



HAL
open science

Transformateurs de mesure immergés haute tension : nouveaux matériaux isolants et diagnostic

Anthony Jeanneton

► **To cite this version:**

Anthony Jeanneton. Transformateurs de mesure immergés haute tension : nouveaux matériaux isolants et diagnostic. Autre. Ecole Centrale de Lyon, 2023. Français. NNT : 2023ECDL0010 . tel-04133098

HAL Id: tel-04133098

<https://theses.hal.science/tel-04133098v1>

Submitted on 19 Jun 2023

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

Anthony JEANNETON

**TRANSFORMATEURS DE MESURE IMMERGES HAUTE TENSION : NOUVEAUX
MATERIAUX ISOLANTS ET DIAGNOSTIC**

Soutenu le 6 mars 2023 devant la commission d'examen :

JURY :

J. MARTINEZ	<i>Professeur – Université de Toulouse</i>	Président
S. AGNEL	<i>Professeur – Université de Montpellier</i>	Rapporteur
N. BONIFACI	<i>Docteure – G2Elab - Grenoble</i>	Rapporteuse
C. MOLLE-EPAIN	<i>Docteure – GE Grid Solutions</i>	Examinatrice
A. BEROUAL	<i>Professeur – Ecole Centrale de Lyon</i>	Directeur de thèse
C. PERRIER	<i>Docteur – GE Grid Solutions</i>	Examineur

REMERCIEMENTS

Cette thèse est issue de la collaboration entre le département Matériaux et Eco-conception de la société GE Grid Solutions et du laboratoire Ampère sur le site de l'Ecole Centrale de Lyon (ECL).

Je tiens à remercier mon directeur de thèse, Prof. A. BEROUAL, professeur émérite à l'ECL, pour son accueil au sein du laboratoire Ampère, et pour avoir dirigé ce travail de thèse. Les discussions menées ont toujours été enrichissantes, et avec une bienveillance très appréciée.

Je tiens également à remercier mon encadrant industriel, Dr C. PERRIER, ingénieur principal chez GE Grid Solutions, pour son accueil au sein du département Matériaux et Eco-conception. Sa supervision et ses conseils ont été d'une grande aide, à la fois pour la réussite de ce travail de thèse, mais également pour mon développement personnel en tant que jeune ingénieur.

Je remercie mes managers successifs au sein du département Matériaux et Eco-conception, Dr Y. KIEFFEL et M. T. BERTELOOT, pour leur accueil au sein du département Matériaux et Eco-conception.

Mes remerciements vont également à Dr. Habilitée N. BONIFACI et au Prof. S. AGNEL pour avoir accepté d'être rapporteurs et membres du jury de ce travail de thèse. Je remercie également le Prof. J. MARTINEZ ainsi que Dr. C. MOLLE-EPAIN pour avoir accepté d'être membres du jury de thèse.

Ce travail de thèse est le fruit de nombreuses collaborations au sein de GE Grid Solutions et du laboratoire Ampère.

Mes remerciements vont tout d'abord à l'ensemble de mes collègues du département Matériaux et Eco-conception. Et plus particulièrement à A. LAURENT et P. DUBOIS, techniciens de recherche, ainsi qu'à N. BARRIER, stagiaire technicien, pour leurs aides dans la réalisation de la partie expérimentale du projet. Un grand merci également à Arthur, Charlotte, Elliott, Louis, Mathéo, pour leur bonne humeur et tous les bons moments partagés ensemble.

Je remercie mes collègues du Laboratoire Oksman Seraphin (LOS) de Toulouse dont Dr. C. MOLLE-EPAIN est la manager. Et plus particulièrement, merci à X. MINNITI, C. MICHELLON et S. RUI pour leur sympathie et leur aide pour la réalisation des mesures d'acidité, de méthanol et de furfural.

Je remercie également mes collègues de GE Grid Solutions, Dr. Z. ROMAN et Mme. M. RIBEIRO, de l'usine de transformateurs de mesure à Charleroi aux Etats-Unis, Mme M. MARUGAN, du laboratoire TICC à Massy, M. E. PETERS, expert des transformateurs de mesure basé en Belgique, pour tous nos échanges, leur sympathie et leurs précieux conseils tout au long de ce travail de thèse.

Je tiens à remercier mes collègues du laboratoire Ampère, en particulier Dr. E. VAGNON et Dr. S. ANAND, pour leur sympathie et leur agréable collaboration.

Enfin, je tiens également à remercier ma famille et mes amis pour leur soutien sans faille tout au long de ces 3 années sans lequel tout cela n'aurait pas été possible. Un grand merci à ma mère et à ma sœur, qui ont toujours été des modèles de persévérance. Enfin, un grand merci à Chloé (x2!), Clément, Damien, Karim, Lucie, Lysia, Raymond, Yann, ma dream team de tous horizons.

RESUME

Les transformateurs de mesure sont des appareillages utilisés en haute tension qui jouent un rôle d'abaisseur de tension et/ou de courant pour des fonctions de mesure ou de protection du réseau. Ces appareils sont majoritairement isolés à l'huile et au papier. Les données relatives au vieillissement de ces appareillages sont relativement faibles en comparaison avec d'autres types de transformateurs comme les transformateurs de puissance. Cependant, des cas de défaillances sont parfois observés sur ce type de transformateur, provoquant généralement une explosion conduisant à la destruction de ce dernier et l'endommagement des équipements environnants, présentant ainsi un danger potentiel pour toute personne à proximité. Aussi, le type d'huile actuellement utilisé de façon très majoritaire est l'huile minérale, dérivée du pétrole et donc produit non-biodégradable, non renouvelable et facilement inflammable.

C'est dans ce cadre que s'inscrit cette thèse. Elle porte principalement sur la recherche et l'étude de matériaux isolants alternatifs biodégradables et/ou plus sécuritaires vis-à-vis du risque de feu en comparaison aux huiles minérales, et l'optimisation des méthodes de diagnostic des systèmes d'isolation papier/huile des transformateurs de mesures à travers l'huile.

Ce travail a permis de montrer que : (1) les hydrocarbures biodégradables présentent des caractéristiques similaires aux huiles minérales du point de vue du vieillissement thermique tout en facilitant l'étape d'imprégnation du papier par l'huile, (2) les liquides esters permettent d'augmenter la durée de vie de l'isolation papier, cependant, leur plus grande viscosité rallonge l'étape d'imprégnation du papier et (3) les gels silicones sont également une alternative envisageable; les tests réalisés indiquent que la tenue diélectrique de ce matériau est conforme à ce qui est attendu pour l'application avec une expansion thermique légèrement supérieure à celle des huiles minérales.

Enfin, l'optimisation du diagnostic à travers l'huile vise à améliorer les techniques de diagnostic et permettre à terme de mieux anticiper les cas de défaillance et d'éviter l'explosion des appareillages, et pérenniser ainsi le matériel existant. Les essais réalisés avec le furfural et le méthanol semblent indiquer une bonne corrélation avec la dégradation du papier. L'apport de l'analyse infrarouge au diagnostic est plus limité. Cette technique s'est révélée cependant particulièrement intéressante pour l'étude des phénomènes de transestérification du papier en présence d'esters.

ABSTRACT

Instruments Transformers (ITR) are high voltage electrical apparatus. They have a measuring and/or protecting function on the electrical network by decreasing current and/or voltage. ITR are mainly oil-filled. The data related to the aging of these devices are relatively low in comparison with other types of transformers such as power transformers (PTR). However, cases of failures are sometimes observed on this type of transformer (ITR), generally causing an explosion leading to the destruction of the latter and the damage of the surrounding equipment, thus presenting a potential danger for anyone nearby. In addition, the main insulating oil used in ITR are mineral oil. The mineral oils are petrol derivatives and thus not biodegradable, not renewable and easily flammable.

The aim of this study is the optimization of the oil-filled ITR's insulation. The project is divided in two parts: alternative insulating materials and oil diagnosis. The alternative insulating materials part is focused on the study of other materials that could be biodegradable and/or having a better fire resistance compared to mineral oil. This thesis work has shown that: (1) biodegradable hydrocarbons have characteristics similar to mineral oils from the point of view of thermal aging while facilitating the step of impregnating the paper with the oil, (2) the ester liquids make it possible to increase the life of paper insulation, however, their greater viscosity lengthens the impregnation step of the paper and (3) silicone gels are also a possible alternative; the tests carried out indicate that the dielectric strength of this material complies with what is expected for the application with a thermal expansion slightly greater than that of mineral oils.

Finally, the optimization of diagnostics through oil aims to improve diagnostic techniques and ultimately make it possible to better anticipate cases of failure and avoid the explosion of equipment, and thus make existing equipment durable. The tests carried out with furfural and methanol seem to indicate a good correlation with the degradation of the paper. The contribution of infrared analysis to diagnosis is more limited. However, this technique has proved to be particularly interesting for the study of the phenomena of transesterification of paper in the presence of esters.

TABLE DES MATIERES

INTRODUCTION GENERALE	20
CHAPITRE 1 : ETAT DE L'ART	24
1. Généralités sur les transformateurs de mesure.....	24
<i>1.1. Technologies des transformateurs de mesure</i>	<i>24</i>
1.1.1. Rôle	24
1.1.2. Principe de fonctionnement.....	24
<i>1.2. Les différents types</i>	<i>26</i>
1.2.1. Transformateurs de Courant (TC).....	26
1.2.2. Transformateurs de Tension (TT)	27
1.2.3. Combinés de Mesure (CM).....	29
2. Isolants dans les transformateurs de mesure	30
<i>2.1. Fonctions des isolants</i>	<i>30</i>
<i>2.2. Isolation liquide.....</i>	<i>30</i>
2.2.1. Les huiles minérales	30
2.2.2. Additifs dans les huiles minérales	32
2.2.3. Propriétés importantes des huiles minérales	33
2.2.4. Cahier des charges pour les transformateurs de mesure	36
a. Caractéristiques générales.....	36
b. Caractéristiques dépendant de la température minimale d'utilisation.....	38
c. Caractéristiques dépendant du niveau de tension de l'appareillage	38
d. Informations additionnelles.....	39
e. Tests additionnels.....	39
<i>2.3. Isolation solide</i>	<i>41</i>
2.3.1. Composition de l'isolation cellulosique.....	41
2.3.2. Cahier des charges pour les transformateurs de mesure	43
a. Caractéristiques générales.....	43
b. Caractéristiques dépendant de l'épaisseur du papier.....	45
c. Test additionnel de compatibilité	46

2.4. Isolation mixte liquide et solide	46
2.4.1. Fonctions, propriétés et cahier des charges de l'isolation mixte.....	47
2.4.2. Séchage de l'isolation.....	48
2.4.3. Imprégnation de l'isolation	49
a. Principe	49
b. Imprégnation en usine.....	52
2.5. Endurance thermique des systèmes d'isolation	53
3. Transformateurs de mesure en service	54
3.1. Cas de défaillance	54
3.2. Dégradation de l'isolation papier.....	56
3.2.1. Mécanismes de dégradation	57
3.2.2. Marqueurs de vieillissement.....	58
a. Analyses directes de l'isolation solide	59
b. Analyses indirectes à travers l'isolation liquide.....	60
3.3. Dégradation de l'isolation liquide	62
3.3.1. Mécanismes de dégradation	62
3.3.2. Marqueurs de vieillissement.....	62
a. Couleur et aspect.....	63
b. Tension de claquage.....	63
c. Teneur en eau	64
d. Acidité.....	65
e. Facteur de dissipation diélectrique.....	65
f. Teneur en inhibiteur	65
3.4. Monitoring de l'état de l'isolation en service	66
3.4.1. Mesures conventionnelles	66
a. Analyse des gaz dissous.....	66
b. Teneur en eau.....	68
c. Mesures diélectriques.....	71
3.4.2. Méthodes complémentaires de diagnostic.....	71
a. Dérivés furaniques et méthanol.....	71
b. Utilisation de la spectroscopie infrarouge pour le monitoring.....	74

4. Autres matériaux isolants utilisés en électrotechnique.....	76
4.1. <i>Liquides isolants alternatifs</i>	76
4.1.1. Etat des lieux des liquides disponibles	76
a. Huiles minérales.....	76
b. Autres hydrocarbures	77
c. Huiles esters	77
d. Autres liquides	79
4.1.2. Utilisation des liquides alternatifs	79
4.1.3. Propriétés des liquides isolants en comparaison du cahier des charges	82
a. Huiles minérales.....	82
b. Autres hydrocarbures	83
c. Esters.....	84
d. Comparatif des différents liquides	86
4.1.4. Systèmes d'isolation mixtes.....	89
a. Dégradation du papier et classe thermique	89
b. Imprégnation de l'isolation cellulosique.....	98
4.1.5. Récapitulatif	99
4.2. <i>Elastomères silicones</i>	100
4.2.1. Structure, classification et utilisation des produits silicones.....	100
4.2.2. Les élastomères silicones RTV-2	103
4.2.3. Propriétés physico-chimiques intéressantes	104
a. Propriétés générales des PDMS [83,87,88].....	104
b. Propriétés des élastomères silicones RTV-2 [89]	105
4.2.4. Récapitulatif	106
5. Conclusion	107

CHAPITRE 2 : LIQUIDES ISOLANTS ALTERNATIFS	108
1. Introduction.....	108
2. Choix des matériaux	109
3. Etude du vieillissement thermique	110
3.1. <i>Méthodologie.....</i>	110
3.1.1. Vieillissement accéléré : principe de la loi d'Arrhenius	110
3.1.2. Définition des essais.....	113
a. Conditions expérimentales.....	113
b. Monitoring de la dégradation des matériaux.....	115
3.1.3. Mise en place des essais	116
a. Maquettes de vieillissement	116
b. Vérification des conditions d'essai et détermination du critère de fin de vie	119
3.2. <i>Description des essais de caractérisation.....</i>	120
3.2.1. Résistance à la traction.....	120
3.2.2. Tension de claquage et rigidité diélectrique.....	122
3.2.3. Teneur en eau	124
3.2.4. Facteur de dissipation diélectrique ($\tan \delta$)	125
3.2.5. Analyses des gaz dissous.....	127
3.2.6. Acidité.....	129
3.3. <i>Résultats</i>	129
3.3.1. Caractérisation avant essais.....	130
3.3.2. Vieillissement du papier.....	132
a. Résistance à la traction.....	132
b. Courbes de vieillissement	141
c. Analyse des gaz dissous : CO et CO ₂	144
3.3.3. Vieillissement de l'huile.....	149
a. Teneur en eau.....	149
b. Tension de claquage.....	153
c. Facteur de dissipation diélectrique.....	156
d. Acidité.....	160
e. Analyse des gaz dissous : CH ₄ , C ₂ H ₄ et C ₂ H ₆	164

3.3.4. Synthèse	169
a. Huiles minérales : HM1 & HM2.....	169
b. Hydrocarbures biodégradables : HB1 & HB2	170
c. Huiles esters : ES & EN.....	171
4. Etude de l'imprégnation.....	173
4.1. Méthodologie.....	173
4.1.1. Principe de l'Imprégnation capillaire.....	173
4.1.2. Conditions d'essais et mise en place	174
4.2. Résultats	175
4.2.1. Imprégnation capillaire	175
4.2.2. Discussion	178
5. Conclusion	179
CHAPITRE 3 : METHODES COMPLEMENTAIRES DE DIAGNOSTIC.....	181
1. Introduction.....	181
2. Choix des matériaux et méthodologie	182
3. Techniques expérimentales	182
3.1. Dérivés furaniques : furfural (2-FAL)	182
3.2. Méthanol.....	183
3.3. Infrarouge à transformée de Fourier par réflexion	184
4. Résultats.....	186
4.1. Dérivés furaniques : furfural (2-FAL)	186
4.2. Méthanol.....	194
4.3. Infrarouge à transformée de Fourier – Par réflexion.....	200
4.3.1. Dégradation de l'huile.....	200
4.3.2. Dégradation du papier	204
4.4. Synthèse.....	208
5. Conclusion	210

CHAPITRE 4 : GELS DE SILICONE	211
1. Introduction.....	211
2. Choix des matériaux	212
3. Préparation des gels silicones.....	213
3.1. Mélange.....	213
3.2. Dégazage.....	214
3.3. Polymérisation	215
4. Techniques expérimentales	217
4.1. Tension de claquage.....	217
4.2. Expansion thermique.....	218
5. Caractérisation.....	219
5.1. Structure chimique	219
5.2. Tension de claquage.....	220
5.3. Expansion thermique.....	225
6. Conclusion	227
CONCLUSION GENERALE	230
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....	233

TABLE DES FIGURES

Figure 1 - Fonction des transformateurs de mesure au sein du réseau électrique [2].....	21
Figure 2 - Principe de fonctionnement d'un transformateur idéal [8].....	25
Figure 3 - Schéma (a) [6] et photo (b) d'un transformateur de courant de type inversé	26
Figure 4 - Schéma (a) [6] et photo (b) d'un transformateur de tension inductif.....	27
Figure 5 - Schéma (a) [6] et photo (b) d'un transformateur de tension capacitif	28
Figure 6 - Schéma (a) [6] et photo (b) d'un combiné de mesure.....	29
Figure 7 - Structure générale d'une huile minérale [10]	31
Figure 8 - Processus de raffinage des huiles minérales [13].....	32
Figure 9 - Isolation cellulosique autour du noyau magnétique d'un TC	41
Figure 10 - Structure chimique de la cellulose [9].....	42
Figure 11 - Structures chimiques des composés hémicellulosiques typiques [25].....	42
Figure 12 - Structure chimique de la lignine [24].....	42
Figure 13 - Montage de la partie active entourée de papier isolant avant séchage.....	48
Figure 14 - Four industriel horizontal utilisé pour le séchage de la cellulose à échelle industrielle	49
Figure 15 - Etapes d'imprégnation (a) Pores du papier sous vide (b) Imprégnation de l'huile dans les pores par capillarité [30].....	50
Figure 16 - Remplissage sous vide de l'appareil avec l'huile isolante circulant dans le tuyau	52
Figure 17 - Mécanismes de dégradation de la cellulose : a) Pyrolyse, b) Oxydation, c) Hydrolyse [39].....	57
Figure 18 - Tests de vieillissement : a) Suivi du DP, b) Suivi de la tenue mécanique, c) Corrélation des deux grandeurs [25].....	59
Figure 19 - Lien entre la scission de la cellulose la teneur en eau du papier d'après différentes études tirées de la littérature [25].....	60
Figure 20 - Mécanisme de dégradation de la cellulose conduisant à la formation de 2-FAL [25]	61
Figure 21 - Liaison glycosidique β -1,4 de la cellulose [44]	61
Figure 22 - Influence de l'humidité et de la teneur en particules sur la rigidité diélectrique [36]	64
Figure 23 - Saturation en humidité de l'huile minérale en fonction de la température pour différentes valeurs d'humidité [36]	64
Figure 24 - Proportions en gaz formés en fonction des défauts [46]	68
Figure 25 - Courbe de Oommen pour l'équilibre en humidité huile minérale neuve/papier [25].	69
Figure 26 - Courbes de Perrier-Lukic pour l'équilibre en humidité de l'huile/papier+carton pour les huiles minérales et les esters naturels [48]	70
Figure 27 - Courbes d'équilibre en humidité de l'huile-papier pour des huiles minérales neuves et vieilles [18]	70
Figure 28 - Corrélation entre les dérivés furaniques et le DP [21]	72
Figure 29 - Corrélation entre le DP de la cellulose et les marqueurs MeOH et 2-FAL dans une huile minérale et un ester synthétique [51]	72
Figure 30 - Coefficient de partition de différents marqueurs dont 2-FAL/MeOH en fonction de la température [25].....	73

