ces résultats montrent ainsi que les mélanges d'huiles sont aussi le siège d'interactions chimiques au cours du vieillissement, impossible à prévoir par la loi des mélanges.

Enfin, le mélange d'huile minérale avec 20% d'ester présente des valeurs d'ECT modérées comparé à celles qu'on aurait pu attendre en observant celles des huiles esters synthétiques seules.

Ainsi, le mélange d'huile minérale avec 20% d'ester synthétique, (et plus particulièrement l'huile minérale Nynas Nytro 10GBN avec l'huile ester Midel 7131) semble faire un très bon

compromis d'un point de vue technique, de part les propriétés que nous avons vérifiées et qui sont essentielles pour l'application transformateurs de puissance ; mais aussi d'un point de vue économique puisque 20% d'ester uniquement permettent cette amélioration.

BIBLIOGRAPHIE

1. T. O. ROUSE, « Mineral insulating oil in transformers », IEEE Electrical Insulation Magazine, Vol. 14, n° 3, May/June 1998, pp. 6-16.
2. C. A. ABDY, « *The early years of the power transformer* », Electronics and Power (GB), August 1968, pp. 335-338.
3. N. BERGER, « *Liquides isolants en électrotechnique – Présentation générale* », Techniques de l'ingénieur, Traité D 2470, Mai 2002, 20 p.
4. « *Transformer oil handbook* », Copyright Nynas Naphtenics AB, Sweden, 2004.
5. N. BERGER, M. RANDOUX, G. OTTMANN et P. VUARCHEX, « *Revue des isolants liquides* », Electra (F), n° 171, Avril 1997, pp. 32-57.
6. J. PERRET, M. PARIS, « *les huiles silicones pour transformateurs* », E. D. F Bulletin des études et recherche, Série B, Réseaux électriques, Matériels électriques, n° 2, 1987, pp. 5-13.
7. V. WASSERBERG, H. BORSI, E. GOCKENBACH, « A novel system for the prolongation of the lifetime of power transformers by reduced oxidation and aging », Conference record of the ISEI, Indianapolis (USA), September 19-22, 2004, pp. 233-236.
8. V. PRABHASHANKAR, D. J. BADKAS, « *Mechanism of oxidation of transformers oils* », J. of Inst. of Petr. , Vol. 47, n° 450, Juin 1961, pp. 201-211.

9. N. M. EMANUEL, E. T. DENISOV, Z. K. MAIZUS, « *Liquid phase oxidation of hydrocarbons* », Plenum Press, New York, 1967.
10. E. N. SHTERN, S. S. KUZNETSOVA, N. A. KARPUKINA, T. S. MOGILEVA, « *Oil oxidation temperature coefficient* », Soviet Power Engineering, n° 1, January 1981.
11. M. DUVAL, J. P. CRINE, « *Dielectric behavior and stabilization of insulating oils in EHV current transformers* », IEEE Trans. Elec. Insul., Vol EI-20, n° 2, April 1985, pp. 437-441.
12. M.R. MESHKATODDINI, « *A practical method for lifetime estimation of the used mineral oils* », IEEE Proceedings of 14th ICDL, Graz (Austria), July 7-12, 2002, pp. 305-308.
13. D. DHIBA « *Etude du vieillissement de l'isolation papier/huile dans les transformateurs de puissance - Influence des inhibiteurs d'oxydation* », Thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, 1995.
14. K.SUNDKVIST, Presentation of Nynas Naphtenics R&D seminar, October 2003.
15. Norme CEI 60296 (Ed. 3), « *Fluides pour applications électrotechniques – Huiles minérales isolantes neuves pour transformateurs et appareillages de connexion* », Novembre 2003.

16. 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.
17. Norme CEI 62021-1 (Ed. 1), « *Liquides isolants - Détermination de l'acidité - Partie 1: Titrage potentiométrique automatique* », Juin 2003.
18. Norme CEI 61125 (Ed. 1), « *Isolants liquides neufs à base d'hydrocarbures - Méthodes d'essai pour évaluer la stabilité à l'oxydation* » Aout 1992.
19. Norme CEI 62036 (Draft Ed. 1), « *Development of an oxidation test method based on Differential Scanning Calorimetry (DSC) to assess the oxidation stability of mineral insulating oils* », 2004.
20. A. SIEROTA, J. RUNGIS, « *Electrical insulating oils – Part 1 : characterization and Pre-treatment of new transformer oils* », IEEE Electrical Insulation Magazine, Vol. 11, n° 1 , 1995, pp. 8-20.
21. Norme CEI 60422 (Draft Ed. 3), « *Guide de maintenance et de surveillance des huiles minérales isolantes en service dans les matériels électriques* », 2004.
22. J. FABRE, A. PICHON, « *Deteriorating processes and products of paper in oil, application to transformers* », CIGRE Paper n° 137, 1960.

23. Norme CEI 60814 (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.
24. T. O. OOMMEN, E. M. PETRIE, « *Particle size levels in oil* », IEEE PES Summer Meeting, New York, 1982.
25. N. BERGER, « *Liquides isolants en électrotechnique – Caractéristiques des produits* », Techniques de l'ingénieur, Traité D2471, Novembre 2002, 24p.
26. R. TOBAZEON, « *Conduction électrique dans les liquides* », Techniques de l'ingénieur, Traité D 2430, Novembre 1996, p. 4.
27. B. P. KANG, « *Thermal dependency of viscosity, power factor and ion content of electrical insulating oil* », IEEE Transactions on Power Apparatus and Systems, (USA) 9, September 1965.
28. P. J. VUARCHEX, « *huiles et liquides isolants* », Techniques de l'ingénieur, Volume DAB, Traité D230, Juin 1995.
29. R. HEROU, « *Huiles isolantes* ». Notes Milan CIGRE Comité d'Études n° 1, septembre 1959.
30. M. DUVAL, C. LAMARRE, J. P. CRINE, « *Évaluation du vieillissement de l'huile de transformateurs en service à partir de mesures chimiques et diélectriques* », IREQ report #2479 (available from IREQ library), Décembre 1981.

31. Norme CEI 60247 (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.
32. Norme CEI 61620 (Ed. 1), « *Liquides isolants – Détermination du facteur de dissipation électrique par mesure de la conductance et de la capacité – Méthode d'essai* », Novembre 1998.
33. R. TOBAZEON, « *Préclaquage et claquage des liquides diélectriques* », Techniques de l'ingénieur, Traité D2450, Novembre 1997, 28p. (p.6).
34. A. BEROUAL, R. TOBAZEON, « *Prebreakdown phenomena in liquid dielectrics* », IEEE Trans. on Electr. Insul., Vol. 21, 1986, pp. 613-627.
35. A. BEROUAL, « *Electronic and gaseous processes in prebreakdown phenomena of dielectric liquids* », J. Appl. Phys. 73 (9), 1993, pp. 4528-4533.
36. R. MUSIL, M. BAUR, and W. PFISTER, « *Testing practices for the AC breakdown voltage testing of insulation liquids* », IEEE Electrical Insulation Magazine, Vol. 11, n° 15, January/February 1995, pp. 21-25.
37. A. NIKURADSE, « *Das flüssige dielektrikum (le diélectrique liquide)* », Springer Verlag, Berlin, 1934, 226 p.

38. FOFANA, H. BORSI, E. GOCKENBACH, « *Fundamental investigations on some transformer under liquids under various outdoor conditions* », IEEE Transactions on Dielectric and Electrical Insulation, Vol. 8, n° 6, Décembre 2001, pp. 1040-1047.
39. D. LACAZE and J. SAMAT, « *Influence des particules en suspension sur la tenue diélectrique des grands volumes d'huile* », Journées d'études SEE Isolant électriques, mars 1985, pp. 83-89.
40. A. BEROUAL, « *Mouvement de particules impures dans un diélectrique liquide soumis à un champ électrique uniforme* », ArchiwumElektrotechniki, zeszyt ½, 1984, pp. 311-314.
41. P. RAIN, O. LESAIN, R. TOBAZEON, « *Phénomènes disruptifs et prédisruptifs sous tension alternative dans de grands intervalles d'huiles de transformateurs* », RGE, n° 1, Janvier 1993, pp. 17-25.
42. CH. KRAUSE, « *Dielectric strength of transformer oil, impact of oil flow, moisture and cellulose particles* », WICOR Insulation Conference, Rapperswil (Switzerland), September 1996, 8 p.
43. Norme CEI 60156 (Ed. 2), « *Isolants liquides – Détermination de la tension de claquage à fréquence industrielle – Méthode d'essai* », Août 1995.
44. Norme CEI 60897 (Ed. 1), « *Méthode de détermination de la tension de claquage au choc de foudre des liquides isolants* », Mars 1987.