Figure 31 - Spectre IR de papier kraft imprégné à l'huile minérale neuf (T0) et ayant vieilli pendant 1008h à 120°C (T3.120°) et à 150°C (T3.150) [52]	74
Figure 32 - Spectres IR aux longueurs d'onde 3700-3000 cm-1 du papier kraft aux températures de vieillissement de 120°C (a) et 150°C (b) [52].....	75
Figure 33 - Structure chimique d'un iso-alcane [59].....	77
Figure 34 - Structure chimique d'un ester synthétique [10].....	77
Figure 35 - Structure chimique d'un ester naturel [10]	78
Figure 36 - Acides gras les plus courants dans les esters naturels [10]	78
Figure 37 - Structure chimique d'une huile silicone [59].....	79
Figure 38 - Evolution de l'utilisation des liquides isolants pour transformateur [61].....	81
Figure 39 - Réaction d'hydrolyse de l'ester naturel [52]	90
Figure 40 - Mécanisme de transestérification du papier [52]	91
Figure 41 - Evolution de la tenue à la traction du papier en fonction de temps de vieillissement [77].....	92
Figure 42 - Evolution de la tenue à la traction du papier en fonction de temps de vieillissement [78].....	93
Figure 43 - Evolution de la résistance à la traction du carton [79]	94
Figure 44 - Evolution du DP avant (orig.) et après vieillissement en conditions scellées (closed) et non scellées (open) [80]	95
Figure 45 - Evolution de la tenue mécanique du papier avec le temps de vieillissement [81].....	96
Figure 46 - Evolution du DP avec la durée de vieillissement pour l'huile minérale (a) et l'huile GTL (b) [82]	97
Figure 47 - Structure générale d'un PDMS	100
Figure 48 - Classification des silicones	101
Figure 49 - Sous-catégories des produits silicones [85]	101
Figure 50 - Les différents polymères silicones et leurs applications [86]	102
Figure 51 - Polymérisation de silicone RTV-2 par polycondensation [87]	103
Figure 52 - Polymérisation de silicone RTV-2 par polyaddition [87]	103
Figure 53 - Structure hélicoïdale torsadée des polymères de silicone [88]	104
Figure 54 - Exemple de détermination de la durée de vie en fonction du temps et de la température d'essai [95]	111
Figure 55 - Exemple d'une courbe de vieillissement [96]	112
Figure 56 - Impact du rapport de masse papier-huile sur la dégradation du papier [99].....	117
Figure 57 - Mise en forme du papier (a), de l'huile (b) et du cuivre (c).....	118
Figure 58 - Bocal en verre scellé sous vide contenant le papier, l'huile et le cuivre	119
Figure 59 - Machine de traction avec une bandelette de papier après essai	121
Figure 60 - Essai de traction sur bandelette vieillie où la zone de rupture se situe au niveau des mors.....	122
Figure 61 - Banc de claquage pour la mesure de la tension de claquage.....	123
Figure 62 - Cellule de claquage avec électrodes hémisphériques.....	123
Figure 63 - Coulomètre pour la mesure de teneur en eau dans les liquides.....	124
Figure 64 - Appareil de mesure du facteur de dissipation diélectrique	125
Figure 65 - Principe de la mesure du facteur de dissipation diélectrique	126

Figure 66 - Appareil de chromatographie phase gazeuse avec système d'extraction Headspace pour l'analyse des gaz dissous	127
Figure 67 - Evolution de la résistance à la traction des différents systèmes des essais à 96h	133
Figure 68 - Evolution de la résistance à la traction du système HM2 en comparaison du système HM1 pour les différents essais.....	134
Figure 69 - Evolution de la résistance à la traction du système HB1 en comparaison du système HM1 pour les différents essais.....	135
Figure 70 - Evolution de la résistance à la traction du système HB2 en comparaison du système HM1 pour les différents essais.....	136
Figure 71 - Evolution de la résistance à la traction du système ES en comparaison du système HM1 pour les différents essais.....	137
Figure 72 - Evolution de la résistance à la traction du système EN en comparaison du système HM1 pour les différents essais.....	138
Figure 73 - Durées de vie des différents systèmes en fonction de la température d'essai	140
Figure 74 - Courbes de vieillissement pour un critère de fin de vie à 50% de la résistance mécanique initiale	141
Figure 75 - Courbes de vieillissement ajustées pour un critère de fin de vie à 50% de la résistance mécanique initiale	143
Figure 76 - Evolution de la concentration en CO après essais pendant 28 et 125 jours.....	145
Figure 77 - Influence de la température sur la génération du CO après 28 jours d'essai pour les différents systèmes.....	146
Figure 78 - Evolution de la concentration en CO ₂ après essais pendant 125 jours	147
Figure 79 - Evolution de la concentration en CO ₂ après essais pendant 28 jours	147
Figure 80 - Influence de la température sur la génération du CO ₂ après 28 jours d'essai pour les différents systèmes.....	148
Figure 81 - Evolution de la teneur en eau des huiles minérales et des hydrocarbures biodégradables vieillis pendant 125 jours.....	149
Figure 82 - Evolution de la teneur en eau des huiles minérales et des hydrocarbures biodégradables vieillis pendant 28 jours.....	150
Figure 83 - Evolution de la teneur en eau des huiles minérales et des hydrocarbures biodégradables vieillis pendant 4 jours.....	150
Figure 84 - Evolution de la teneur en eau des esters vieillis pendant 125 jours.....	151
Figure 85 - Evolution de la teneur en eau des esters vieillis pendant 28 jours.....	152
Figure 86 - Evolution de la teneur en eau des esters vieillis pendant 4 jours.....	152
Figure 87 - Evolution de la tension de claquage pour les essais réalisés sur 125 jours.....	154
Figure 88 - Evolution de la tension de claquage pour les essais réalisés sur 28 jours.....	154
Figure 89 - Evolution de la tension de claquage pour les essais réalisés sur 4 jours.....	155
Figure 90 - Evolution du facteur de dissipation diélectrique des huiles minérales et des hydrocarbures biodégradables pour les essais réalisés sur 125 jours	156
Figure 91 - Evolution du facteur de dissipation diélectrique des huiles minérales et des hydrocarbures biodégradables pour les essais réalisés sur 28 jours	157
Figure 92 - Evolution du facteur de dissipation diélectrique des huiles minérales et des hydrocarbures biodégradables pour les essais réalisés sur 4 jours	157

Figure 93 - Evolution du facteur de dissipation diélectrique des esters pour les essais réalisés sur 125 jours.....	158
Figure 94 - Evolution du facteur de dissipation diélectrique des esters pour les essais réalisés sur 28 jours.....	159
Figure 95 - Evolution du facteur de dissipation diélectrique des esters pour les essais réalisés sur 4 jours.....	159
Figure 96 - Evolution de l'acidité des huiles minérales et des hydrocarbures biodégradables pour les essais réalisés sur 125 jours.....	160
Figure 97 - Evolution de l'acidité des huiles minérales et des hydrocarbures biodégradables pour les essais réalisés sur 28 jours.....	161
Figure 98 - Evolution de l'acidité des huiles minérales et des hydrocarbures biodégradables pour les essais réalisés sur 4 jours.....	161
Figure 99 - Evolution de l'acidité des esters pour les essais réalisés sur 125 jours.....	162
Figure 100 - Evolution de l'acidité des esters pour les essais réalisés sur 28 jours.....	163
Figure 101 - Evolution de l'acidité des esters pour les essais réalisés sur 4 jours.....	163
Figure 102 - Concentrations en CH ₄ , C ₂ H ₄ et C ₂ H ₆ des huiles minérales et des hydrocarbures biodégradables vieillis pendant 125 jours.....	165
Figure 103 - Concentrations en CH ₄ , C ₂ H ₄ et C ₂ H ₆ des esters vieillis pendant 125 jours.....	165
Figure 104 - Concentrations en CH ₄ , C ₂ H ₄ et C ₂ H ₆ des huiles minérales et des hydrocarbures biodégradables vieillis pendant 28 jours.....	166
Figure 105 - Concentrations en CH ₄ , C ₂ H ₄ et C ₂ H ₆ des esters vieillis pendant 28 jours.....	166
Figure 106 - Proportions en CH ₄ , C ₂ H ₄ et C ₂ H ₆ pour les essais sur 125 jours.....	167
Figure 107 - Proportions en CH ₄ , C ₂ H ₄ et C ₂ H ₆ pour les essais sur 28 jours.....	168
Figure 108 - Formation d'éthane à partir de l'oxydation et de la mise en température d'acides gras.....	169
Figure 109 - Illustration de l'effet capillaire [115].....	173
Figure 110 - Essais d'imprégnation capillaire.....	174
Figure 111 - Etude de l'imprégnation capillaire en fonction du temps.....	175
Figure 112 - Etude de l'imprégnation capillaire en fonction de la racine carrée du temps.....	176
Figure 113 - Relation entre le coefficient et la viscosité des différents liquides testés.....	177
Figure 114 - Appareil d'analyse en HPLC pour les dérivés furaniques.....	183
Figure 115 - Appareil de chromatographie phase gazeuse avec système d'extraction HeadSpace pour la mesure de méthanol.....	183
Figure 116 - Spectromètre infrarouge équipé d'un accessoire ATR.....	184
Figure 117 - Accessoire ATR pour spectromètre infrarouge [118].....	185
Figure 118 - Evolution de la concentration en 2-FAL en fonction de la durée de vieillissement pour les essais à 125 jours.....	186
Figure 119 - Evolution de la concentration en 2-FAL en fonction de la durée de vieillissement pour les essais à 28 jours.....	187
Figure 120 - Evolution de la concentration en 2-FAL en fonction de la durée de vieillissement pour les essais à 4 jours.....	187
Figure 121 - Evolution de la concentration en 2-FAL en fonction de la dégradation du papier pour les huiles minérales.....	188

Figure 122 - Evolution de la concentration en 2-FAL en fonction de la dégradation du papier pour les hydrocarbures biodégradables.....	189
Figure 123 - Evolution de la concentration en 2-FAL en fonction de la dégradation du papier pour les huiles esters	189
Figure 124 - Corrélation du % de résistance à la traction avec la concentration en furfural pour les hydrocarbures biodégradables en comparaison du système de référence	191
Figure 125 - Corrélation du % de résistance à la traction avec la concentration en furfural pour l'ester synthétique en comparaison du système de référence	192
Figure 126 - Evolution de la concentration en méthanol en fonction de la durée de vieillissement pour les essais sur 125 jours.....	194
Figure 127 - Evolution de la concentration en méthanol en fonction de la durée de vieillissement pour les essais sur 28 jours.....	195
Figure 128 - Evolution de la concentration en méthanol en fonction de la durée de vieillissement pour les essais sur 4 jours.....	195
Figure 129 - Evolution de la concentration en méthanol en fonction de la dégradation du papier pour les huiles minérales.....	196
Figure 130 - Evolution de la concentration en méthanol en fonction de la dégradation du papier pour les autres hydrocarbures	197
Figure 131 - Corrélation entre concentration en méthanol et résistance à la traction pour les systèmes HM1, HM2, HB1 et HB2	198
Figure 132 - Spectres IR de l'huile HM1 avant et après vieillissement	201
Figure 133 - Spectres IR de l'huile HM2 avant et après vieillissement	201
Figure 134 - Spectres IR de l'huile HB1 avant et après vieillissement	202
Figure 135 - Spectres IR de l'huile HB2 avant et après vieillissement.....	202
Figure 136 - Spectres IR de l'huile ES avant et après vieillissement.....	203
Figure 137 - Spectres IR de l'huile EN avant et après vieillissement	203
Figure 138 - Spectres IR du papier imprégné à l'huile minérale HM1 avant et après vieillissement à 145°C pendant 28 jours.....	205
Figure 139 - Spectres IR du papier imprégné à l'ester synthétique ES avant et après vieillissement à 145°C pendant 28 jours.....	205
Figure 140 - Spectres IR du papier imprégné à l'ester naturel EN avant et après vieillissement à 160°C pendant 28 jours.....	205
Figure 141 - Evolution de l'absorbance du pic vers 3340 cm ⁻¹ après 28 jours de vieillissement pour les systèmes HM1, ES et EN	206
Figure 142 - Evolution de l'absorbance du pic vers 1750 cm ⁻¹ après 28 jours de vieillissement pour les systèmes HM1, ES et EN	207
Figure 143 - Impact de la proportion en partie A sur l'état physique du produit silicone obtenu après préparation [128]	213
Figure 144 - Partie B du gel GSC avant et après homogénéisation.....	214
Figure 145 - Etape de dégazage du gel silicone SGI2	215
Figure 146 - Phénomène de rétraction sur le gel GSI1 après polymérisation à 100°C et utilisation à 20°C	216
Figure 147 - Etape de dégazage de la cellule de mesure de la tension de claquage	217

Figure 148 - Essai d'expansion thermique sur gel silicone	218
Figure 149 - Spectres IRTF par réflexion des différentes références de gels silicones	219
Figure 150 - Essais de claquage sur gels silicones avec un gap de 2,5mm et 2 minutes d'attente entre chaque répétition	220
Figure 151 - Essais de claquage sur gels silicones avec un gap de 1mm et 2 minutes d'attente entre chaque répétition	221
Figure 152 - Apparition de bulles de gaz après claquage et disparition de ces bulles de gaz après repos du gel suite au claquage	222
Figure 153 - Essais de claquage sur gels silicones avec un gap de 2,5mm et 1 heure d'attente entre chaque répétition	222
Figure 154 - Essais de claquage sur gels silicones avec un gap de 1mm et 1 heure d'attente entre chaque répétition	223
Figure 155 - Essais d'expansion thermique sur les gels silicones	225
Figure 156 - Evolution de la pression exercée par les produits silicones avec l'expansion due à la température [133]	226

TABLE DES TABLEAUX

Tableau 1 - Propriétés requises des huiles isolantes [12,16,17]	33
Tableau 2 - Caractéristiques générales du cahier des charges pour les huiles minérales isolantes (transformateurs de mesure)	37
Tableau 3 - Caractéristiques dépendant de la température minimale d'utilisation du cahier des charges pour les huiles minérales isolantes	38
Tableau 4 - Caractéristiques dépendant du niveau de tension du cahier des charges pour les huiles minérales isolantes	38
Tableau 5 - Quantités de matériaux à introduire pour un test de compatibilité avec 200mL d'huile [23].....	40
Tableau 6 - Valeurs maximales admissibles après essai de compatibilité.....	40
Tableau 7 - Caractéristiques générales du papier kraft isolants d'après le cahier des charges pour les transformateurs de mesure.....	43
Tableau 8 - Caractéristiques dépendant de l'épaisseur du papier kraft d'après le cahier des charges pour les transformateurs de mesure	45
Tableau 9 - Propriétés diélectriques du papier avant et après séchage et imprégnation [28]	47
Tableau 10 - Cahier des charges pour l'isolation mixte [26]	47
Tableau 11 - Propriétés d'endurance thermique de l'isolation huile-papier [34]	54
Tableau 12 - Nombre de défaillances majeures et de cas d'incendie et d'explosion [3]	55
Tableau 13 - Nombre de cas d'incendie et d'explosion pour les transformateurs de courant [3]..	56
Tableau 14 - Essais de routine pour le suivi des huiles minérales en service.....	63
Tableau 15 - Concentrations maximales de gaz admissibles en ppm pour des transformateurs de mesure hermétiques [45].....	68
Tableau 16 - Limites de teneur en eau pour les huiles minérales en service utilisées dans les transformateurs de mesure [18]	69
Tableau 17 - Limites de tension de claquage et de FDD pour les huiles minérales en service utilisées dans les transformateurs de mesure [18].....	71
Tableau 18 - Utilisation des liquides isolants dans les transformateurs version 2010 [60].....	79
Tableau 19 - Utilisation des liquides isolants dans les transformateurs version 2022 [5].....	79
Tableau 20 - Propriétés des huiles minérales en comparaison des spécifications GE [64,65]	82
Tableau 21 - Propriétés des autres hydrocarbures en comparaison des spécifications GE [62,66,67].....	83
Tableau 22 - Propriétés des esters en comparaison des spécifications GE [68,69,70]	85
Tableau 23 - Classe thermique de l'ester naturel et de l'huile minérale en combinaison avec le papier kraft [25]	90
Tableau 24 - Détermination du coefficient lambda pour différents liquides isolants [31]	98
Tableau 25 - Propriétés des liquides alternatifs en comparaison des huiles minérales	99
Tableau 26 - Comparaison des propriétés des élastomère silicone RTV-2 vs huile minérale....	105
Tableau 27 – Liste et abréviations des liquides isolants étudiés.....	109
Tableau 28 - Conditions de température et de durée de vieillissement pour l'évaluation thermique des systèmes d'isolation [97].....	113

Tableau 29 - Conditions d'essai des différents systèmes d'isolation pour l'étude de vieillissement thermique	114
Tableau 30 - Périodes de prélèvement en fonction de la durée de vieillissement	114
Tableau 31 - Vérification de l'efficacité de la procédure de séchage de l'isolation	118
Tableau 32 - Détermination de l'état de dégradation finale du papier attendue après essai pour les différents systèmes à étudier	120
Tableau 33 - Temps d'agitation pour les essais de claquage [103]	123
Tableau 34 - Etalonnage de la chromatographie phase gazeuse pour les différents types de liquide	128
Tableau 35 - Propriétés initiales sans vieillissement, après traitement, des huiles HM1, HM2, HB1 et HB2.....	130
Tableau 36 - Propriétés initiales sans vieillissement, après traitement, des huiles ES et EN.....	131
Tableau 37 - Résistance à la traction initiale du papier kraft imprégné dans les différents liquides testés.....	131
Tableau 38 - Paramètres des équations de l'évolution de la résistance à la traction.....	139
Tableau 39 - Paramètres des courbes de vieillissement et indices thermiques.....	142
Tableau 40 - Paramètres ajustés des courbes de vieillissement.....	143
Tableau 41 - Calcul des pentes pour l'étude de l'imprégnation capillaire.....	176
Tableau 42 - Calcul des coefficients λ pour les différents systèmes	177
Tableau 43 - Détermination des coefficients A et B pour les systèmes HM1, HB1, HB2 et ES	192
Tableau 44 - Détermination des coefficients A' et B' pour les systèmes HM1, HM2, HB1 et HB2	199
Tableau 45 - Corrélation méthanol et dégradation du papier des transformateurs de puissance [122].....	199
Tableau 46 - Composition générale d'un gel silicone à usage électrotechnique.....	212
Tableau 47 - Caractéristiques principales des gels silicones étudiés	213
Tableau 48 - Résultats des essais de tension de claquage avec un temps d'attente d'une heure entre deux répétitions	223
Tableau 49 - Calculs des coefficients d'expansion thermique des différents gels	226

INTRODUCTION GENERALE

Les postes à haute tension (HT) sont le siège de perturbations électriques et électromagnétiques exceptionnelles, dues en particulier aux manœuvres des appareillages. Les lignes sont exposées aux décharges atmosphériques et transmettent les surtensions rapides correspondant aux équipements qui leur sont couplés. En conséquence, aux grandeurs nominales du courant et de tension se superposent des parasites de très grande amplitude (plusieurs kiloampères, plusieurs centaines de kilovolts), dont le spectre de fréquence va jusqu'à quelques mégahertz pour les postes ouverts à une centaine de mégahertz pour les postes à isolement gazeux [1].

Les équipements chargés du comptage de l'énergie et de la protection du réseau sont des dispositifs de mesure à basse tension (BT) précis et rapides, mais délicats ; ils utilisent de plus en plus des composants électroniques et sont fonctionnellement reliés à des automatismes numériques dont la fiabilité n'est assurée que par la mise en œuvre dans un environnement électrique et climatique sain. Les grandeurs mesurables par ces dispositifs sont à relativement faible niveau, de l'ordre de 1 A pour les courants et de 100 V pour les tensions ; elles sont normalisées, de façon à les rendre indépendantes des réseaux, autorisant ainsi une standardisation des équipements [1].

Il est indispensable d'utiliser un dispositif intermédiaire entre la ligne (ou le câble) et les équipements à basse tension (Figure 1), pour les deux raisons suivantes [1] :

- Réduction des valeurs des courants et des tensions à des valeurs compatibles avec les appareils de mesure et de protection.
- Découplage de ces appareils vis-à-vis des hautes tensions, permanentes ou transitoires, des réseaux.

Ces dispositifs sont appelés transformateurs de mesure ; ils sont chargés de délivrer aux équipements BT un courant ou une tension de bas niveau, qui soit une image fidèle du courant (respectivement, de la tension) en ligne. À cette fonction normalisation des grandeurs s'ajoute celle d'assurer l'isolation électrique entre grandeurs primaires et secondaires [1]. L'isolation électrique pouvant être assurée soit par du papier imprégné d'huile, soit par du gaz.