45. I. ADAMCZEWSKI, « les phénomènes d'ionisation et de conduction dans les diélectriques liquides », Adaptation Française, MASSON et C^{ie}, Editeurs, 1968.
46. J. AUBIN, A. SAKER, O. LESAIN, R. TOBAZEON and C. BOISDON, « *Propagation des décharges à grandes distances dans l'huile minérale, influence des particules* », CIGRE, Rapport 12-301, 1996.
47. R. WILPUTTE, « *Contribution à l'étude de l'évolution de gaz dans les isolants liquides et solides soumis à l'action de contraintes électriques* », CIGRE, paper 15-03, Aout/September 1970.
48. Norme CEI 61294 (Ed. 1), « *Isolants liquides - Détermination de la tension d'apparition des décharges partielles (TADP) – Méthode d'essai* », Octobre 1993.
49. Norme CEI 60628 (Ed. 2), « *Gassing des isolants électriques sous contrainte électrique et ionisation* », Janvier 1985.
50. C. MENGUY, « *Electricité statique – Principes – Problèmes – Applications* », Techniques de l'ingénieur, Traité D 1035, Décembre 1993, 25 p.
51. M. YASUDA, K. GOTO, H. OKUBO, T. ISHII, E. MORI and M. MASUNAGA, « *Suppression of static electrification of insulating oil for large power transformers* », IEEE Transactions on Power Apparatus & Systems, Vol. 101, n° 11, November 1982, pp. 4272-4280.

52. L. PEYRAQUE, « *Etude des phénomènes d'électrisation statique dans les transformateurs de puissance à débit d'huile forcé* », Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Lyon, France, 1995.
53. W. ROTTENBERG, « *Etude des phénomènes de pré-claquage dans les huiles isolantes dans des systèmes d'électrodes couvertes de couches minces* », Thèse de doctorat, Ecole Centrale de Lyon, 2000.
54. A. BOURGEOIS, T. PAILLAT, G. MORTHA, P. MAS, G. TOUCHARD, O. MOREAU, Y. BERTRAND, « ECT: Influence des propriétés physico-chimique du papier-filtre utilisé », Proceedings S.F.E., 2004, pp. 376-381.
55. H. OKUBO, M. IKEDA, M. HONDA, T. YANARI, « *Charging tendency measurement of transformer oil* », IEEE PES Winter meeting, Paper A79 051-4, February 1979, pp. 1-8.
56. T. V. OOMMEN, E. M. PETRIE, « *Electrostatic charging tendency of transformer oils* », IEEE Transactions on Power Apparatus and Systems, Vol. PAS-103, n° 7, July 1984, pp. 1923-1931.
57. M. HIGAKI, Y. TSUTSUMI, H. OHTANI, H. TSUKIOTA, « *Consideration of the measurement of static charges in insulating oil and the influence of oil conductivity on the charges* », Electrical Engineering in Japan, Vol. 104, n° 5, 1984, pp. 9-17.
58. L. PEYRAQUE, A. BEROUAL, C. BOISDON, F. BURET, « *Phénomènes d'électrisation des matériaux isolants pour transformateurs de puissance* », J. Phys. III France 4, Juillet 1994, pp. 1295-1304.

59. T. V. OOMMEN, « *Static electrification properties of transformer oil* », IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. 23, n° 1, 1988, pp. 123-128.
60. T. V. OOMEN, S. R. LINDGREN, « *Streaming electrification of transformer insulation system using a paper tube model* », IEEE transactions on Power Delivery, Vol. 5, n° 2, 1990, pp. 972-982.
61. T. TANAKA, Y. YASOJIMA, N. YAMADA, A. KISHI, T. NITTA, « *Model approach to the static electrification phenomena induced by the oil flow in large power transformers* », IEEE Transactions on Power Apparatus and systems, Vol. PAS-99, n° 3, 1980, pp. 1097-1106.
62. H. P. MOSER, C. KRAUSE, G. PRAXL, G. SPANDONIS, R. STONISH and H. BRECHNA, « *Influence of transformer board and nomex board on electrification of power transformers* », 3rd EPRI Workshop, San Jose, (USA / California), January 1992.
63. R. M. RADWAN, R. M. EI-Dewieny, I. A. Metwally, « *Investigation of static electrification phenomenon due to oil flow in electrical in electrical power apparatus* », IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. 27, n° 2, pp. 278-286, 1992.
64. J. SAMAT, « *Electrostatic phenomenon in large power transformers – leakage current* », CIGRE, W. G. 15-01, meeting October 1989.
65. Westinghouse Electric Corporation report, « *Measurement of electrostatic charging tendency of insulating fluids* », Proc. Spec. 84700JS, Rev. A, August 1978.