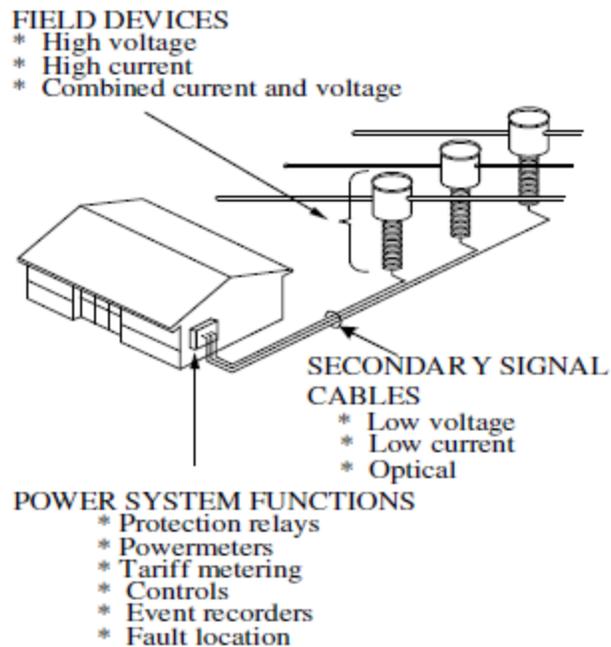


Figure 1 - Fonction des transformateurs de mesure au sein du réseau électrique [2]

Une enquête internationale sur la période 2004-2007 a été réalisée par la CIGRE sur la fiabilité des équipements haute tension, dont la partie 4 [3] traite des transformateurs de mesure. Ce travail d'investigation a permis de montrer que la fréquence des défaillances qui provoquent des incendies et des explosions pour les transformateurs de mesure de postes isolés au papier imprégné d'huile est plus élevée que pour les transformateurs de mesure des postes isolés au gaz. Également, ces défaillances sont dues majoritairement à des défaillances diélectriques internes, la plupart étant la défaillance de l'isolant en papier imprégné d'huile. Ainsi, il est conseillé aux fabricants d'appareils, de travailler à l'amélioration de la conception, de la qualité de fabrication, des essais, de l'entretien et des enquêtes après défaillance des transformateurs de mesure isolés avec du papier imprégné d'huile, dans le but de réduire la fréquence de ces défaillances.

Les huiles isolantes majoritairement utilisées pour les transformateurs de mesure sont les huiles minérales qui sont des dérivés du pétrole. Ces liquides présentent de bonnes propriétés diélectriques ainsi qu'une bonne évacuation de la chaleur grâce à leur faible viscosité. Cependant, ils présentent également une faible résistance au feu et sont peu biodégradables [4].

C'est la raison pour laquelle de nouveaux liquides isolants plus « verts » (biodégradables) ont été développés et sont disponibles sur le marché pour des applications électriques haute tension [4].

Dans l'industrie des transformateurs, ces liquides sont de plus en plus utilisés pour les transformateurs de puissance et leur utilisation est plus progressive pour les transformateurs de mesure [5]. Ceci s'explique par l'activité de recherche et développement pour le remplacement des liquides isolants dans les transformateurs de mesure qui est moins avancée que pour les transformateurs de puissance.

Ainsi, concernant les transformateurs de mesure isolés au papier imprégné d'huile, deux grands axes d'amélioration ont été identifiés :

- Etude de nouveaux matériaux isolants afin d'améliorer la sécurité au feu et/ou de réduire l'impact sur l'environnement.
- Etude d'outils complémentaires pour le suivi de la dégradation des matériaux isolants des transformateurs en vue de réduire l'occurrence des cas de défaillances.

Le présent manuscrit est scindé en quatre parties. Dans le premier chapitre, la technologie des transformateurs de mesure est brièvement expliquée. Une synthèse bibliographique des propriétés principales et des fonctions des matériaux utilisés dans les transformateurs de mesure est présentée, avant d'aborder les aspects liés à la dégradation de l'isolation en service pour enfin traiter des caractéristiques de matériaux isolants utilisés dans l'industrie électrotechnique qui pourrait potentiellement être utilisés dans les transformateurs de mesure.

Le deuxième chapitre traite de l'étude de liquides isolants alternatifs qui pourraient être utilisés en remplacement de l'huile minérale. Ces liquides ont été sélectionnés sur la base des informations collectées pour chaque type de liquide dans le premier chapitre, mettant en avant la meilleure biodégradabilité et/ou la meilleure tenue au feu de ces liquides en comparaison à l'huile minérale. Plus particulièrement, cette étude porte sur des essais accélérés de vieillissement thermique, en vue de représenter le comportement à long terme de ces matériaux isolants en comparaison à l'huile minérale, ainsi que sur l'imprégnation du papier par l'huile, afin d'évaluer l'impact de l'utilisation de nouveaux liquides sur le process de fabrication du transformateur.

Le troisième chapitre porte sur l'étude de marqueurs de vieillissement de l'isolation papier/huile qui ne sont pas encore utilisés pour les transformateurs de mesure mais qui ont été identifiés comme pertinents sur la base de l'expérience avec d'autres types de transformateurs et notamment les transformateurs de puissance. Ces marqueurs sont les dérivés furaniques et le méthanol. Ce travail porte également sur l'utilisation de la spectroscopie infrarouge comme méthode de suivi de la dégradation des matériaux isolants. Le but de cette étude est de faire le lien entre l'évolution de ces marqueurs et la dégradation des matériaux, en vue d'améliorer potentiellement le diagnostic sur les transformateurs de mesure.

Enfin, le chapitre quatre porte sur l'étude des caractéristiques des gels silicones, qui sont des matériaux isolants utilisés en électronique de puissance, et qui permettraient d'améliorer significativement la sécurité au feu. Ce chapitre porte sur les méthodes de préparation ainsi que sur des caractéristiques de base de différents gels silicones qui sont la structure chimique par infrarouge, la tension de claquage ainsi que l'expansion thermique. Le but étant de fournir de premiers éléments sur le comportement physique des gels silicones et identifier de potentielles contraintes particulières à prendre en compte dans la préparation et l'utilisation de ces gels dans les transformateurs de mesure.

CHAPITRE 1 : ETAT DE L'ART

1. Généralités sur les transformateurs de mesure

1.1. Technologies des transformateurs de mesure

1.1.1. Rôle

Les transformateurs de mesure sont des dispositifs utilisés sur le réseau électrique pour assurer deux fonctions principales [1] :

- **La mesure** : en réduisant les valeurs de courant ou de tension à des valeurs compatibles avec les appareils de mesure et de protection.
- **L'isolation** : en isolant les parties basse et haute tension impliquées dans le processus de transformation par le biais d'un milieu isolant.

La fonction d'isolation est assurée soit par un système huile/papier (isolation mixte) pour les transformateurs dits conventionnels, soit par un isolant sous forme de gaz pour les transformateurs dits à isolation gazeuse. Dans le cas des postes à haute tension, les appareils utilisés sont majoritairement de type conventionnel, et les appareils à isolation gazeuse sont plutôt utilisés si des contraintes particulières empêchent l'utilisation de transformateurs conventionnels [6].

Les transformateurs de mesure peuvent être classés en trois grandes familles :

- **Transformateurs de Courant (TC)** : abaisseurs de courant.
- **Transformateurs de Tension (TT)** : abaisseurs de tension.
- **Transformateurs Combinés de Mesure (TCM)** : combinaison d'un TC et d'un TT.

1.1.2. Principe de fonctionnement

Les transformateurs sont des dispositifs électriques qui assurent la modification du courant I et de la tension électrique U tout en conservant la puissance électrique P [7] selon l'équation (1).

$$P = U \cdot I \quad (1)$$

Le principe de fonctionnement d'un transformateur électrique est donné en Figure 2.

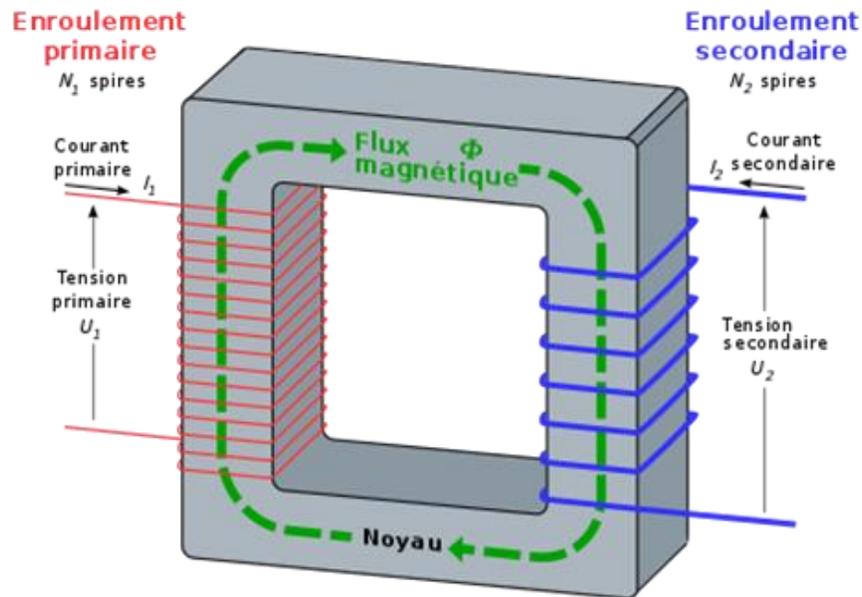


Figure 2 - Principe de fonctionnement d'un transformateur idéal [8]

Si N_1 et N_2 sont les nombres de spires au primaire et au secondaire, respectivement, la tension U_1 et le courant I_1 au primaire sont reliés à la tension U_2 et au courant I_2 au secondaire par les relations (2) et (3) [7] :

$$U_2 = \frac{N_2}{N_1} \cdot U_1 \quad (2)$$

$$I_2 = \frac{N_1}{N_2} \cdot I_1 \quad (3)$$

Dans le cas d'un transformateur de courant, le nombre de spires au primaire N_1 est donc inférieur au nombre de spires N_2 du secondaire pour remplir sa fonction d'abaisseur de courant. Et dans le cas d'un transformateur de tension, le nombre de spires au primaire N_1 est donc supérieur au nombre de spires N_2 du secondaire pour remplir sa fonction d'abaisseur de tension.

1.2. Les différents types

1.2.1. Transformateurs de Courant (TC)

Les transformateurs de courants conventionnels sont classés en différentes catégories :

- Transformateur à secondaire isolé (type inversé)
- Transformateur à primaire isolé (type épingle et œillet)

Les transformateurs à secondaire isolé (type inversé) sont les plus répandus et les plus économiques. C'est également le type de design utilisé pour la production des transformateurs de courant par l'entreprise qui finance ce travail de thèse et auxquels on s'intéresse dans cette étude ; les transformateurs à primaire isolé ne sont donc pas considérés dans cette étude.

Un schéma ainsi qu'une photo d'un TC de type inversé sont donnés en Figure 3.

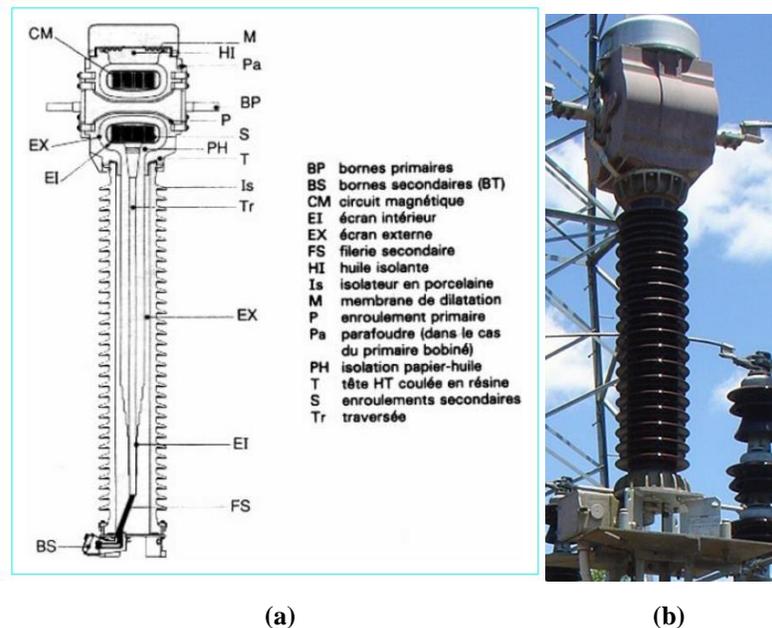


Figure 3 - Schéma (a) [6] et photo (b) d'un transformateur de courant de type inversé

La partie active se situe en haut de l'appareil. Elle est constituée d'un noyau magnétique dont la fonction est de conduire le flux magnétique induit par le passage du courant côté primaire et d'un bobinage en cuivre autour du noyau qui constitue les enroulements secondaires. Une isolation en papier kraft est employée pour éviter les courts-circuits entre le noyau et les enroulements secondaires et d'assurer l'isolation entre les circuits primaire et secondaire autour du boîtier en aluminium contenant la partie active. Un tube métallique permet de faire passer les câbles du

secondaire de la tête haute tension jusqu'à la boîte à bornes. L'ensemble est immergé dans de l'huile isolante préalablement conditionnée. Enfin, un système de compensation du niveau d'huile, situé à la tête de l'appareil, permet d'assurer un fonctionnement à pression constante en s'adaptant aux variations du volume d'huile avec la température ambiante [6].

1.2.2. Transformateurs de Tension (TT)

Les transformateurs de tension peuvent être classés en deux catégories :

- Inductifs
- Capacitifs

Un schéma ainsi qu'une photo d'un TT inductif sont donnés en Figure 4.

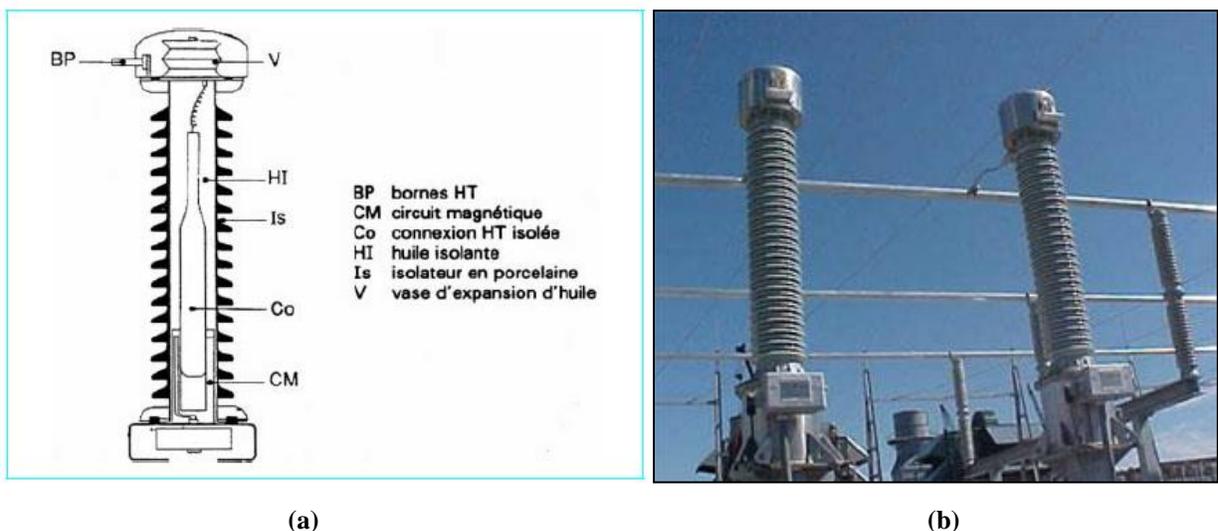
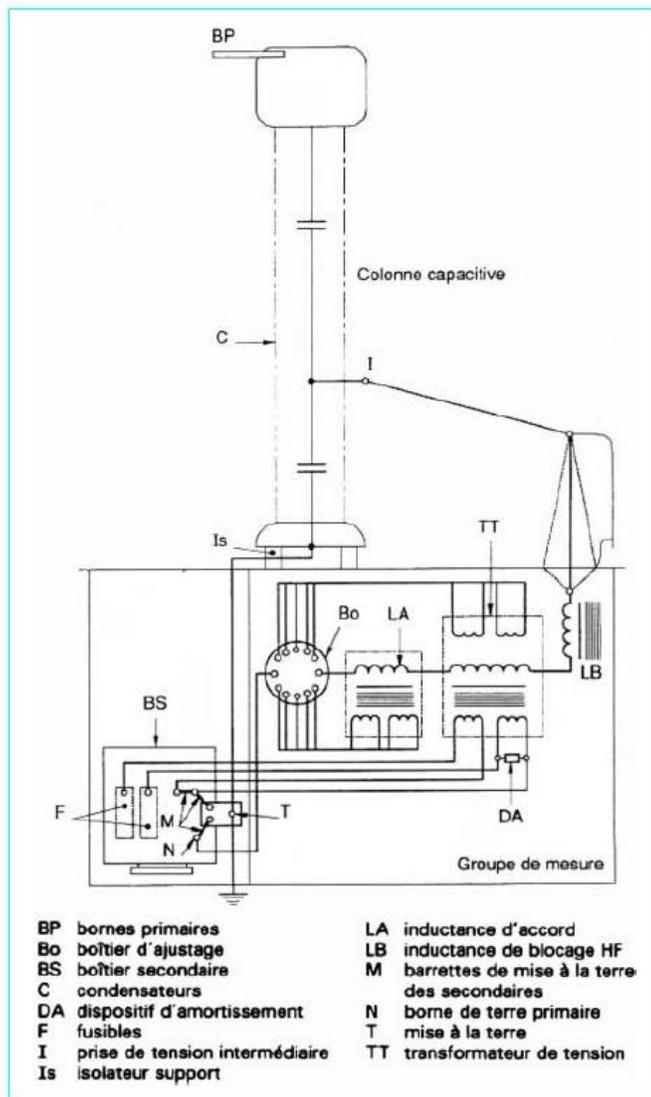


Figure 4 - Schéma (a) [6] et photo (b) d'un transformateur de tension inductif

La partie active se situe en bas de l'appareil. Elle est constituée d'un noyau magnétique où sont montés concentriquement les enroulements primaire et secondaire sur la branche supérieure. L'isolation entre les couches est réalisée à l'aide de papier kraft immergé dans de l'huile isolante préalablement conditionnée. De même que pour les TC, à la tête de l'appareil se trouve un système de compensation du niveau d'huile [6].

Un schéma ainsi qu'une photo d'un TT capacitif sont donnés en Figure 5.



(a)



(b)

Figure 5 - Schéma (a) [6] et photo (b) d'un transformateur de tension capacitif

Ils sont constitués de deux parties : la colonne capacitive en haut et le groupe de mesure en bas. La colonne capacitive est constituée de condensateurs en série à isolation mixte, papier kraft et films en polypropylène, le tout immergé dans de l'huile isolante préalablement conditionnée. Le groupe de mesure est globalement constitué de la même façon que la partie active d'un TT inductif déjà décrite précédemment.

1.2.3. Combinés de Mesure (CM)

Les combinés de mesure cumulent la fonction de transformateur de courant et de transformateur de tension en un seul appareil.

Un schéma ainsi qu'une photo d'un CM sont donnés en Figure 6.

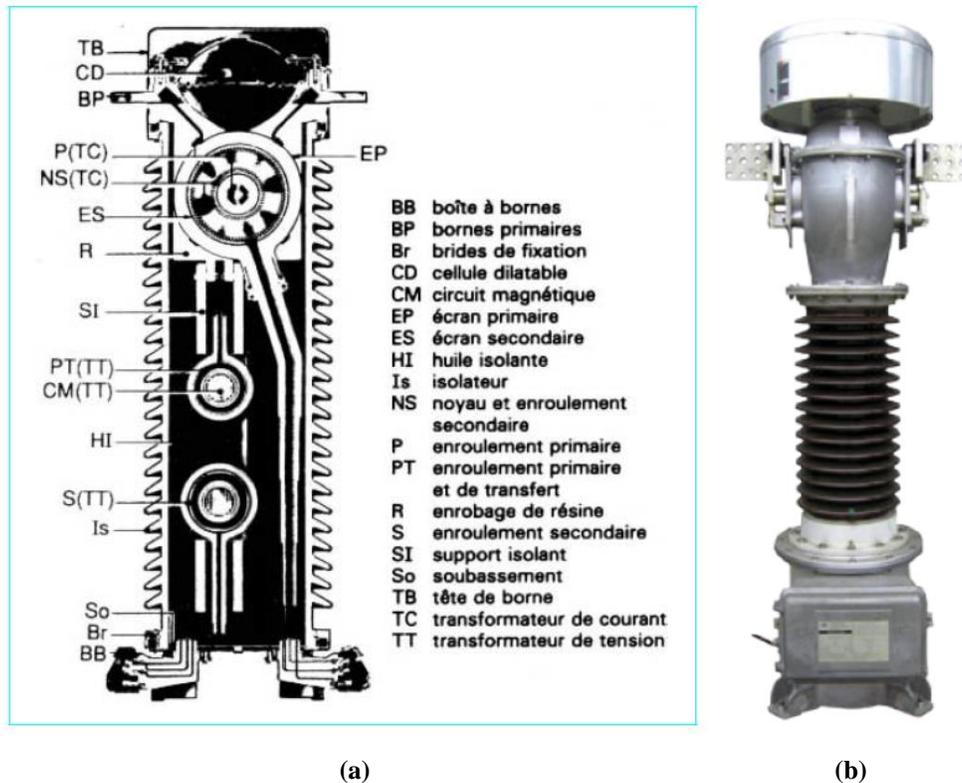


Figure 6 - Schéma (a) [6] et photo (b) d'un combiné de mesure

Dans leur conception, il s'agit de la combinaison d'un TC de type inversé avec la partie active en haut et d'un TT inductif avec la partie active en bas, comme décrits précédemment. Le tout immergé dans l'huile avec au sommet de l'appareil un système de compensation du niveau d'huile.

Le principal avantage de ce type d'appareil est le gain de place au sol en comparaison de deux appareils TC et TT individuels.

2. Isolants dans les transformateurs de mesure

2.1. Fonctions des isolants

Les isolants dans les transformateurs remplissent deux fonctions principales : une fonction d'isolation et une fonction de transfert de chaleur.

➤ **Fonction d'isolation**

Il s'agit d'isoler les différents éléments du transformateur portés à des potentiels électriques différents. Celle-ci est assurée par un liquide (huile isolante) et par un solide isolant (le papier) présent sur les enroulements. Les deux types d'isolation, liquide et solide, ainsi que l'isolation mixte apportée par l'imprégnation du papier par l'huile, permettent d'isoler électriquement l'ensemble des composants du transformateur [9].

➤ **Fonction de transfert de chaleur**

Il s'agit d'évacuer la chaleur générée par les pertes d'énergie lors de la conversion. Cette évacuation (refroidissement) est assurée par la circulation de l'huile qui sert donc de caloporteur [9].

Toutefois, dans le cas spécifique des transformateurs de mesure, la fonction de transfert de chaleur n'est pas véritablement considérée car ce sont des appareils qui chauffent peu et où l'huile ne circule pas.

2.2. Isolation liquide

2.2.1. Les huiles minérales

Actuellement, le type d'huile majoritairement utilisé dans les transformateurs de mesure est l'huile minérale. Ces huiles sont obtenues par raffinage des bruts pétroliers et sont essentiellement des hydrocarbures. La structure générale d'une huile minérale est donnée en Figure 7.

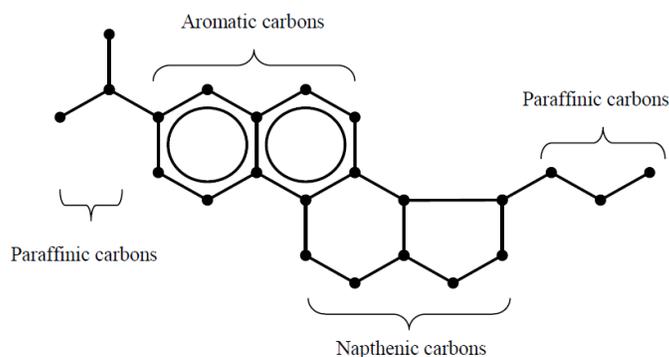


Figure 7 - Structure générale d'une huile minérale [10]

Les hydrocarbures qui composent une huile minérale peuvent être de trois types [11] :

- **Paraffiniques** : hydrocarbures saturés à chaînes linéaires pouvant être ramifiées ou non.
- **Naphténiques** : hydrocarbures cycliques saturés.
- **Aromatiques** : hydrocarbures cycliques non saturés.

La structure paraffinique est caractérisée pour une assez bonne stabilité à l'oxydation, un indice de viscosité élevé, une faible solubilité de l'humidité et des produits d'oxydation et un point de congélation relativement élevé. La structure naphthénique est moins stable à l'oxydation mais présente une plus faible viscosité, une meilleure solubilisation de l'humidité ainsi que de très bonnes caractéristiques d'écoulement aux basses températures. Enfin, Quant aux aromatiques, ils sont plus denses et présentent de bonnes propriétés diélectriques ; ils sont relativement stables à l'oxydation et possèdent des propriétés d'absorption des gaz. Toutefois, les aromatiques peuvent être cancérigènes [11-12].

Les proportions finales obtenues dans une huile minérale dépendent de l'origine du pétrole ainsi que du processus de raffinage comme décrit en Figure 8.

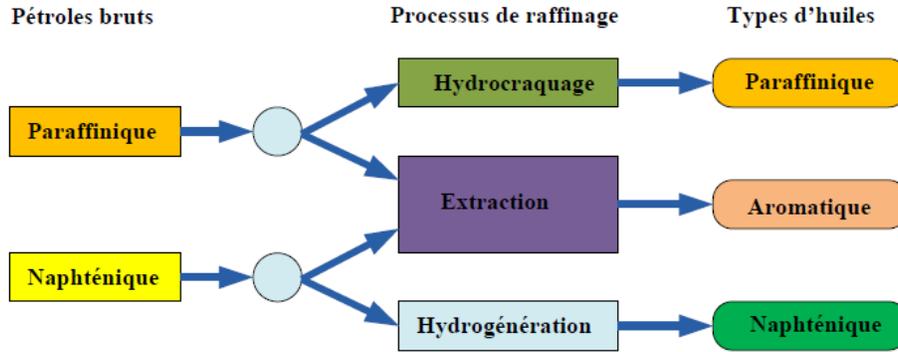


Figure 8 - Processus de raffinage des huiles minérales [13]

La classification finale va dépendre des proportions de chaque type de carbone au sein de la structure chimique de l'huile minérale produite [12] :

- **Huiles paraffiniques** : contenant plus de 56% de carbones paraffiniques.
- **Huiles intermédiaires** : contenant entre 50 et 56% de carbones paraffiniques.
- **Huiles naphténiques** : contenant moins de 50% de carbones paraffiniques.

De manière générale, quel que soit leur type, les huiles minérales sont bon marché ; elles présentent de bonnes propriétés diélectriques et une bonne évacuation de la chaleur grâce à leur faible viscosité. Cependant, ces huiles présentent une faible résistance au feu et sont peu biodégradables [9].

2.2.2. Additifs dans les huiles minérales

Les propriétés finales des huiles minérales sont déterminées par l'origine des bruts et la méthode de raffinage comme indiqué dans la section précédente. Si aucun additif n'est ajouté, il s'agira d'une huile minérale « non-inhibée » [14].

Les caractéristiques des huiles peuvent également être améliorées par l'ajout d'additifs. Il s'agit la plupart du temps d'ajouts de faibles quantités d'inhibiteurs antioxydants afin d'améliorer la tenue à l'oxydation. Les antioxydants les plus communément utilisés sont le 2,6-Ditertiary-Butyl Phenol (DBP) et le 2,6-DitertiaryButyl Para-Cresol (DBPC). Dans ce cas, l'huile est dite « faiblement inhibée » si la teneur en inhibiteur est comprise entre 0,01% et 0,08%, et « inhibée » si la teneur en inhibiteur est comprise entre 0,08% et 0,40% [14,15,16].

D'autres additifs comme les passivants de métaux et les abaisseurs de point d'écoulement peuvent être ajoutés pour des cas d'utilisation spécifiques.

2.2.3. Propriétés importantes des huiles minérales

Conformément aux différentes fonctions que doit assurer l'huile minérale, elle doit également posséder un certain nombre de propriétés et remplir un cahier des charges défini selon le type d'appareil. Le Tableau 1 fournit une synthèse des propriétés clés à considérer selon différents critères à remplir.

Tableau 1 - Propriétés requises des huiles isolantes [12,16,17]

Critères	Propriétés
Isolation électrique	Tension de claquage Facteur de dissipation diélectrique Résistivité Teneur en eau
Transfert de chaleur	Viscosité Point d'écoulement
Résistance à l'oxydation	Stabilité à l'oxydation Teneur en inhibiteur Teneur en soufre
Compatibilité matériaux	Composition chimique
Hygiène, Sécurité et Environnement (HSE)	Point éclair Point de feu Composés aromatiques polycycliques Polychlorobiphényles
Autres	Masse volumique Tension interfaciale Tendance au gassing

Les significations des propriétés mentionnées sont établies de la façon suivante :

➤ Isolation électrique

Tension de claquage : représente la capacité de l'isolant à supporter les contraintes électriques. Une faible valeur peut indiquer la présence de contaminants [18].

Facteur de Dissipation Diélectrique (FDD) et résistivité : sont des caractéristiques sensibles à la présence de contaminants polaires solubles et de produits de vieillissement. Une valeur élevée de FDD ou faible de résistivité (l'un augmente lorsque l'autre diminue) peut avoir une influence nuisible sur les pertes diélectriques et/ou la résistance d'isolement [18].

Teneur en eau : mesure de l'humidité contenue dans l'huile provenant de l'atmosphère ou de la dégradation de l'isolation majoritairement. Elle influence négativement la tension de claquage et la tendance au vieillissement de l'isolation [18].

➤ Transfert de chaleur

Viscosité : critère important pour l'évacuation de la chaleur et l'imprégnation de l'isolation papier. Le vieillissement et l'oxydation de l'isolation ont tendance à accroître la valeur de la viscosité [18].

Point d'écoulement : correspond à la capacité d'écoulement de l'huile à basse température [18].

➤ Résistance à l'oxydation

Stabilité à l'oxydation : elle correspond à la capacité de l'huile minérale à résister à l'oxydation sous contrainte thermique et en présence d'oxygène et de cuivre catalyseur. Cette propriété dépend du raffinage et des additifs [18].

Teneur en inhibiteur : dans le cas des huiles inhibées, l'huile s'oxyde peu tant que l'inhibiteur n'est pas totalement consommé [18].

Teneur en soufre corrosif : c'est la quantité de soufre présente dans l'huile ; elle dépend du raffinage et du type d'huile brute. Un bon raffinage réduit fortement la teneur en soufre. La présence de soufre peut provoquer la formation de dépôt de sulfure de cuivre (Cu_2S) pouvant être à l'origine de défaillances [18].

➤ Propriétés HSE

Point éclair : il correspond à la température minimale à laquelle un mélange de vapeurs et d'air dans les conditions normales de pression peut être enflammé. Cette valeur s'applique aux vapeurs présentes à la surface du liquide [19]. Un point éclair bas peut être un indicateur de la présence de gaz combustibles dans l'huile [18].

Point de feu : il correspond à la température à partir de laquelle la flamme produite persiste et se propage au reste du mélange. Cette température est supérieure de quelques degrés au point éclair. En matière de sécurité, point éclair et point de feu ne sont pas distingués et il est considéré qu'une vapeur portée au point éclair peut s'enflammer et donner lieu à un incendie ou une explosion [19].

Composés Aromatiques Polycycliques (CAP) : les CAP sont des substances classifiées comme cancérogènes. Les huiles minérales isolantes sont considérées comme non cancérogènes si la teneur en CAP n'excède pas 3% [16].

PolyChloroBiphényles (PCB) : les PCB sont une famille d'hydrocarbures aromatiques chlorés de synthèse qui étaient utilisés par le passé pour leurs bonnes propriétés thermiques et électriques. Cependant, pour des considérations de pollution environnementale, leur usage a été interdit et il convient de s'assurer de l'absence de ces composés dans les nouvelles huiles [18].

➤ Autres propriétés

Masse volumique : sous climat froid, la masse volumique d'une huile doit être assez basse pour éviter que la glace formée par congélation d'eau libre ne flotte et éventuellement conduise au développement de défauts comme un amorçage entre conducteurs [16].

Tension InterFaciale (TIF) : la tension interfaciale entre l'huile et l'eau permet de déceler les agents contaminants polaires solubles et les produits de dégradation. Cette caractéristique évolue assez rapidement au cours des premiers stades du vieillissement, puis se stabilise alors que la dégradation est encore modérée [18].

Tendance au gassing : La tendance au gassing décrit la capacité de l'huile à absorber ou à produire des gaz lorsqu'elle est soumise à une contrainte électrique et à l'ionisation dans des conditions de laboratoire spécifiées. Certains utilisateurs privilégient une tendance au gassing faible pour des matériels particuliers tels que les transformateurs de mesure HT et les traversées.

Les propriétés d'absorption de gaz peuvent être liées à la teneur en composés aromatiques de l'huile [16].

Comme mentionné, la fonction de transfert de chaleur n'est pas considérée pour les transformateurs de mesure. Toutefois, la viscosité reste un paramètre important pour l'imprégnation de l'isolation papier et le point d'écoulement reste à considérer pour les applications à basse température même si l'huile ne circule pas.

De plus, les transformateurs de mesure sont des appareils scellés, ce qui implique un contact limité avec l'oxygène. Aussi, les enroulements sont faits de cuivre émaillé donc pas de contact direct entre l'huile et le cuivre qui est un catalyseur de l'oxydation. Pour ces différentes raisons, les propriétés concernant l'oxydation ne sont pas véritablement considérées pour les transformateurs de mesure.

2.2.4. Cahier des charges pour les transformateurs de mesure

Le cahier des charges pour les huiles minérales isolantes utilisées dans les transformateurs de mesure chez General Electric [20] se divise en différentes sections :

- Caractéristiques générales
- Caractéristiques dépendant de la température minimale d'utilisation
- Caractéristiques dépendant du niveau de tension de l'appareil
- Informations additionnelles
- Tests additionnels

a. Caractéristiques générales

Le cahier des charges concernant les caractéristiques générales des huiles minérales isolantes pour les transformateurs de mesure est donné Tableau 2.

Tableau 2 - Caractéristiques générales du cahier des charges pour les huiles minérales isolantes (transformateurs de mesure)

Propriétés	Normes	Unités	Valeur requise
Physiques			
Masse volumique à 20°C	ISO 3675	kg/dm ³	0,88
Viscosité	40°C ISO 3104	mm ² /s ou cSt	≤ 11
	0°C ISO 3104		≤ 75
	-40°C CEI 61868		≤ 5000
TIF à 25°C	ASTM D 971	N/m	≥ 40.10 ⁻³
Point éclair	ISO 2719	°C	≥ 135
Chimiques			
Acidité	CEI 62021-1	mgKOH/g	≤ 0,01
Soufre corrosif	ASTM D 1275 Méthode B	na	Non corrosive
Point d'Aniline	ASTM D 611 Méthode A	°C	70-105
Teneur en aromatiques	CEI 60590	%CA	≤ 12
Teneur en eau	CEI 60814	mg/kg	≤ 30
CAP	BS 2000 Partie 346	% massique	≤ 3
PCB	CEI 61619	mg/kg	Non détectable
Electriques			
Tension de claquage (AC)	CEI 60156	kV	≥ 30 avant séchage ≥ 70 après séchage
Tension de claquage (LI)	ASTM D 3300	kV (pic)	≥ 145

Parmi les propriétés mentionnées, le point d'Aniline et l'essai d'impulsion n'ont pas encore été définis :

Point d'Aniline : température à laquelle une solution à chaud d'Aniline et d'huile prend, lors d'un refroidissement, un aspect trouble par cristallisation de l'Aniline. Cette grandeur permet d'évaluer le comportement d'une huile avec certains élastomères. Une huile avec un point d'Aniline bas aura tendance à gonfler les joints alors que celle avec un point d'Aniline haut auront tendance à les durcir [21].

Tension de claquage en choc de foudre (LI): correspond à la résistance à un fort impact électrique pouvant simuler une surtension générée lors d'une commutation de réseau ou d'un choc de foudre [22]. Le choc peut être de polarité positive ou négative.

b. Caractéristiques dépendant de la température minimale d'utilisation

Le cahier des charges concernant les caractéristiques des huiles minérales isolantes dépendant de la température minimale d'utilisation pour les transformateurs de mesure est donné Tableau 3.

Tableau 3 - Caractéristiques dépendant de la température minimale d'utilisation du cahier des charges pour les huiles minérales isolantes

Propriétés	Normes	Unités	Température minimale d'utilisation	
			-40°C	-50°C
Point d'écoulement	ISO 3016	°C	-40	-50
Point de trouble	ASTM D 2500	°C	-30	-40
Température minimale de démarrage en puissance	CEI 60296	°C	-30	-40

Parmi les propriétés mentionnées, le point de trouble et la température minimale de démarrage en puissance n'ont pas encore été définies :

Point de trouble : température à laquelle apparaît un début de cristallisation se traduisant par une altération de la limpidité [21].

Température minimale de démarrage en puissance : température minimale à laquelle l'énergisation d'un transformateur peut être réalisée.

c. Caractéristiques dépendant du niveau de tension de l'appareillage

Le cahier des charges concernant les caractéristiques des huiles minérales isolantes dépendant du niveau de tension de l'appareillage pour les transformateurs de mesure est donné Tableau 4.

Tableau 4 - Caractéristiques dépendant du niveau de tension du cahier des charges pour les huiles minérales isolantes

Propriétés	Normes	Unités	Tension maximale (U_m) d'utilisation en service		
			$U_m < 362$	$362 \leq U_m \leq 420$	$420 < U_m$
Electriques					
FDD à 90°C	CEI 60247	na	$\leq 0,0020$	$\leq 0,0015$	$\leq 0,0015$

Propriétés	Normes	Unités	Tension maximale (U_m) d'utilisation en service		
			$U_m < 362$	$362 \leq U_m \leq 420$	$420 < U_m$
Stabilité à l'oxydation selon la CEI 61125 C					
<i>Durée essai selon teneur en inhibiteur : non inhibée – 164h ; faiblement inhibée – 332h ; inhibée – 500h</i>					
Acidité	CEI 62021-1	mgKOH/g _{huile}	$\leq 0,2$	$\leq 0,15$	$\leq 0,1$
Teneur en boues	-	%	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$	$\leq 0,1$
FDD à 90°C	CEI 60247	na	<i>Après interruption de l'essai d'après CEI 60247 selon la teneur en inhibiteur : non inhibée – 125h ; faiblement inhibée – 250h ; inhibée – 375h</i>		
			$\leq 0,020$	$\leq 0,015$	$\leq 0,010$

Les valeurs minimales requises pour les différentes propriétés sont d'autant plus exigeantes que le niveau de tension maximale d'utilisation en service est élevé.

d. Informations additionnelles

Des informations complémentaires à celles citées précédemment sont nécessaires afin de valider une huile minérale à être utilisée dans les transformateurs de mesure :

- **Une courbe de viscosité** : indiquant l'évolution de la viscosité de l'huile entre -50°C et $+50^\circ\text{C}$.
- **Distribution des points d'ébullition** : mesurée selon la norme ASTM D 2887.
- **Teneur en antioxydants (DBPC)** : mesurée selon la norme CEI 60666.
- **Structure de l'huile** : déterminée selon la norme ASTM D 2140.
- **Tendance au gassing** : mesurée selon la norme CEI 60628 méthode A ou ASTM D 2300B.

e. Tests additionnels

Une fois vérifié l'ensemble des propriétés précédentes, des tests sont réalisés en interne chez GE afin de valider l'utilisation de l'huile pour les transformateurs de mesure. Ces tests concernent la stabilité thermique ainsi que la compatibilité matériaux et ils sont réalisés selon la norme interne associée [23].

Le test de stabilité thermique consiste à chauffer 100mL d'huile contenue dans un bécher couvert d'une feuille en aluminium à 100°C pendant une période de 240h. Le facteur de dissipation diélectrique est mesuré à différentes périodes : 0, 24, 48, 72, 120 et 240h. Les valeurs limites à ne pas dépasser à 120h et 240h sont respectivement 0,4 et 0,6.

Le test de compatibilité matériaux consiste à mettre en contact l'huile et les matériaux à tester à une température de 90°C pendant 150h afin d'apprécier les éventuelles interactions. Les quantités d'huile et de matériaux à introduire sont définies par la norme interne. Un exemple de masse de matériaux à introduire pour un test avec 200mL d'huile est donné Tableau 5.