66. H. MIYAO, M. HIGAKI, Y. KAMATA, « *Influence of AC and DC field on streaming electrification of transformer oil* », IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. 23, n° 1, 1988, pp. 129-135.
67. J. KEDZIA, B. WILLNER, « *Electrification current in the spinning disk system* », IEEE Trans. on Dielect. And Elec. Ins., Vol. 1, n° 1, February 1994, pp. 58-62.
68. A. BONDEAU, « *Contribution à l'étude de la viscosité des milieux denses désordonnés dans la zone de transition vitreuse. Critique de la relation de Vogel-Fulcher* » Thèse de doctorat, Université des Sciences de Lyon I, 1985.
69. Norme ISO 3104, « *Produits pétroliers - Liquides opaques et transparents - Détermination de la viscosité cinématique et calcul de la viscosité dynamique* », Octobre 1994.
70. G. DALLEMAGNE, « *Fluides hydrauliques – Facteurs d'influence* », Techniques de l'ingénieur, Traité BM 6012, 1999.
71. Norme ISO 2909, « *Produits pétroliers - Calcul de l'indice de viscosité à partir de la viscosité cinématique* », Décembre 2002.
72. Norme ISO 3016, « *Produits pétroliers - Détermination du point d'écoulement* », Août 1994.
73. Norme ASTM D 2766, « *Standard test method for specific heat of liquids and solids* », 1995.

74. Norme ASTM D 2717, « *Standard test method for thermal conductivity of liquids* », 1995.
75. Norme ISO 3675, « *Pétroles bruts et produits pétroliers liquides - Détermination en laboratoire de la masse volumique - Méthode à l'aréomètre* », Juin 1998.
76. Norme ASTM D 1903, « *Standard test method for coefficient of thermal expansion of electrical insulating liquids of petroleum origin, and askarels* », 1996.
77. F. B. WADDINGTON, « *New dielectric fluids for power engineering application* », GEC Journal of Science and Technology, 49, n°1, 1983, pp. 18-22.
78. D. B. MILLER, « *Tests and standards to evaluate the fire safety of electrical insulating fluids* », IEEE Transactions on Electrical Insulation, EI-B, n° 5, October 1978, pp. 378-381.
79. « Directive 92/69/CEE de la Commission, du 31 juillet 1992, portant dix-septième adaptation au progrès technique de la directive 67/548/CEE du Conseil concernant le rapprochement des dispositions législatives, réglementaires et administratives relatives à la classification, l'emballage et l'étiquetage des substances dangereuses », Journal officiel n° L 383A, 29 décembre 1992, 235 p.
80. Norme ISO 2592, « *Détermination des points d'éclair et de feu - Méthode Cleveland en vase ouvert* », Septembre 2000.
81. Norme ISO 2719, « *Détermination du point d'éclair - Méthode pensky-Martens en vase clos* », Novembre 2002.