Tableau 5 - Quantités de matériaux à introduire pour un test de compatibilité avec 200mL d'huile [23]

Oil and components conditions for all the tests	All tests are at: T = 90°C t = 150h
	<u>Oil Quantity in glass beaker is 200 ml.</u>
Components	Qty of components in Surface (cm ²) or Weight (gr)
Silicone grease	2 gr
Kraft paper	40 gr
Crepe paper	40 gr
Paper glue	2 gr
CB paper (carbon black paper)	4 gr
Magnetic sheet steel	140 gr
Aluminium	60 cm ²
Round enameled wires	125 cm ²
Stranded cables: ETFE, PTFE, HVCR	16 cm ²
Gaskets: Viton – NBR – HNBR – MEO - ...	16 cm ²
Tinned brass or copper tape	100 cm ²
Pure copper	30 cm ²
Galvanized steel	4 cm ²

Les mesures réalisées pour évaluer l'influence sur l'huile avant et après essai peuvent être : FDD, tension de claquage, TIF et colorimétrie. Les valeurs maximales acceptées après essai sont données Tableau 6.

Tableau 6 - Valeurs maximales admissibles après essai de compatibilité

Propriétés	FDD	Tension de claquage	TIF	Colorimétrie
Normes	CEI 60247	CEI 60156	ASTM D 971	ASTM D 1500
Valeur max.	≤0,0035	≥60 kV	≥ 37 dynes/cm	≤1

Pour ce qui est des matériaux constituant les joints, les propriétés suivantes sont testées avant et après essai : gonflement (volume), masse et dureté shore. Pour l'ensemble de ces propriétés, elles ne doivent pas varier de plus de 10% après essai pour que le matériau soit considéré comme compatible avec l'huile.

2.3. Isolation solide

2.3.1. Composition de l'isolation cellulosique

L'isolation solide des transformateurs de mesure est faite d'un matériau cellulosique de type papier kraft. Ce matériau offre des caractéristiques d'imprégnation exceptionnelles qui se traduisent par d'excellentes performances diélectriques, une bonne stabilité géométrique dans l'huile ainsi qu'une facilité de mise en forme [24]. Le papier présente également une fonction de protection des enroulements de cuivre de la partie active. L'enroulement de papier autour du noyau magnétique d'un TC est illustré Figure 9.



Figure 9 - Isolation cellulosique autour du noyau magnétique d'un TC

Le constituant principal du papier kraft est la cellulose (Figure 10) ; elle constitue plus de 90%. Les fibres de cellulose forment de longues chaînes comprenant environ 1200 anneaux de glucose reliés par des ponts d'oxygène [13].

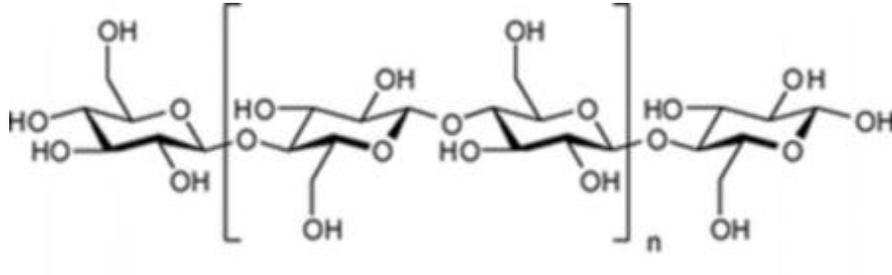


Figure 10 - Structure chimique de la cellulose [9]

Les autres constituants du papier sont les hémicelluloses (Figure 11) à hauteur de 3 à 4% et la lignine à hauteur de 6 à 7% (Figure 12) [13].

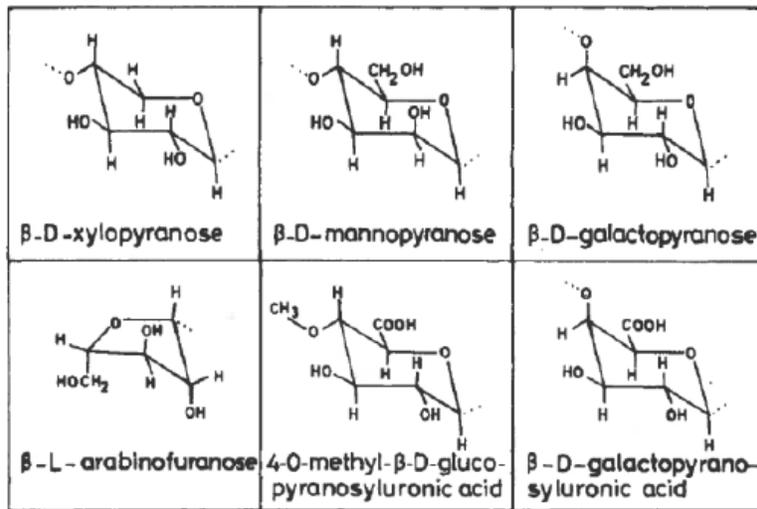


Figure 11 - Structures chimiques des composés hémicellulosiques typiques [25]

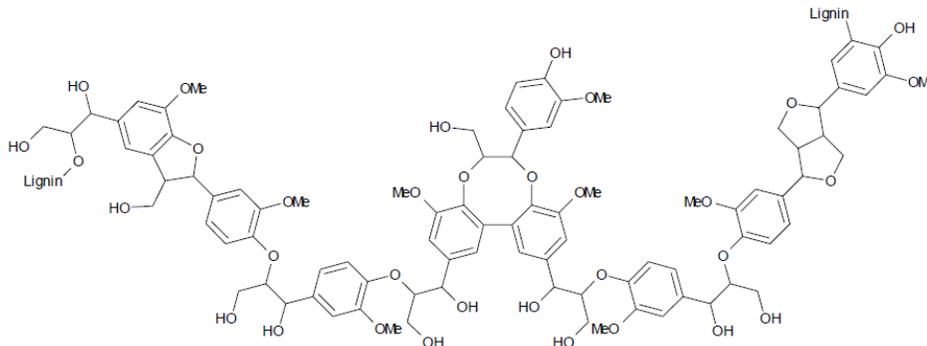


Figure 12 - Structure chimique de la lignine [24]

Les hémicelluloses constituent un groupe de polysaccharides qui ne sont pas de la cellulose. La longueur de leurs chaînes est comprise entre 50 et 250, bien inférieure à celle de la cellulose. Ces hémicelluloses forment la matrice dans laquelle les fibres cellulosiques sont incrustées. Elles jouent un rôle important dans la résistance mécanique du papier [25].

La lignine est une substance naturelle de haut poids moléculaire qui est difficile à dégrader. Dans la forme naturelle du bois, la lignine est le deuxième composant le plus important après la cellulose, présent à hauteur d'environ 30%. Lors de la production du papier, cette valeur est diminuée à hauteur de 2 à 6% [25].

2.3.2. Cahier des charges pour les transformateurs de mesure

Le cahier des charges pour l'isolation cellulosique utilisée dans les transformateurs de mesure chez General Electric [26] se divise en différentes sections :

- Caractéristiques générales
- Caractéristiques dépendant de l'épaisseur du papier
- Test additionnel de compatibilité

a. Caractéristiques générales

Le cahier des charges concernant les caractéristiques générales des papiers kraft isolants pour les transformateurs de mesure est donné Tableau 7.

Tableau 7 - Caractéristiques générales du papier kraft isolants d'après le cahier des charges pour les transformateurs de mesure

Propriétés	Normes	Unités	Valeur requise
Masse volumique	CEI 60554-2-7 ISO 534	g/cm ³	0,695 à 0,755
Teneur en eau	CEI 60554-2-13 ISO 287	%	≤ 8
Teneur en cendres	CEI 60554-2-14 ISO 2144	%	≤ 0,4
Conductivité de l'extrait aqueux	CEI 60554-2-15	mS/m	≤ 5
pH de l'extrait aqueux	CEI 60554-2-16	na	6 à 8
Teneur en chlorure de l'extrait aqueux	CEI 60554-2-17	mg/kg	≤ 5

Propriétés	Normes	Unités	Valeur requise
Teneur en sulfates	CEI 60554-2-18	mg/kg	≤ 3
Facteur de dissipation du papier non imprégné	CEI 60554-2-25 CEI 60250	%	≤ 0,3

Les différentes propriétés mentionnées sont définies de la façon suivante :

Masse volumique : la masse volumique correspond à la masse par unité de volume du papier. Elle est calculée à partir de la mesure de l'épaisseur et du grammage du papier [27] qui seront définis dans la section suivante.

Teneur en eau : elle correspond à la teneur en humidité contenue dans le papier. Il s'agit d'une propriété importante en ce qui concerne la fonction d'isolant électrique du papier. L'humidité a également une influence directe sur la dégradation des matériaux isolants.

Teneur en cendres : il s'agit de la teneur en résidu de papier qui subsiste après incinération du papier [27].

Extrait aqueux : l'extrait aqueux est l'eau utilisée dans la méthode d'extraction du papier. L'extraction consistant à faire bouillir dans de l'eau distillée déionisée un échantillon de papier dans des conditions spécifiées dans la norme CEI 60554-2 [27].

Conductivité de l'extrait aqueux : il s'agit de la mesure de la conductivité de l'extrait aqueux [27].

pH de l'extrait aqueux : il s'agit de la mesure du pH correspondant à la teneur en ions hydrogène (acidité) contenue dans l'extrait aqueux [27].

Teneur en chlorures de l'extrait aqueux : il s'agit de la mesure de la teneur en ions chlorure contenue dans l'extrait aqueux [27].

Teneur en sulfates : il s'agit de la mesure de teneur en sulfates, un composé utilisé dans le processus de fabrication du papier kraft.

Facteur de dissipation du papier non imprégné : il s'agit de la mesure de l'angle de pertes diélectriques $\tan \delta$ sur le papier non imprégné [27].

b. Caractéristiques dépendant de l'épaisseur du papier

Le cahier des charges concernant les caractéristiques dépendant de l'épaisseur des papiers kraft isolants pour les transformateurs de mesure est donné Tableau 8.

Tableau 8 - Caractéristiques dépendant de l'épaisseur du papier kraft d'après le cahier des charges pour les transformateurs de mesure

Propriétés	Normes	Unités	Epaisseur du papier (µm)			
			40	65	115	145
Epaisseur	CEI 60554-2-5.1 ISO 534	mm	0,040 ± 7%	0,065 ± 7%	0,115 ± 7%	0,145 ± 7%
Grammage	CEI 60554-2-6 ISO 536	g/m ²	30 ± 5%	48 ± 5%	85 ± 5%	110 ± 5%
Perméabilité à l'air	CEI 60554-2-21 ISO 5636-5	sec/100mL	≤ 700	≤ 700	≤ 500	≤ 500
Résistance à la traction – Sens machine	CEI 60554-2-8 ISO 1924-2	kg/cm	≥ 2,0	≥ 3,5	≥ 6,5	≥ 9,0
Résistance à la traction – Sens travers	CEI 60554-2-8 ISO 1924-2	kg/cm	≥ 1,0	≥ 1,5	≥ 2,5	≥ 3,0
Allongement à rupture – Sens machine	CEI 60554-2-8 ISO 1924-2	%	≤ 1,5	≤ 1,5	≤ 2,0	≤ 2,0
Allongement à rupture – Sens travers	CEI 60554-2-8 ISO 1924-2	%	≤ 4,0	≤ 4,0	≤ 4,0	≤ 4,0

Les différentes propriétés mentionnées sont définies de la façon suivante :

Epaisseur : il s'agit de la mesure de l'épaisseur du papier à l'aide d'un micromètre de précision [27].

Grammage : il s'agit du rapport de la masse de l'échantillon de papier par rapport à sa surface [27].

Perméabilité à l'air : il s'agit du volume d'air passant travers une feuille de papier d'une surface donnée pendant un temps donné sous une différence constante de pression d'air [27].

Résistance à la traction : il s'agit de la mesure de la force de traction nécessaire pour provoquer la rupture d'une éprouvette de papier [27]. Le sens machine correspond à un essai de traction réalisé dans le sens des fibres du papier et le sens travers correspond à un essai réalisé de façon perpendiculaire au sens des fibres du papier.

Allongement à la rupture : il s'agit de la valeur finale de la longueur à la rupture de l'éprouvette de papier utilisée pour l'essai de traction [27].

c. Test additionnel de compatibilité

Le test additionnel de compatibilité correspond à la vérification de la compatibilité du papier kraft avec l'huile minérale isolante. Il est réalisé dans les conditions suivantes [26] :

- **Ratio papier / huile** : 15gr / 100mL
- **Température d'essai** : 90°C
- **Durée de l'essai** : 150h

Le critère de validation de la compatibilité repose sur la mesure du facteur de dissipation diélectrique de l'huile après essai qui ne doit pas dépasser 0,3% et être inférieur à quatre fois la valeur initiale de cette propriété avant essai.

2.4. Isolation mixte liquide et solide

Les isolants liquide (huile minérale) et solide (papier kraft), comme décrits précédemment, présentent chacun séparément des propriétés d'isolation. En utilisation dans un transformateur de mesure, l'isolation solide étant immergée dans l'isolation liquide, il faut aussi considérer l'isolation apportée par le papier kraft imprégné d'huile minérale.

2.4.1. Fonctions, propriétés et cahier des charges de l'isolation mixte

Le papier kraft à réception présente de très faibles propriétés diélectriques. Cela est dû à la présence d'humidité et d'air dans les pores de ce matériau. Ainsi, dans le processus de fabrication d'un transformateur, ce papier est d'abord séché sous vide pour retirer l'humidité et l'air, puis imprégné avec de l'huile isolante. Ce traitement ayant pour effet d'améliorer considérablement les propriétés diélectriques du papier (Tableau 9) [28].

Tableau 9 - Propriétés diélectriques du papier avant et après séchage et imprégnation [28]

Propriétés	Normes	Unités	Valeur avant traitement	Valeur après traitement
Rigidité diélectrique	CEI 60243-1	kV/mm	10 à 11	60 à 70
Facteur de dissipation	CEI 60250	%	10 à 20	0,4 à 0,6*

*séchage à 90°C

L'huile agit également comme une barrière protectrice contre les effets de l'oxygène et de l'humidité sur la dégradation du papier [28].

Tout comme l'huile et le papier, l'isolation mixte constituée du papier imprégné doit répondre à un cahier des charges [26] défini par GE (Tableau 10).

Tableau 10 - Cahier des charges pour l'isolation mixte [26]

Propriétés	Normes	Unités	Valeur requise
Rigidité diélectrique à la fréquence industrielle	CEI 60554-2-24 CEI 60243-1	kV/mm	≥ 40
Rigidité diélectrique à la tension d'impulsion	CEI 60243-3	kV/mm	≥ 100
Facteur de dissipation du papier imprégné	CEI 60554-2-25 CEI 60250	%	≤ 0,35

Les conditions de séchage et d'imprégnation appliquées sont décrites dans les deux sections qui suivent.

2.4.2. Séchage de l'isolation

L'humidité contenue dans l'isolation est un paramètre important à prendre en compte pour obtenir des propriétés d'isolation électrique optimales. La valeur de la teneur en eau doit être la plus basse possible afin de garantir une bonne isolation. Ainsi, la première étape de conditionnement des isolants liquide et solide consiste en une étape de séchage de l'huile et du papier.

Le séchage de l'isolation papier se fait directement avec le papier monté dans la structure de l'appareil (Figure 13). Il est réalisé en plusieurs étapes dans un four industriel (Figure 14), en partant d'un pré-séchage à pression atmosphérique pour ensuite réaliser un séchage plus poussé sous vide avec augmentation progressive du niveau de vide afin de briser les liaisons chimiques entre les molécules d'eau et la cellulose [29]. Un exemple de conditions opératoires de ces différentes étapes dans les usines GE est le suivant :

- **1^{ère} étape** : pré-séchage à 110°C à pression atmosphérique pendant 8 à 12h
- **2^{ème} étape** : séchage à 110°C sous vide entre 1000 et 20 mbar pendant 120h
- **3^{ème} étape** : séchage à 110°C sous vide entre 20 et 0,1 mbar pendant 48h
- **4^{ème} étape** : séchage à 110°C sous vide entre 0,1 et 0,06 mbar pendant 144h
- **5^{ème} étape** : retour à température ambiante (~20°C) à pression atmosphérique pendant 8h

Le niveau d'humidité de l'isolation papier après cette procédure de séchage est inférieure à 1% massique.



Figure 13 - Montage de la partie active entourée de papier isolant avant séchage



Figure 14 - Four industriel horizontal utilisé pour le séchage de la cellulose à échelle industrielle

Le conditionnement d'une huile minérale consiste en trois étapes : séchage, dégazage et filtration. Il est réalisé sous vide en faisant passer l'huile dans un filtre de faible porosité ($\leq 5\mu\text{m}$), le tout étant effectué en température afin de retirer le maximum d'humidité, en même temps que de dégazer. La filtration permet de retirer un maximum de particules éventuellement présentes dans l'huile avant traitement. Une huile minérale neuve peut présenter une teneur en eau de 20 ppm. La valeur de teneur en eau de l'huile minérale après conditionnement est inférieure à 10 ppm [9].

2.4.3. Imprégnation de l'isolation

a. Principe

Après séchage, l'imprégnation à l'huile du papier est nécessaire pour améliorer sa résistance diélectrique et protéger le matériau contre la dégradation. L'imprégnation d'huile est un processus dans lequel l'huile est utilisée pour remplir les pores existants dans le matériau cellulosique (Figure 15). L'imprégnation peut se produire dans les cavités entre les fibres ou dans les vides à l'intérieur de la fibre elle-même [30].

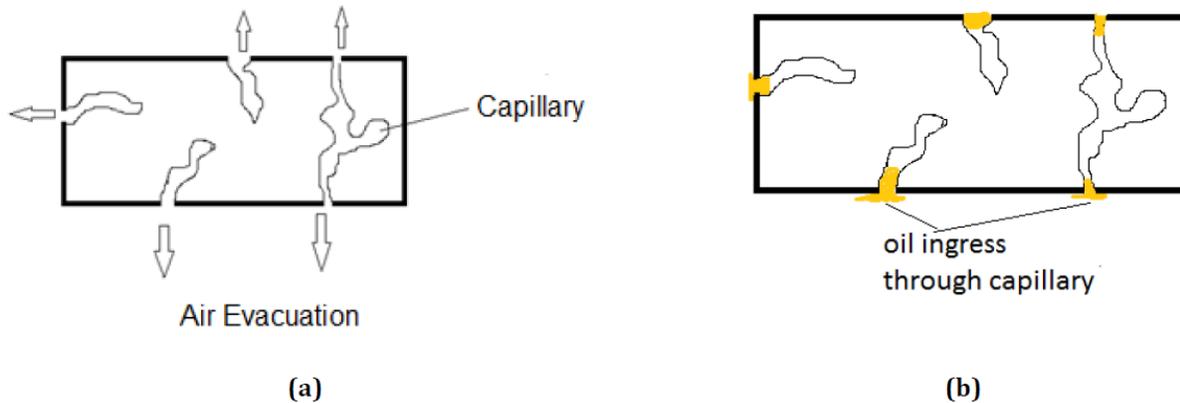


Figure 15 - Etapes d'imprégnation (a) Pores du papier sous vide (b) Imprégnation de l'huile dans les pores par capillarité [30]

Les deux facteurs principaux qui influencent ce processus d'imprégnation sont :

- **La capillarité** : l'huile peut s'écouler dans les pores du papier sans l'aide de forces externes telles que la gravité. Ce mécanisme n'est qu'une conséquence des forces intermoléculaires entre les surfaces liquides et solides [31].
- **Les forces appliquées dans les pores** : elles sont la combinaison des forces induites par les pressions externe et interne aux capillaires, et la pression exercée par l'huile lors de l'imprégnation par capillarité [31].

Pour un capillaire de rayon r , l'évolution de l'imprégnation peut être modélisée à l'aide de l'équation (4) [31] :

$$L = \frac{1}{2} r \cdot \sqrt{\frac{P_E + P_S - P_I}{\eta}} \cdot \sqrt{t} \quad (4)$$

Où :

- L – Profondeur d'imprégnation de l'huile dans le capillaire
- r – Rayon moyen des capillaires
- P_E – Pression externe au capillaire
- P_S – Pression créée dans le capillaire par l'imprégnation de l'huile
- P_I – Pression interne exercée par l'air présent dans le capillaire
- η – Viscosité de l'huile
- t – Temps d'imprégnation

La pression P_s exercée par l'huile peut être exprimée par l'équation (5) [31] :

$$P_s = \frac{2T \cos \theta}{r} \quad (5)$$

Où :

- P_s – Pression créée dans le capillaire par l'imprégnation de l'huile
- T – Tension de surface de l'huile
- θ – Angle de contact entre l'huile et les parois du capillaire

En considérant qu'il n'y a pas de différence de pression entre l'extérieur et l'intérieur du capillaire, alors $P_E = P_I$. Et en combinant les équations (4) et (5), on obtient :

$$L = \sqrt{\frac{rT \cos \theta}{2\eta}} \cdot \sqrt{t} = \lambda \cdot \sqrt{t} \quad (6)$$

Ainsi, avec les hypothèses simplificatrices considérées, on obtient une relation linéaire entre la longueur d'imprégnation et la racine carrée du temps d'imprégnation.

Ainsi, les paramètres d'influence sur le temps d'imprégnation à considérer sont : la longueur du capillaire à imprégner du côté de l'isolation solide, et la viscosité et la tension de surface du côté de l'isolation liquide ; la viscosité et la tension de surface sont des caractéristiques qui varient avec la température.

b. Imprégnation en usine

Une fois l'étape de séchage terminée, l'appareil contenant la partie active isolée au papier est rempli d'huile sous vide (Figure 16) à une température de 40°C afin d'éviter la formation de bulles.



Figure 16 - Remplissage sous vide de l'appareil avec l'huile isolante circulant dans le tuyau

Après remplissage complet, une période d'imprégnation est observée à pression atmosphérique et à température ambiante ($\sim 20^{\circ}\text{C}$) pour des durées qui varient selon le niveau de tension de l'appareil. En effet, plus le niveau de tension est élevé, plus la quantité de papier à imprégner est importante et donc les durées d'imprégnations sont rallongées. A titre d'exemple, dans le cas d'un TC :

- **De 72 à 123kV** : 7 jours
- **De 123 à 550kV** : 14 jours
- **De 550 à 800kV** : 21 jours

2.5. Endurance thermique des systèmes d'isolation

La température est très souvent le facteur de vieillissement prépondérant affectant les matériaux isolants. Ainsi, les caractéristiques d'endurance thermique de base sont utiles et ont été reconnues comme telles à l'échelle internationale. Parmi les caractéristiques d'endurance thermique, deux grandeurs sont importantes pour l'utilisation des matériaux isolants dans un système donné : l'indice de température et la classe thermique.

Selon la norme CEI 60216-1 [32], l'indice de température peut être défini comme la valeur numérique de la température en degrés Celsius déduite de la relation d'endurance thermique pour un temps correspondant à 20 000h.

Selon la norme CEI 60085 [33], la classe thermique d'un système représente la température d'utilisation continue maximale recommandée en degrés Celsius convenable pour cette combinaison de matériaux isolants.

Les indices et classes thermiques doivent être attribués à un système d'après l'expérience en service ou d'après les résultats des essais fonctionnels fondés sur des méthodes d'essais permettant d'établir une courbe d'endurance thermique [33]. La procédure de détermination de la courbe d'endurance thermique sera détaillée dans le Chapitre 2 dans la section consacrée à la méthodologie des essais.

Un point important souligné dans la norme CEI 60085 [33] est que l'endurance thermique d'un système d'isolation peut ne pas être directement lié aux caractéristiques d'endurance thermique des matériaux constitutifs de ce système. En effet, l'interaction entre les différents matériaux isolants constitutifs du système peuvent aboutir à une amélioration ou à une détérioration de l'endurance thermique global du système.

Les caractéristiques d'endurance thermique tirées de la norme CEI 60076-14 [34] pour l'huile minérale, le papier kraft ainsi que l'isolation mixte constituée de l'huile et du papier sont données Tableau 11.

Tableau 11 - Propriétés d'endurance thermique de l'isolation huile-papier [34]

Matériaux	Indice thermique (°C)	Classe thermique (°C)
Huile minérale	-	105
Papier Kraft	-	105
Huile minérale / Papier Kraft	95	105

3. Transformateurs de mesure en service

De façon idéale, un transformateur de mesure est supposé fonctionner pendant 30 ans sans défaut majeur, dans des conditions normales d'utilisation. Toutefois, il s'inscrit dans un environnement qui induit des variations constantes des conditions réelles d'utilisation :

- **Variations de température** : par effet de la température ambiante ou échauffement local à l'intérieur du transformateur [35].
- **Variations de l'humidité** : par effet du taux d'humidité du milieu environnant [36].
- **Variations de la charge** : qui correspondent aux variations de charge du réseau électrique lui-même [37].

Ces conditions environnementales fluctuantes ont pour conséquence une dégradation progressive du transformateur due au vieillissement. Le vieillissement est un phénomène tout à fait normal dans le temps mais il s'agit de s'assurer qu'il n'atteint pas des niveaux qui pourraient entraver le bon fonctionnement du transformateur.

3.1. Cas de défaillance

Dans la vie des transformateurs de mesure en service, des défaillances peuvent apparaître suite à un défaut de fabrication induit, avant la mise en service, ou bien à une dégradation au fil du temps. Ces défaillances peuvent être classés en deux catégories, selon la norme CEI 62271-1 [38] :

- **Défaillances majeures** : défaillance qui provoque l'arrêt d'une ou de plusieurs de ses fonctions fondamentales. Une défaillance majeure entraînera un changement immédiat des conditions de fonctionnement du système.
- **Défaillances mineures** : défaillance autre qu'une défaillance majeure ou toute défaillance, même complète, d'un élément de construction ou d'un sous-ensemble qui ne provoque pas une défaillance majeure de l'équipement.

Parmi les défaillances majeures, les cas d'incendie et d'explosion constituent une catégorie devant être considérer à part afin d'apprécier l'importance de la sécurité au feu de ces appareils.

Une étude menée par le groupe de travail A3.06 de la CIGRE [3], sur une population de 322 500 transformateurs de mesure en service, a établi le nombre de Défaillances Majeures (Def. Maj.) en distinguant également les cas d'Incendie et d'Explosion (I&E) en fonction du type de transformateur (Tableau 12).

Tableau 12 - Nombre de défaillances majeures et de cas d'incendie et d'explosion [3]

Niveau de tension (kV)	Courant		Tension inductif		Tension capacitif		Combiné	
	Def. Maj.	I&E	Def. Maj.	I&E	Def. Maj.	I&E	Def. Maj.	I&E
60<U<100	9	2	2	0	0	0	1	0
100<U<200	165	32	69	8	69	4	11	2
200<U<300	64	24	22	1	94	4	4	1
300<U<500	45	9	17	3	81	7	1	1
500<U<700	1	0	0	0	2	0	-	-
U>700	3	1	-	-	0	0	-	-
Total	287	68	110	12	246	15	17	4

D'après cette étude, il en ressort que les cas de défaillances majeures sont relativement rares, à savoir 660 cas au total tout type de transformateurs de mesures confondus sur 322 500 appareils soit 0,2%. Les cas d'incendie et d'explosion concernent majoritairement les transformateurs de courant.

En se focalisant précisément sur les cas d'incendie et d'explosion des transformateurs de courants, une répartition des modes de défaillances est donnée dans le Tableau 13 en fonction du type de design [3].

Tableau 13 - Nombre de cas d'incendie et d'explosion pour les transformateurs de courant [3]

Mode de défaillance	Transformateurs de courant		
	Type inversé	Type épingle	Autres
Défaillance diélectrique interne	10	35	3
Défaillance diélectrique externe	1	6	1
Branchements électriques primaires	0	2	0
Branchements électriques secondaires	0	0	0
Fuite	0	1	0
Intégrité mécanique	5	2	0
Précision	0	0	0
Transmission de faux signaux	0	0	0
Circuit d'amortissement	0	0	0
Dispositif de surveillance	0	0	0
Autres	1	1	1
Total	17	47	5

Les transformateurs de courant de type épingle sont les plus touchés par les cas d'incendie et d'explosion. Cependant, comme mentionné en section 1, actuellement ce sont les transformateurs de courant de type inversé qui sont majoritairement produits. Ces appareils représentent tout de même 25% des cas de défaillances d'incendie et d'explosion au sein des transformateurs de courant, et dont plus de la moitié est due à une défaillance diélectrique interne. Ces défaillances diélectriques internes impliquent donc un défaut de l'isolation électrique du transformateur.

3.2. Dégradation de l'isolation papier

La dégradation de l'isolation papier au sein d'un transformateur mène à la perte progressive de ses propriétés mécaniques et diélectriques, entravant la fonction d'isolation électrique assurée par ce type de matériaux. Ainsi, le suivi de la dégradation du papier est un aspect important à prendre en compte pour le bon fonctionnement d'un transformateur.

3.2.1. Mécanismes de dégradation

Avec le temps, le vieillissement du papier provoque la scission des chaînes de cellulose. Ce processus entraîne une dégradation des propriétés mécaniques du papier avec une diminution du Degré de Polymérisation (DP), qui correspond au nombre moyen de la longueur des chaînes de cellulose, provoquée par la scission des chaînes. La mesure du DP est donc un marqueur de vieillissement de l'isolation papier. Toutefois, la mesure du DP nécessite de prélever un échantillon de papier, ce qui n'est pas possible aisément sur un transformateur en service.

La scission des chaînes de cellulose est provoquée par trois mécanismes principaux :

- **Hydrolyse** : provoquée par la présence d'humidité.
- **Oxydation** : provoquée par la présence d'oxygène.
- **Pyrolyse** : provoquée par une montée en température.

Ces mécanismes de dégradation sont illustrés dans la Figure 17.

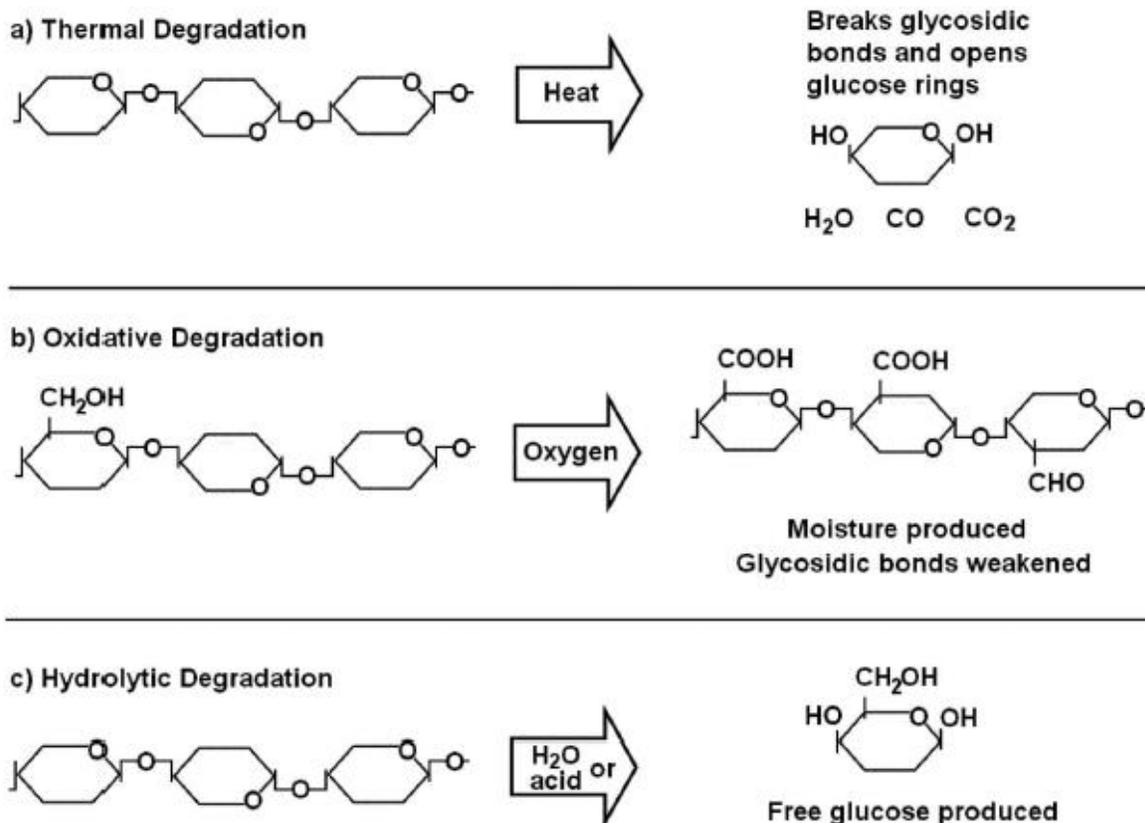


Figure 17 - Mécanismes de dégradation de la cellulose : a) Pyrolyse, b) Oxydation, c) Hydrolyse [39]

Le mécanisme de l'hydrolyse repose sur la dissociation d'acide par l'eau qui dégrade la structure cellulosique du papier. Les produits de dégradation de l'isolation cellulosique sont majoritairement l'eau et les acides. Ce mécanisme est dit « auto catalysé » car ses produits de décomposition sont également les réactifs nécessaires à la réaction. A noter que ce sont les acides à chaîne courte de faible poids moléculaire formés par le vieillissement du papier, et de façon minoritaire par le vieillissement de l'huile, qui sont à l'origine du phénomène d'hydrolyse majoritairement. Les acides à plus longue chaîne comme les acides gras ont beaucoup moins d'influence sur ce phénomène [25].

Le phénomène d'oxydation est catalysé par les radicaux hydroxyles ($\text{HO}\cdot$), qui sont produits par la décomposition du peroxyde d'hydrogène, de H_2O_2 et des hydro-péroxydes organiques (ROOH). Le peroxyde d'hydrogène peut par exemple être formé à partir d'oxygène et d'eau par des réactions catalysées par les cations de métaux de transition (tels que $\text{Cu}^+/\text{Cu}^{2+}$ ou $\text{Fe}^{2+}/\text{Fe}^{3+}$). Les radicaux hydroxyles sont formés à partir de H_2O_2 ou ROOH dans une réaction catalysée par des traces de Fe^{3+} ou d'autres métaux actifs, ainsi que de petites quantités de composés auto-oxydables tels que les phénols, les amines aromatiques ou les thiols. Les produits de décomposition de l'oxydation sont des acides [25].

Le phénomène de pyrolyse correspond à la dégradation du papier sous l'effet de la température dans des conditions normales de fonctionnement, à des températures supérieures à 140°C [25].

3.2.2. Marqueurs de vieillissement

Les mécanismes de dégradation représentés en Figure 17 conduisent à la formation de produits de dégradation ainsi qu'à la modification des propriétés du papier isolant. L'ensemble de ces indicateurs sont appelés marqueurs de vieillissement et sont utilisés afin de définir l'état de l'isolation solide. Ils sont séparés en deux catégories : les marqueurs présents directement dans l'isolation solide et les marqueurs présents dans l'isolation liquide.

a. Analyses directes de l'isolation solide

Les principaux marqueurs tirés d'une analyse directe du papier sont la tenue mécanique à la traction ainsi que le degré de polymérisation. Ces deux grandeurs sont liées. En effet, plus la longueur des chaînes de cellulose baisse, donc un moindre degré de polymérisation, plus la tenue mécanique à la traction baisse aussi. Cependant, la relation entre les deux grandeurs n'est pas linéaire. Leur corrélation est représentée en Figure 18.

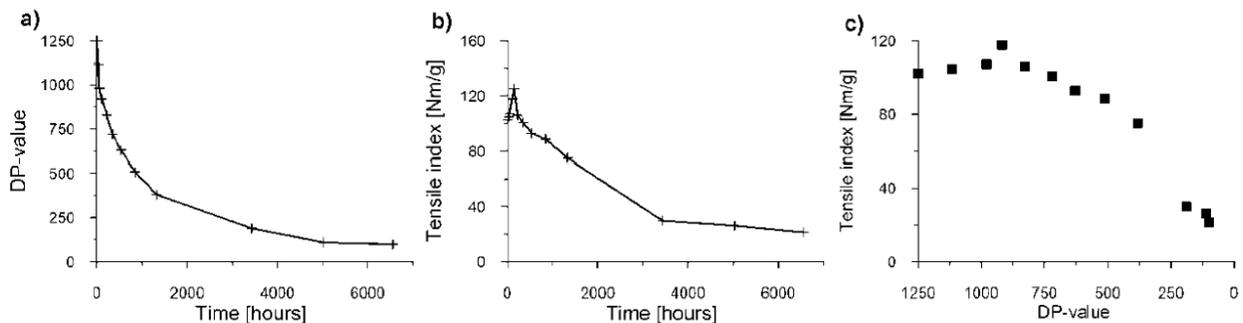


Figure 18 - Tests de vieillissement : a) Suivi du DP, b) Suivi de la tenue mécanique, c) Corrélation des deux grandeurs [25]

Les critères donnés dans la littérature correspondant à une fin d'utilisation de l'isolation solide varient selon les conditions d'essai et les normes appliquées. Les critères d'un DP égal à 200 ou d'une tenue mécanique égale à 25% de la tenue mécanique initial sont parfois donnés mais ces critères font débat. Ainsi, il convient d'établir par l'expérience le critère adéquat aux essais menés [40].

Une autre conséquence directe de la dégradation du papier est la génération d'humidité. Ainsi, une mesure directe de l'humidité du papier peut également être indicatrice de la dégradation de l'isolation solide comme le montre la Figure 19.

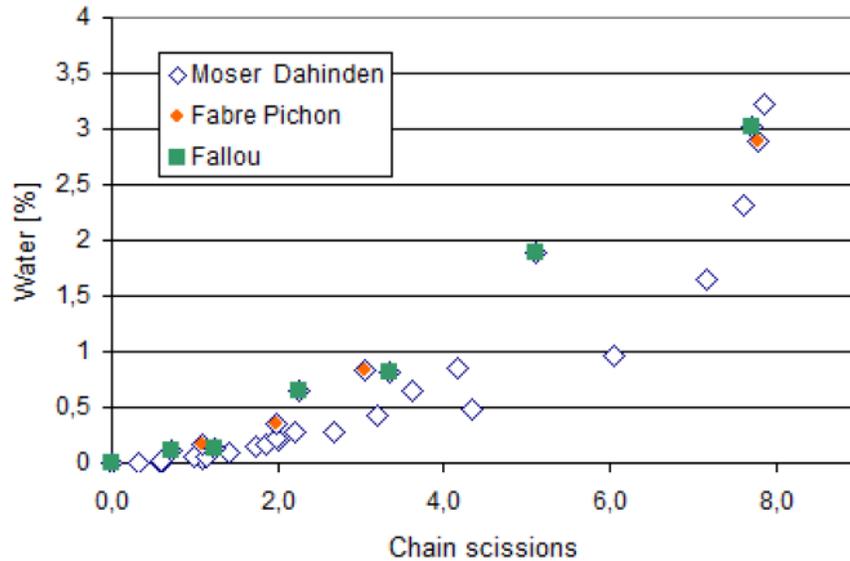


Figure 19 - Lien entre la scission de la cellulose la teneur en eau du papier d'après différentes études tirées de la littérature [25]

b. Analyses indirectes à travers l'isolation liquide

La dégradation de la cellulose conduit également à la formation des composés solubles dans l'huile suivants : eau, acides, dérivés furaniques, oxydes de carbone et méthanol.

L'eau est un produit de dégradation formé par hydrolyse et est également dans une moindre mesure par oxydation de l'huile ou du papier. L'eau est majoritairement contenue dans le papier [25].

Les acides sont majoritairement produits par l'hydrolyse du papier mais également par oxydation. Un grand nombre des acides produits auront un faible poids moléculaire, et participeront donc à de nouvelles réactions d'hydrolyse [25].

En ce qui concerne les dérivés furaniques, le 2-furfuraldéhyde (2-FAL) est produit avec cinq composés furaniques apparentés et il est connu que la concentration de 2-FAL dans l'huile est la plus élevée parmi les autres furanes. Ainsi, il a été adopté comme le principal composé furanique. Le mécanisme de dégradation de la cellulose conduisant à la formation de 2-FAL est représenté dans Figure 20 [25, 41].