82. Norme CEI 60079-4 (Ed. 2), « *Matériel électrique pour atmosphère explosives – Partie 4: Méthode d'essai pour la détermination de la température d'inflammation* », Janvier 1975.
83. Norme ASTM D 2863, « *Standard test method for measuring the minimum oxygen concentration to support candle-like combustion of plastics (oxygen index)* », 2000.
84. Norme ASTM D 240, « *Standard test method for heat of combustion of liquid hydrocarbon fuels by bob calorimeter* », 2002.
85. M. GRISARU, H. FRIEDMAN, « *the big question: when should one recommend taking a transformer out of service ?* », Elec. Insul. Materials: International Issues, ASTM Spec. Tech. Publ., STP 1376, 2000, pp. 47-58.
86. A. C. M. WILSON, « *Insulating liquids: their uses, manufacture and properties* », Peregrinus Ltd, Stevenage (U. K.), 1980.
87. A. A. ZAKY, I. Y. MEGAHED, « *Effect of organic additives, gas phase, stress and temperature on the gassing characteristics of insulating liquids* », IEEE Trans., Vol. EI-7, n° 3, 1972, pp. 145-152.
88. M. DUVAL, « *Fault gases formed in oil-filled breathing EHV power transformers. The interpretation of gas analysis data* », IEEE PES Summer Meeting, New York, 1974.
89. D. R. PUGH, « *Advances in fault diagnosis by combustible gas analysis* », Minute de la 41^e conférence annuelle internationale de Doble, Sec. 10-1201, Doble Engineering Co, Watertown, 1974.

90. E. DORNENBURG, W. STRITTMATTER, « *Fault diagnosis by combustible gas analysis* », Brown Boveri Review, Vol. 61, n° 5, 1974, pp. 238-247.
91. 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.
92. Norme CEI 60599 (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.
93. ANSI C57.104, « *IEEE Guide for the interpretation of gases generated in oil-immersed transformers* », June 1991.
94. J. VERGNE, R. GROB, P. le GUENNEC, D. DHIBA, « *Le vieillissement du papier dans les transformateurs de puissance* », RGE, n° 2, Juillet 1995, pp. 75-83.
95. J. T. HILL, T. T. LE, M. DRAVENIZA, T. SAHA, « *A study of degradation of cellulosic insulation materials in a power transformer. Part 3: Degradation products of cellulose insulation paper* », Polymer degradation and stability, n° 51, 1996, pp. 211-218.
96. A. M. EMSLEY, X. XIAO, R. J. HEYWOOD, M. ALI « *Degradation of cellulosic insulation in power transformers. Part 2 : formation of furan products in insulating oil* », IEE Proc.-Sci. Meas. Technol., Vol. 147, n° 3, May 2000, pp. 110-114.
97. A. de PABLO, B. PAHLAVANPOUR, « *Analyse des composés furaniques : un outil de maintenance prédictive des matériels électriques à huile fluide* », ELECTRA, n° 175, Décembre 1997, pp. 18-32.

98. R. M. MORAIS, W. A. MANNHEIMER, M. CARBALLEIRA, J. C. NOUALHAGUET, « *Furfural analysis for assessing degradation of thermally upgraded papers in transformer insulation* », IEEE Trans. On Dielect. And Elec. Insul., Vol. 6, n° 2, Avril 1999, pp. 159-163.
99. J. UNSWORTH, F. MITCHELL, « *Degradation of electrical insulating paper monitored with high performance liquid chromatography* », IEEE Trans. Elec. Insulation, Vol. 25, n° 4, August 1990, pp. 737-746.
100. Norme CEI 61198 (Ed. 1), « *Huiles minérales isolantes - Méthode pour la détermination du 2-Furfural et ses dérivés* », Septembre 1993.
101. B. FALLOU, « *Quelques notions relatives à l'humidification des huiles isolantes usagées* », Bulletin LCIE, n° 35, Avril 1963, pp. 330-335.
102. Norme ISO 6295, « *Produits pétroliers - Huiles minérales - Détermination de la tension interfaciale entre huile et eau - Méthode de l'anneau* », Mai 1983.
103. Norme ISO 2049, « *Produits pétroliers - Détermination de la couleur* », Juillet 1996.
104. P. J. VUARCHEX, « *Caractéristiques des diélectriques liquides* », Techniques de l'ingénieur, Traité K 714, Janvier 1988, p. 3.
105. T. V. OOMMEN, « *Vegetable oils for liquid-filled transformers* », IEEE Magazine, Vol. 18, n° 1, January / February 2002, pp. 6-11.