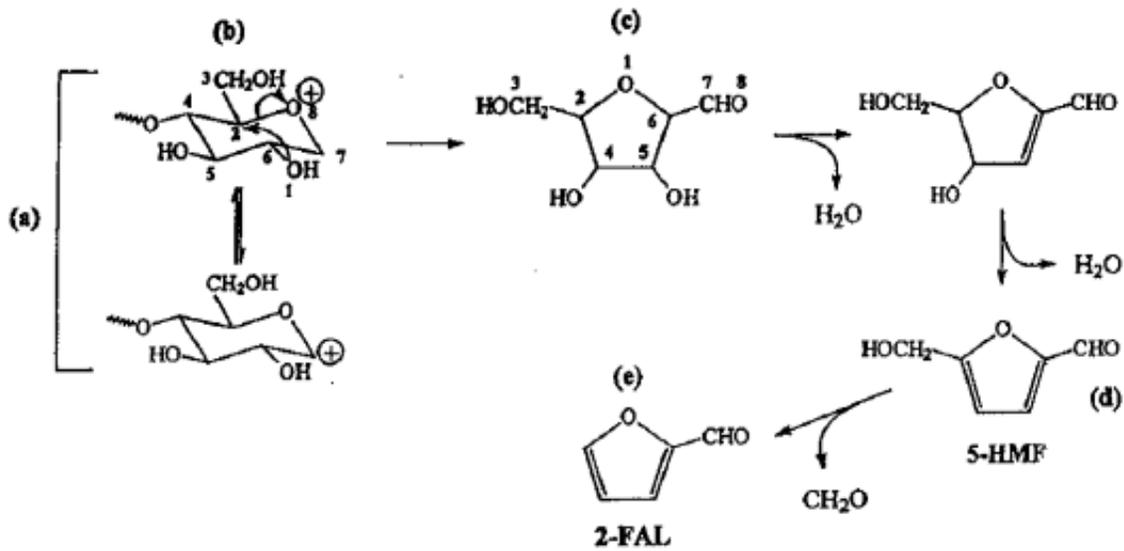


Figure 20 - Mécanisme de dégradation de la cellulose conduisant à la formation de 2-FAL [25]

Les oxydes d'oxygène CO et le CO₂ sont les produits de dégradation finaux de tous les composants du papier. Ils peuvent provenir également de l'oxydation de l'huile mais dans des proportions moindres [25].

En ce qui concerne les alcools, le méthanol (MeOH) est formé par la dégradation du papier. Les mécanismes impliqués dans la production de méthanol à partir du papier n'ont pas encore été entièrement compris. Cependant, des expériences de vieillissement ont montré que le méthanol pouvait provenir principalement de la cellulose pendant la scission des liaisons glycosidiques (Figure 21) [42, 43].

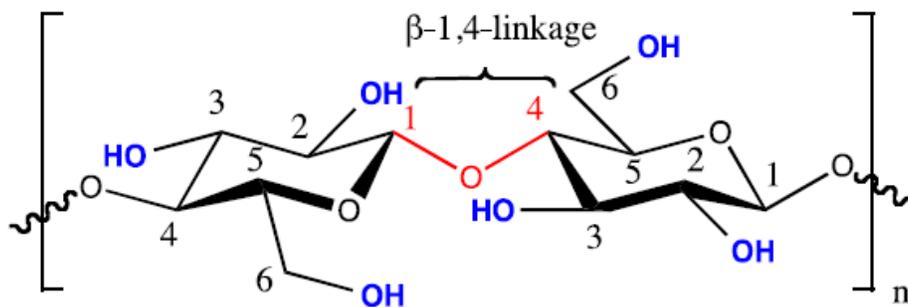


Figure 21 - Liaison glycosidique β-1,4 de la cellulose [44]

3.3. Dégradation de l'isolation liquide

3.3.1. Mécanismes de dégradation

Les huiles isolantes contenues dans un transformateur se dégradent selon trois mécanismes principaux :

- Par défaut électrique et/ou thermique
- Par oxydation
- Par contamination

Les défauts électriques correspondent à l'apparition de décharges partielles ou d'arc électrique dans l'huile. Les défauts thermiques correspondent à un échauffement local au sein du transformateur. Ces défauts conduisent à la formation de gaz dans l'huile [45].

L'oxydation de l'huile se produit en présence d'oxygène. L'oxydation a pour conséquence la formation d'acides. L'huile minérale étant composée de nombreuses molécules pouvant s'oxyder de façon différente, il en résulte que la nature et la longueur des acides formés sont variés [25].

Les huiles peuvent également se retrouver en présence de contaminants, qui peuvent provenir de leur environnement, ou de réactions non désirées avec des matériaux constitutifs du transformateur. Ces contaminants ont pour effet notamment de dégrader les propriétés isolantes de l'huile.

3.3.2. Marqueurs de vieillissement

Les mécanismes de dégradation de l'huile conduisent à la formation de produits de dégradation ainsi qu'à la modification des propriétés de l'huile. L'ensemble de ces indicateurs sont appelés marqueurs de vieillissement et sont utilisés afin de définir l'état de l'isolation liquide. Ils sont séparés en trois catégories [18] :

- **Essais de routine (groupe 1)** : essais minimums demandés pour surveiller l'huile et pour s'assurer qu'elle peut continuer à être utilisée.
- **Essais complémentaires (groupe 2)** : essais additionnels qui peuvent être réalisés pour obtenir d'autres informations plus spécifiques sur la qualité de l'huile, et être utilisés pour aider à l'évaluation de l'huile en vue de poursuivre son utilisation.

- **Essais d'investigation spéciaux (groupe 3) :** essais principalement utilisés pour déterminer l'adéquation de l'huile avec le type de matériel en service, et pour s'assurer de sa conformité aux considérations environnementales et opérationnelles

Une liste des essais de routine pouvant être réalisés sur une huile minérale en service, en fonction des différentes catégories est donnée dans le Tableau 14.

Tableau 14 - Essais de routine pour le suivi des huiles minérales en service

Propriétés	Méthodes
Couleur et aspect	ISO 2049
Tension de claquage	CEI 60156
Teneur en eau	CEI 60814
Acidité	CEI 62021-1 ou CEI 62021-2
Facteur de Dissipation Diélectrique (FDD)	CEI 60247
Teneur en inhibiteur	CEI 60666

Les autres types d'essais des groupes 2 et 3 ne seront pas traités car ils sont moins généraux que les essais de routine (groupe 1).

a. Couleur et aspect

La couleur d'une huile isolante est déterminée en lumière transmise et est exprimée par un nombre obtenu par comparaison avec une série de couleurs normalisées. Il ne s'agit pas d'une propriété critique, mais elle peut être très utile pour une évaluation comparative. Un indice de couleur élevé ou évoluant rapidement peut indiquer une dégradation ou une contamination de l'huile [18].

Outre la couleur, l'aspect d'une huile peut mettre en évidence de la turbidité ou des dépôts, signe de la présence d'eau libre, de boues insolubles, de particules de carbone, de fibres, de poussières ou d'autres contaminants [18].

b. Tension de claquage

Ce critère permet notamment la détection de contaminants présents dans l'huile qui sont des produits de dégradation de l'isolation. Cette propriété est également très sensible à la présence d'humidité. L'évolution de la tension de claquage en fonction de l'humidité et de la teneur en particules est donnée en Figure 22.

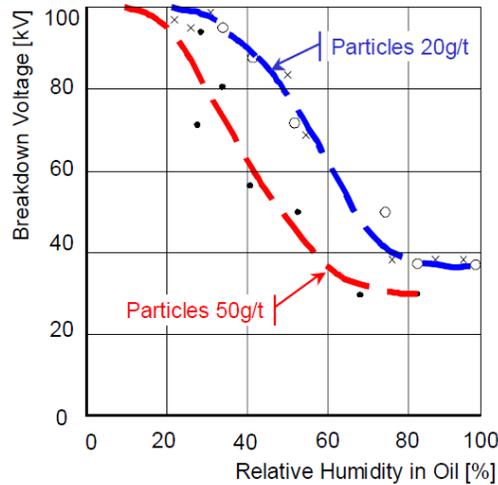


Figure 22 - Influence de l'humidité et de la teneur en particules sur la rigidité diélectrique [36]

Ainsi, l'augmentation de l'humidité et de la teneur en particules a pour effet une diminution de la rigidité diélectrique du liquide.

c. Teneur en eau

La teneur en eau est un critère important car une teneur en eau trop élevée dégrade l'isolation. En effet, une huile qui présente une trop forte teneur en eau va voir ses propriétés notamment diélectriques diminuer. La saturation relative de l'huile se définissant comme le rapport de la teneur en eau de l'huile et de la quantité d'eau nécessaire pour saturer l'huile. Cette valeur de saturation varie en fonction de la température et de l'acidité (Figure 23) ainsi qu'en fonction du type de liquide [36].

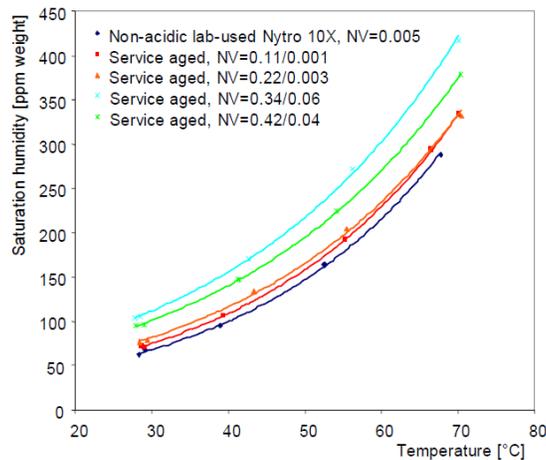


Figure 23 - Saturation en humidité de l'huile minérale en fonction de la température pour différentes valeurs d'humidité [36]

d. Acidité

L'acidité d'une huile (indice de neutralisation) est une mesure des constituants ou des agents contaminants acides présents dans l'huile. L'acidité d'une huile usagée est due à la formation de produits d'oxydation acides. Les acides et autres produits d'oxydation, conjointement avec l'eau et les contaminants solides, affectent les propriétés diélectriques et autres de l'huile. Les acides ont un impact sur la dégradation des matériaux celluloseux et peuvent également être responsables de la corrosion des parties métalliques d'un transformateur [18].

Le taux d'augmentation de l'acidité d'une huile en service est un bon indicateur de sa vitesse de vieillissement. Le niveau d'acidité est utilisé comme un guide général pour déterminer à quel moment il convient de remplacer ou de régénérer l'huile [18].

Généralement, une huile inhibée ne présente pas d'augmentation significative de son acidité par rapport à sa valeur d'origine tant que sa teneur en inhibiteur est suffisante [18].

e. Facteur de dissipation diélectrique

Ce paramètre est très sensible à la présence de contaminants polaires solubles, de produits de vieillissement ou de colloïdes dans l'huile. L'évolution des niveaux de contaminants peut être surveillée par la mesure de ces paramètres, même lorsque la contamination est si faible qu'elle est proche de la limite de détection chimique.

Les limites acceptables pour ces paramètres dépendent en grande partie du type d'équipement. Cependant, des valeurs élevées peuvent affecter négativement les pertes diélectriques et/ou la résistance d'isolation de l'équipement électrique [18].

f. Teneur en inhibiteur

Les huiles inhibées ont un profil d'oxydation différent de celui des huiles non inhibées. Au début de leur utilisation, l'inhibiteur synthétique se consomme avec une faible formation de produits d'oxydation. On appelle cette phase la période d'induction. Une fois l'inhibiteur entièrement consommé, le taux d'oxydation est déterminé principalement par la stabilité à l'oxydation de l'huile de base [18].

La manière courante et facile de surveiller la consommation de l'inhibiteur consiste à mesurer la concentration en inhibiteur selon la CEI 60666. Il convient de contrôler la teneur en inhibiteur à intervalles réguliers dont la fréquence dépendra de la température de fonctionnement et des niveaux de charge [18].

3.4. Monitoring de l'état de l'isolation en service

Le suivi des différents marqueurs formés par la dégradation des matériaux isolants permet de suivre l'évolution de l'état de l'isolation des transformateurs en service : c'est le monitoring. La seule partie de l'isolation accessible facilement en service est l'isolation liquide qui peut être prélevée par les vannes prévues à cet effet sans devoir démonter le transformateur. Et la quantité prélevée peut facilement être compensée par remplissage. Alors que l'analyse directe de l'isolation solide ne peut se faire qu'en démontant le transformateur et en détruisant l'isolation.

Ainsi, le monitoring des appareils en service traite de l'analyse de l'huile : soit en quantifiant directement des marqueurs de dégradation, soit en analysant des propriétés de l'huile qui sont affectées par la dégradation.

3.4.1. Mesures conventionnelles

a. Analyse des gaz dissous

Il s'agit d'une technique de diagnostic largement utilisée pour le suivi des transformateurs en service. En effet, son utilisation permet de remonter à la nature des défauts pouvant se produire en service au sein d'un transformateur.

➤ **Les défauts dans les transformateurs**

Les défauts typiques des transformateurs sont les défauts électriques et les défauts thermiques. Les défauts électriques sont classés en plusieurs catégories [46] :

- **Les décharges partielles (PD)** : décharges électriques localisées se produisant dans les cavités gazeuses de l'isolation liquide.
- **Les décharges de faible intensité (D1)** : étincelles ou arcs électriques de faible énergie entre mauvaises connexions à potentiel différents.
- **Les décharges de forte intensité (D2)** : arcs électriques de forte énergie.

Les défauts thermiques qui peuvent se produire sont également classés en différentes catégories qui sont les suivantes :

- **Défauts basse température (T1)** : surchauffe locale à une température inférieure à 300°C.
- **Défauts température moyenne (T2)** : surchauffe locale à une température comprise entre 300°C et 700°C.
- **Défauts haute température (T3)** : surchauffe locale à une température supérieure à 700°C.

D'autres défauts comme l'Oxydation (**O**), le Stray gassing (**S**) ou la Carbonisation de l'isolation papier (**C**) peuvent également se produire dans les transformateurs.

➤ Les gaz formés par les défauts

Les huiles isolantes utilisées dans les transformateurs sont constituées d'hydrocarbures contenant les groupements CH₃, CH₂ et CH reliés les uns aux autres par des liaisons carbone-carbone. Les différents défauts électriques et thermiques décrits dans la section précédente peuvent couper certaines de ces liaisons C-H et C-C. Les différentes entités formées sous forme radicalaire vont se recombinaison rapidement entre-elles. La nature des recombinaisons va dépendre de l'énergie apportée par le défaut pour la formation des nouvelles liaisons. Ainsi, des gaz comme l'hydrogène, le méthane, l'éthane, l'éthylène ou encore l'acétylène peuvent se former. D'autres gaz contenant 3 ou 4 carbones peuvent également se former mais ils ne sont pas analysés car l'information apportée par leur analyse n'apporte pas de plus-value au diagnostic final obtenu avec l'analyse des gaz contenant 1 ou 2 carbones.

Avec la dégradation de l'isolation cellulosique, des gaz tels que le monoxyde et le dioxyde de carbone peuvent se former. Au contact de l'air, l'huile peut également s'oxyder et contenir des gaz tels que le dioxygène et l'azote.

Les gaz analysés sont au nombre de neuf, à savoir : H₂, CH₄, C₂H₂, C₂H₄, C₂H₆, CO₂, CO, O₂ et N₂.

En fonction des différentes proportions des gaz formés, ils seront caractéristiques d'un défaut en particulier. Les proportions des différents gaz formés par les différents défauts sont compilées Figure 24.

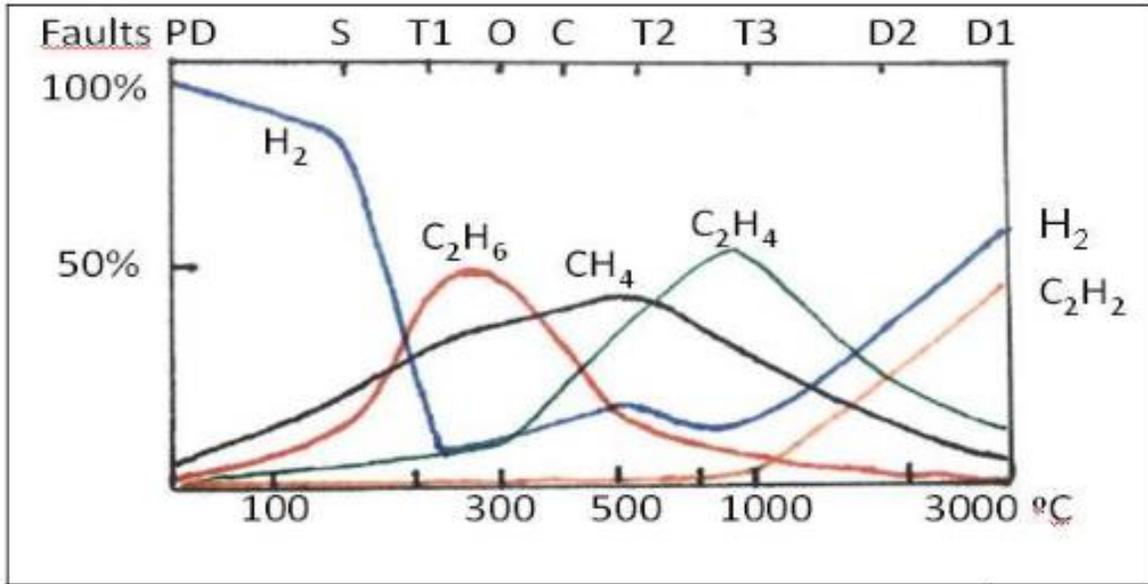


Figure 24 - Proportions en gaz formés en fonction des défauts [46]

Aucune norme ne donne de valeurs limites bien établies pour l'analyse de gaz dissous pour les transformateurs de mesure. Un tableau de valeurs admissibles dans le cas des transformateurs de mesure scellés est donné dans la norme CEI 60599 (Tableau 15) mais sans aucune distinction de type d'appareil ou de niveau de tension [47].

Tableau 15 - Concentrations maximales de gaz admissibles en ppm pour des transformateurs de mesure hermétiques [45]

H ₂	CO	CO ₂	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₂ H ₄	C ₂ H ₂
300	300	900	30	50	10	2

L'entreprise GE a développé en interne des valeurs limites pour chaque gaz en fonction du design d'appareil ainsi que du niveau de tension. Ce sont des valeurs basées sur l'expérience terrain ainsi que la connaissance du fonctionnement des appareils. Ainsi, ces valeurs ne seront pas mentionnées dans ce manuscrit car très spécifiques et confidentielles.

b. Teneur en eau

La mesure de l'humidité dans l'huile pour les transformateurs de mesure poursuit deux objectifs :

- S'assurer que l'huile reste en bonnes conditions de fonctionnement
- Déceler un défaut de perméabilité du système d'étanchéité

La norme CEI 60422 [18] établit des valeurs limites en humidité pour les transformateurs de mesure selon le niveau de tension en distinguant trois états possibles : satisfaisant, juste correct et mauvais. Ces valeurs sont compilées dans le Tableau 16.

Tableau 16 - Limites de teneur en eau pour les huiles minérales en service utilisées dans les transformateurs de mesure [18]

Niveau de tension (kV)	Etat	Teneur en eau (ppm)
<170	Satisfaisant	<30
	Juste correct	30 à 40
	Mauvais	>40
>170	Satisfaisant	<20
	Juste correct	20 à 30
	Mauvais	>30

La mesure de teneur en eau est réalisée uniquement sur huile et non sur le papier car ce dernier n'est pas accessible pour un transformateur en service. Cependant, des diagrammes d'équilibre huile/papier en fonction de la température (Figure 25) ont été établis ; ils permettent de déduire la teneur en eau du papier par mesure sur huile. Cependant, ces équilibres dépendent de nombreux facteurs comme le type de liquide (Figure 26) ou encore l'état de vieillissement de l'isolation (Figure 27). Par conséquent, les corrélations en service ne sont pas si simples [25].