106. A. MARINHO Jr., E. G. SAMPAIO, M. M. MONTEIRO, « *Castor oil as an insulating liquid* », CIGRE Symposium, Section 5, paper 500-06, Vienne, 1987.
107. S. SANKARALINGAM, K. R. KRISHNASWAMY, « *New dielectric liquids from vegetable origin – A feasibility study on indian rape seed oil* », CIGRE Symposium, Section 5, paper 500-01, Vienne, 1987.
108. C. P. McSHANE, K. J. RAPP, G. A. GAUGER, J. LUKSICH, J. L. CORKRAN, « *Aging of Kraft paper in natural ester dielectric fluid* », Proceedings of 14th ICDL, Graz (Austria), July 7-12, 2002, pp. 173-177.
109. Y. BERTRAND, L. C. HOANG, « *Vegetable oils as substitute for mineral insulating oils in medium-voltage equipments* », CIGRE, Paper D1-202, 2004.
110. G. R. DIMELER, J. W. MILLS, J. J. MELCHIOR, « *The scope of hydrogenation as a refining tool for manufacture of transformer oils* », IEEE Trans. Elect. Insul., EI-4, n° 1, Mars 1969, pp. 7-12.
111. Norme CEI 60422 (Ed. 2), « *Guide de maintenance et de surveillance des huiles minérales isolantes en service dans les matériels électriques* », Avril 1989.
112. Norme CEI 61099 (Ed. 1), « *Spécifications pour esters organiques de synthèse neufs à usages électriques* », Mai 1992.

113. Norme CEI 61203 (Ed. 1), « *Esters organiques de synthèse à usages électriques - Guide de maintenance des esters pour transformateurs dans les matériels* », Décembre 1992.
114. H. BORSI, « *Dielectric behavior of silicone and ester fluids for use in distribution transformers* », IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. 26, n° 4, August 1991, pp. 755-762.
115. E. GOCKENBACH, H. BORSI, « *Performance and new application of ester liquids* », Proceedings of 14th ICDL, Graz (Austria), July 7-12, 2002, pp. 203-206.
116. K. DUMKE, H. BORSI, E. GOCKENBACH, « *A synthetic insulating liquid for applications in transformers* », 9th ISH, August / September 1995, Graz, subject 1, p. 1025.
117. I. FOFANA, H. BORSI, E. GOCKENBACH, V. WASSERBERG, « *Challenge of mixed insulating liquids for use in high-voltage transformers, Part 1: Investigation of mixed liquids* », IEEE Electrical Insulation Magazine, Vol. 18, n° 3, May / June 2002, pp. 18-31.
118. I. FOFANA, H. BORSI, E. GOCKENBACH, V. WASSERBERG, « *Challenge of mixed insulating liquids for use in high-voltage transformers, Part 2: Investigation of mixed liquids impregnated paper insulation* », IEEE Electrical Insulation Magazine, Vol. 18, n° 4, July / August 2002, pp. 5-16.

119. K. DUMKE, H. BORSI, E. GOCKENBACH, « *Experimental investigation on the behaviour of decomposition gases in insulating liquids caused by partial discharge and breakdown* », 12th ICDL, Rome (Italie), July 15-19, 1996.
120. », Norme CEI 60836 (Ed. 1), « *Spécifications pour liquides silicones pour usages électriques* 1988.
121. Norme CEI 60944 (Ed. 1), « *Guide de maintenance des liquides silicones pour transformateurs* », Septembre 1988.
122. R. F. BUROW, G. A. VINCENT, Winter meeting IEEE, Power Engineering society, New York, 1974.
123. A. C. M. WILSON, « *Insulating liquids: their uses, manufacture and properties* », Peter Peregrinus, Stevenage, G. B., 1980, p. 124.
124. C. CANDILLON, P. BOSS, « *Utilisation des fluides silicones dans les transformateurs de distribution, en vue du remplacement des askarels* », Bull. ASE / UCS, 7 février 1981, pp. 142-146.
125. J. L. GOUDIE, « *Silicones materials in new high temperature liquid transformer designs* », Electrical Insulation Conference and Electrical Manufacturing and Coil Winding, Vol. 23, September 1997, pp. 455-458.
126. Informations Silicones Rhodorsil, « *Rhodorsil huile 603V50: emploi dans les transformateurs immergés* », n° EL 03-02, 1980.1.

127. <http://www.midel.com/English/PDFFiles/EnvironmentalBehaviour.pdf>
128. Norme CEI 60588-3 (Ed. 1), « *Askarels pour transformateurs et condensateurs - Partie 3: Spécifications pour askarels neufs* », Janvier 1977.
129. Norme CEI 60588-5 (Ed. 1), « *Askarels pour transformateurs et condensateurs - Partie 5: Essai éliminatoire pour déterminer la compatibilité des matériaux avec les askarels pour transformateurs* », Janvier 1979.
130. Norme CEI 60588-6 (Ed. 1), « *Askarels pour transformateurs et condensateurs - Partie 5: Essai éliminatoire pour déterminer les effets des matériaux sur les askarels* », Janvier 1979.
131. P. J. VUARCHEX, « Les isolants liquides dans les condensateurs et les transformateurs : emploi, nature et recherche », Journée électrotechnique, 10-11 Mars 1998, 21 p.
132. S. W. OSBORN, « *PCB removal from transformers* », EPRI Report EL-3345, Project 2028-2 final report, May 1984.
133. F. M. CLARK, « *Insulating materials for design and engineering practice* », John Wiley & Sons, 1962.
134. B. HARRYSSON, « *Huile végétale contre huile minérale* », Naphtenics market magazine, NYNAS, Mars 2001.

135. P. ALOCHET, « *Bruts naphthéniques – Futur à long terme* », CIGRE, groupe 15, Tome 1 des comptes rendu de la session, 1982, p. 32.
136. L. ERHART, « *Miscibilité des huiles isolantes en service* », Bull. ASE 62, Décembre 1971, pp. 1216-1218.
137. Norme AIR 1651 / A, « *Essais des huiles de graissage (essais de laboratoire) - Compatibilité avec les huiles approuvées* », Direction technique des constructions aéronautique, Délégation ministérielle pour l'armement, Mars 1971, p.23.
138. P.J. VUARCHEX, « *Diélectriques de remplacement des PCB* », RGE n° 8, Septembre 1987, pp. 113-118.
139. NYNAS Technical sheet, « *Nynas transformer oil - Nytro 10GBN* », March 1999.
140. Fiche technique RHODIA, « *Rhodorsil huile 604V50 - Emploi dans les transformateurs immergés* », Décembre 1996.
141. M&I Materials Ltd Technical sheet, « *Midel 7131 - Transformer fluid* », August 2001.
142. Norme CEI 60970 (Ed. 1), « *Méthodes de détermination du nombre et de la taille des particules dans les isolants liquides* », Juin 1989.
143. Norme NF E48-658, « *Transmissions hydrauliques - Fluides - Détermination de la pollution particulaire par comptage automatique à absorption de lumière* », Septembre 1990.

144. Norme NF E48-655, « *Transmissions hydrauliques - Fluides - Expression des résultats de mesures de pollution particulaire* », Décembre 1992.
145. Norme ASTM D1934, « *Standard test method for oxidative aging of electrical insulating petroleum oils by open-beaker method* », 1995 (ré approuvée en 2000).
146. Rapport LCIE n° 113, « *Etude des possibilités d'élévation de la température des huiles dans les transformateurs* », étude 75-654, décembre 1964, p. 3.
147. A. M. EMSLEY, X. XIAO, R. J. HEYWOOD, M. ALI, « *Degradation of cellulosic insulation in power transformers - Part 3 : effects of oxygen and water on ageing oil* », IEE Proc.-Sci. Meas. Technol., Vol. 147, n° 3, May 2000, pp. 115-119.
148. B. FALLOU, « *Synthesis of work carried out at LCIE on paper degradation* », RGE, n° 79, 1970, pp.645-656.
149. Norme CEI 60450 (Ed. 2), « *Mesure du degré de polymérisation moyen viscosimétrique des matériaux isolants celluloseux neufs et vieillis à usage électrique* », Avril 2004.
150. Norme CEI 60554-2 (Ed. 2), « *Papiers celluloseux à usages électriques - Partie 2 : Méthodes d'essai* », Novembre 2001.
151. Norme ISO 1924-1, « *Papier et carton - Détermination des propriétés de traction - Partie 1 : méthode à vitesse constante d'application de la charge* », 1992.

152. J. T. HILL, T. T. LE, M. DARVENIZIA, T. SAHA, « *A study of degradation of cellulosic insulation materials in a power transformer. Part 2: Tensile strength of cellulose insulation paper* », Polymer degradation and stability, n° 49, 1995, pp. 429-435.
153. M. C. LESSARD, V. NIFTERICK, M. MASSE, J. F. PENNEAU, R. GROB, « *Physicochemical characterization of the thermal aging of insulating paper in power transformers* », Proceedings of the ISEI, 1996, pp. 533-537.
154. H. P. GASER, « *Ageing of electrical insulation paper* », WICOR Insulation Conference, Rapperswil (Switzerland), september 1996.
155. J. LALOT, « *Statistical processing of dielectric testing methods* », EDF Bulletin des études et recherches, Série B, Réseaux électriques, matériels électriques, n° 1/2, 1983, pp. 5-30.
156. C. VINCENT, C. BENOIT, R. OLIVIER, « *Comparative evaluation of parameters of the dielectric breakdown test on transformer oil* », Conference Record of the 12th ICDL, Roma (Italy), July 15-19, 1996, pp. 337-341.
157. M. C. LESSARD, J. F. PENNEAU, R. GROB and al., « *Physicochemical characterization of the thermal aging of insulating paper in power transformers* », Proceeding of the ISEI, Montréal (Québec), June 16-19, 1996, pp. 533-537.
158. K. DUMKE, H. BORSI, G. P. McCORMICK, « *Fundamental investigations on the influence of temperature and water content on the electrical behaviour of fluid impregnated insulating papers* », Montréal (Québec), Proceedings of the ISEI, June 16-19, 1996, pp. 542-545.

Titre : Etude des huiles et des mélanges à base d'huile minérale pour transformateurs de puissance – Recherche d'une mélange optimal.

Mots clés : huiles isolantes, huile minérale, huile ester synthétique, huile silicone, mélanges, transfert de chaleur et viscosité, tenue diélectrique et tension de claquage, stabilité au vieillissement, densité de charge.

Résumé

L'huile minérale constitue le liquide isolant le plus communément employé dans les transformateurs de puissance d'une part pour ses propriétés physico-chimiques et d'autre part pour son faible coût et sa disponibilité. Cependant les performances de cette huile commencent à être limitées par rapport aux nouveaux critères. Pour palier à ce problème, deux solutions sont envisageables : trouver des liquides de substitution ou améliorer les propriétés de l'huile minérale. C'est à cette deuxième solution qu'est dédié ce travail. Il s'agit de trouver un mélange optimal d'huiles à base d'huile minérale, les additifs considérés étant des liquides isolants utilisés également dans les transformateurs tels que les huiles esters synthétiques et les huiles silicones. Des essais permettant d'analyser des caractéristiques fondamentales comme la miscibilité, la viscosité cinématique, la tenue diélectrique, la stabilité au vieillissement des huiles et des mélanges, et des mesures de tendance à la charge statique, ont été effectuées. Différents mélanges à différentes concentrations ont été étudiés. Pour des raisons techniques et économiques, l'accent est mis sur les mélanges composés de 80% d'huile minérale et 20% des autres types d'huile.

Il ressort des différents essais réalisés que chaque type d'huile a un avantage. L'huile minérale est la plus efficace pour évacuer la chaleur de par sa faible viscosité, l'huile ester synthétique présente la meilleure tenue diélectrique de par sa haute solubilité de l'eau, et l'huile silicone est la plus stable au vieillissement. D'autre part, le mélange optimal obtenu se compose de 80% d'huile minérale et 20% d'ester synthétique. Ce mélange permet d'améliorer certaines caractéristiques de l'huile minérale sans toutefois dégrader ses bonnes propriétés, tout en restant dans un coût raisonnable. Il présente, par rapport à l'huile minérale seule, une aptitude à évacuer la chaleur pratiquement équivalente, une tenue diélectrique plus élevée, une meilleure stabilité au vieillissement et une tendance à la charge statique modérée.

Title : Study of oils and mixtures based on mineral oil for power transformers – Research of the best mixture.

Keywords : Insulating oils, mineral oil, synthetic ester oil, silicon oil, mixtures, heat transfer and viscosity, dielectric strength and breakdown voltage, ageing stability, charge density.

Direction de Recherche

Monsieur Abderrahmane BEROUAL, Professeur des Universités
Centre de Génie Electrique de Lyon (CEGELY), CNRS UMR 5005
Ecole Centrale de Lyon
36, avenue Guy de Collongue
69134 Ecully, France