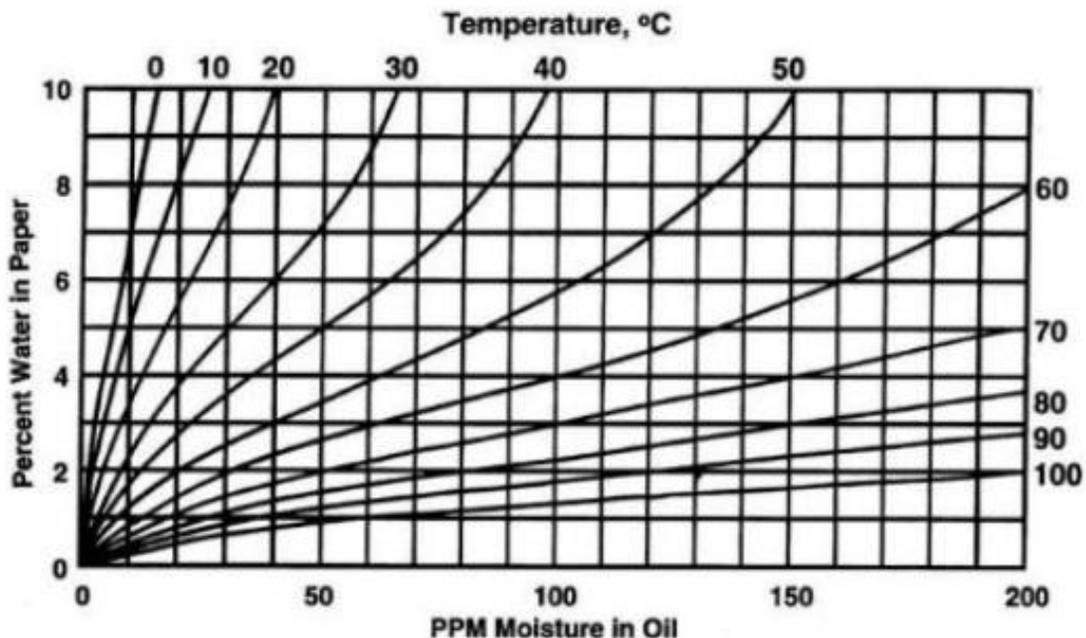


Figure 25 - Courbe de Oommen pour l'équilibre en humidité huile minérale neuve/papier [25]

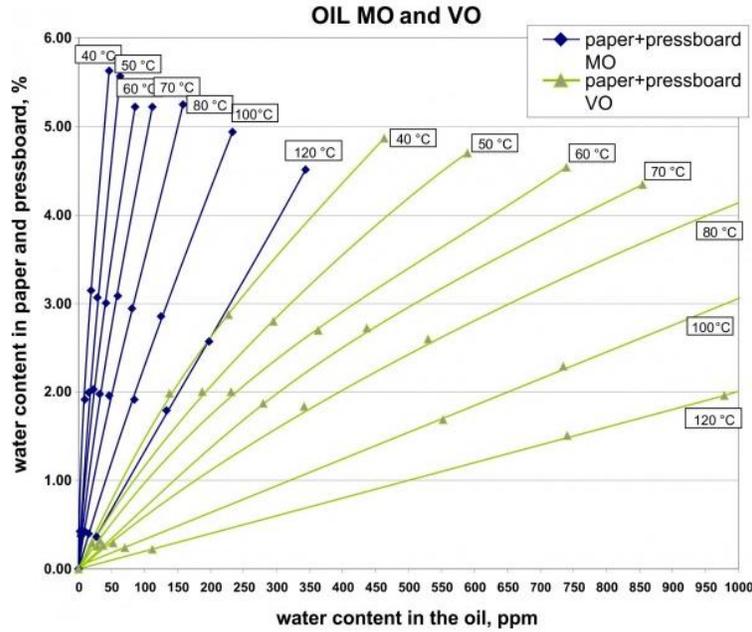


Figure 26 - Courbes de Perrier-Lukic pour l'équilibre en humidité de l'huile/papier+carton pour les huiles minérales et les esters naturels [48]

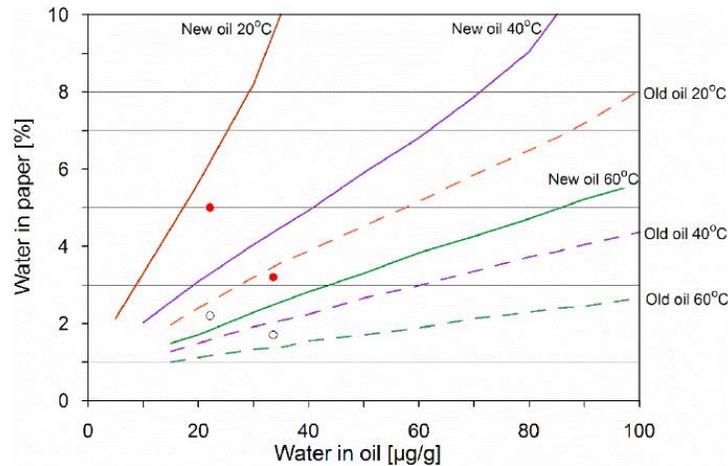


Figure 27 - Courbes d'équilibre en humidité de l'huile-papier pour des huiles minérales neuves et vieilles [18]

Ce type de diagramme d'équilibre est parfois utilisé pour le monitoring des transformateurs de puissance par exemple. Cependant, il ne l'est pas pour les transformateurs de mesure. En effet, en comparaison d'un transformateur de puissance dont le ratio de l'isolation huile:papier est d'environ 10:1, ce ratio est d'environ 4:1 pour les transformateurs de mesure. Ainsi, un transformateur de mesure contient proportionnellement à l'huile beaucoup plus de papier qu'un transformateur de puissance, et des diagrammes spécifiques devraient être établis pour pouvoir être utilisés.

c. Mesures diélectriques

De même que pour l'humidité, la norme CEI 60422 [18] établit des valeurs limites pour la tension de claquage ainsi que pour le facteur de dissipation diélectrique pour les transformateurs de mesure selon le niveau de tension en distinguant trois états possibles : satisfaisant, juste correct et mauvais. Ces valeurs sont résumées dans le Tableau 17.

Tableau 17 - Limites de tension de claquage et de FDD pour les huiles minérales en service utilisées dans les transformateurs de mesure [18]

Niveau de tension (kV)	Etat	Tension de claquage (kV)	FDD à 90°C/50Hz
<170	Satisfaisant	>50	<0,10
	Juste correct	40 à 50	0,10 à 0,30
	Mauvais	<40	>0,30
>170	Satisfaisant	>60	<0,01
	Juste correct	50 à 60	0,01 à 0,03
	Mauvais	<50	>0,03

3.4.2. Méthodes complémentaires de diagnostic

a. Dérivés furaniques et méthanol

En complément des oxydes de carbones, les marqueurs spécifiques de la dégradation du papier semblent pertinents pour améliorer le monitoring de la dégradation de l'isolation. Les dérivés furaniques (2-FAL) et le méthanol sont de bons candidats marqueurs.

Le logarithme de la teneur en 2-FAL est liée de façon linéaire au DP (Figure 28) et donc est un outil de suivi de dégradation du papier intéressant. Toutefois, le 2-FAL n'est détectable en quantités mesurables qu'à des stades très avancés de dégradation du papier [25].

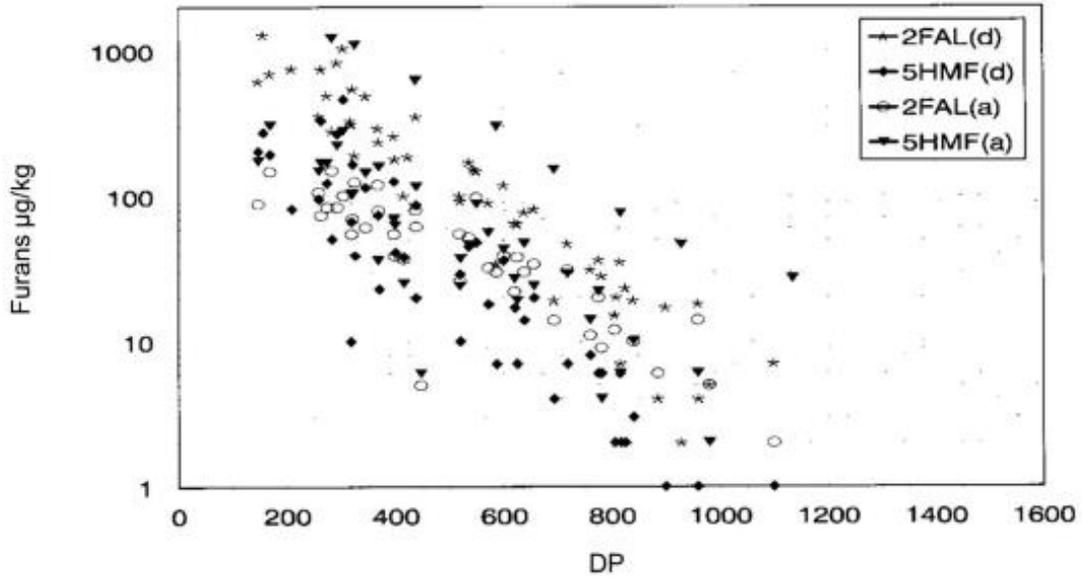


Figure 28 - Corrélation entre les dérivés furaniques et le DP [21]

Quant au méthanol, il s'agit d'un marqueur intéressant à étudier car contrairement aux oxydes de carbone, il est formé uniquement par la dégradation du papier et non également par dégradation de l'huile. Il est complémentaire aux dérivés furaniques car il se forme à des stades de dégradation relativement peu avancés. Un lien a également été établi entre teneur en MeOH et DP de la cellulose (Figure 29) [42, 49, 50, 51].

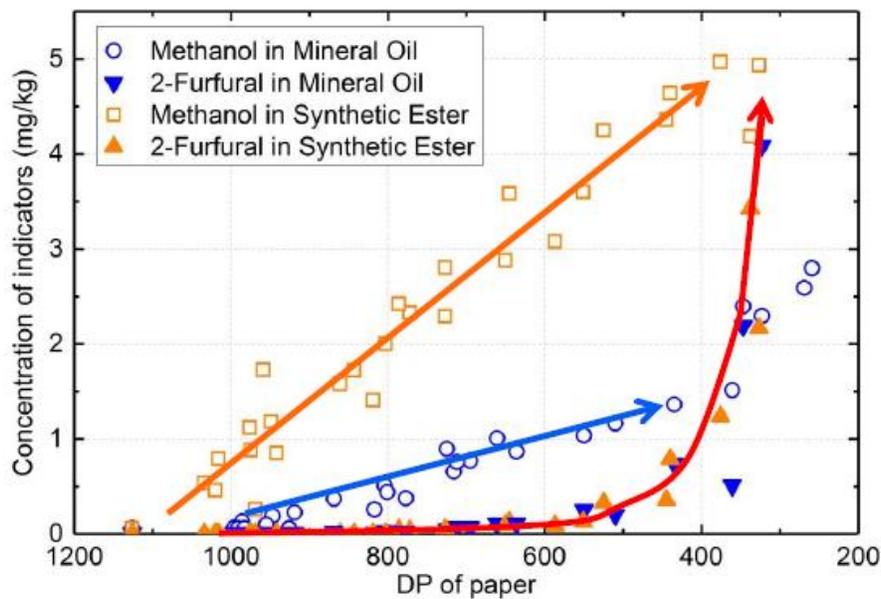


Figure 29 - Corrélation entre le DP de la cellulose et les marqueurs MeOH et 2-FAL dans une huile minérale et un ester synthétique [51]

Toutefois, comme pour l'humidité, un facteur important à prendre en compte pour l'utilisation de ces marqueurs en service est l'équilibre de répartition de ces composés entre l'isolation solide et l'isolation liquide lequel dépend notamment de la température (Figure 30) et des matériaux isolants employés. Ainsi, tout comme pour l'utilisation des courbes d'équilibre de l'humidité, il convient d'être prudent lors de l'utilisation de ces outils pour le monitoring d'appareils en service.

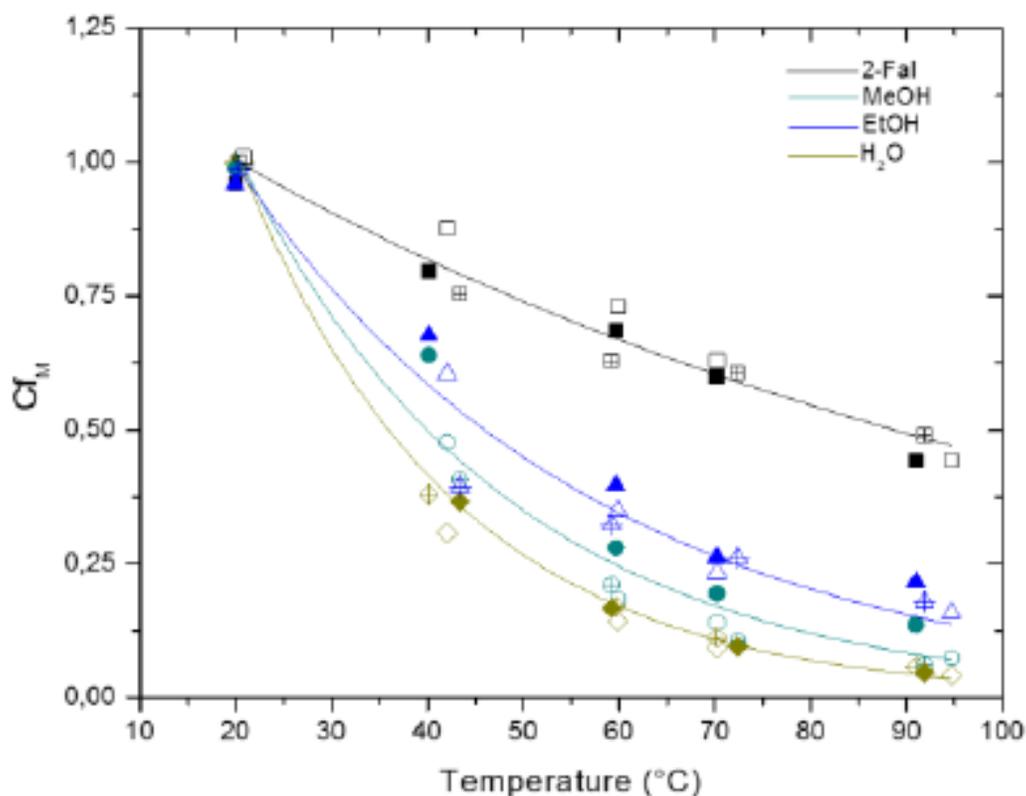


Figure 30 - Coefficient de partition de différents marqueurs dont 2-FAL/MeOH en fonction de la température [25]

b. Utilisation de la spectroscopie infrarouge pour le monitoring

La spectroscopie infrarouge est une méthode d'analyse qui repose sur la vibration des liaisons chimiques des molécules à analyser à différentes longueurs d'ondes, et qui permet d'identifier les liaisons chimiques présentes dans le composé. Les mesures infrarouges peuvent être réalisées à la fois sur huile et sur papier.

➤ Analyse du papier

Un exemple de spectre infrarouge de papier Kraft est donné Figure 31.

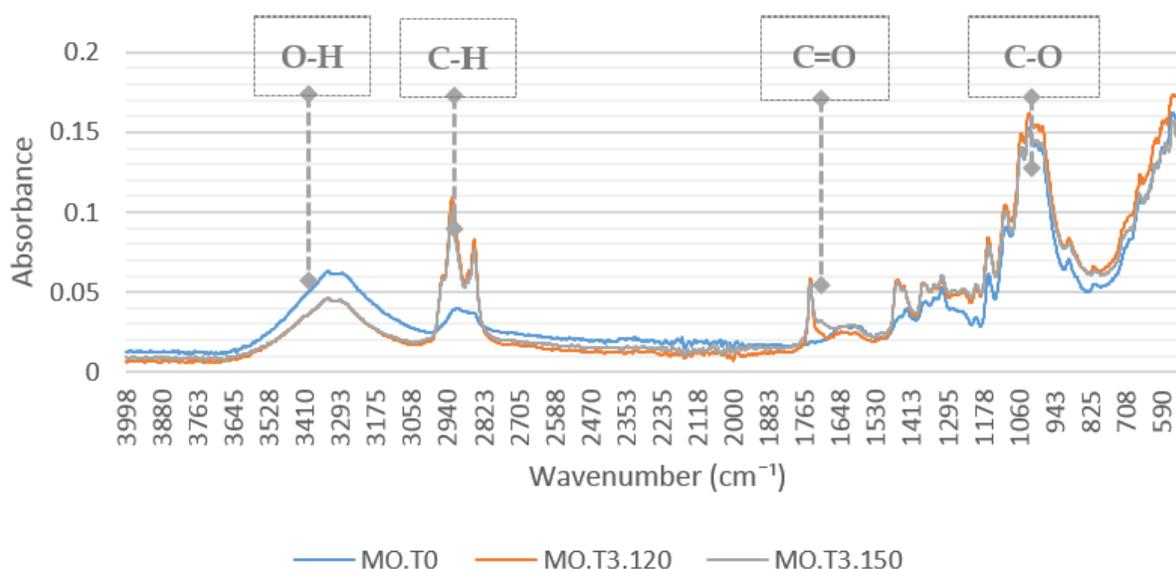


Figure 31 - Spectre IR de papier kraft imprégné à l'huile minérale neuf (T0) et ayant vieilli pendant 1008h à 120°C (T3.120°) et à 150°C (T3.150) [52]

Le spectre présente deux pics vers 3273cm⁻¹ et 3325 cm⁻¹ qui correspondent au groupement -OH de la cellulose. Une étude menée par A. Munajad et al. [52] sur le vieillissement thermique de papier Kraft imprégné a montré que l'intensité de ces pics diminuait avec le vieillissement. La Figure 32 représente l'évolution de l'intensité de ces pics pour les essais menés à 120°C et 150°C pour des durées de 0h (new), 336h (T1), 672h (T2) et 1008h (T3).

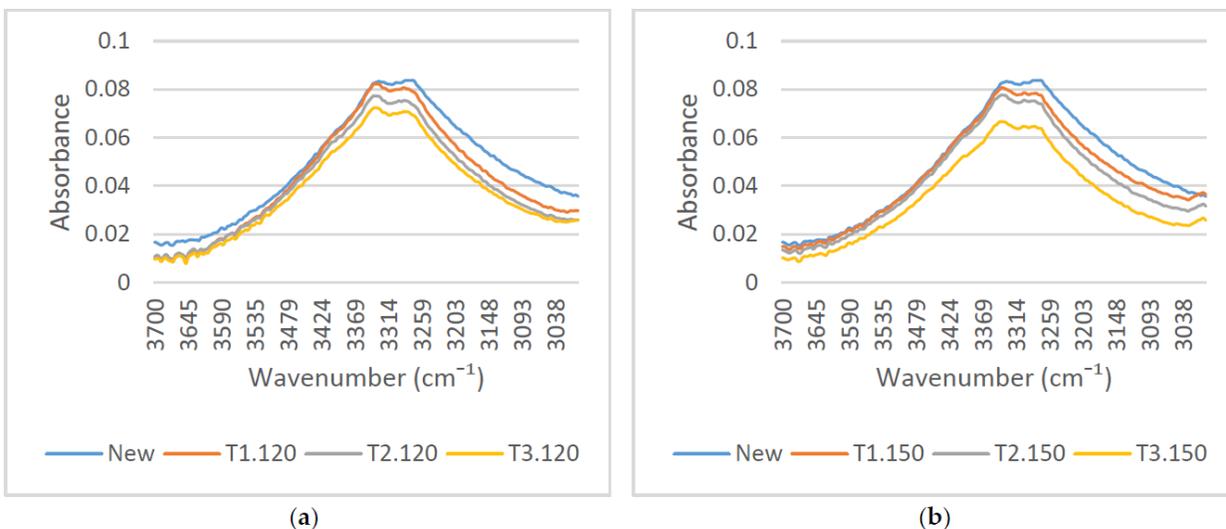


Figure 32 - Spectres IR aux longueurs d'onde 3700-3000 cm^{-1} du papier kraft aux températures de vieillissement de 120°C (a) et 150°C (b) [52]

La diminution de l'intensité de ces pics peut être attribuée à l'hydrolyse du papier qui provoque la scission des chaînes de cellulose [52].

➤ Analyse de l'huile

Après étude de la littérature, les différentes applications de l'infrarouge pour l'analyse des huiles isolantes peuvent être les suivantes :

- **Teneur en carbones aromatiques** : par analyse du pic à $1610cm^{-1}$ selon la norme CEI 60590 [53]
- **Teneur en carbones paraffiniques** : par analyse du pic à $720cm^{-1}$ selon la norme IS 13155 [54]
- **Teneur en antioxydants** : par analyse du pic à $3650cm^{-1}$ selon la norme CEI 60666 [55]
- **Acidité** : par analyse des pics à $1571cm^{-1}$ et $2109cm^{-1}$ selon brevet US 8,268,624 B2 [56] après extraction avec un solvant approprié et analyse du solvant
- **Teneur en eau** : par analyse du pic à $3616 cm^{-1}$ selon les travaux menés dans [57] après extraction avec un solvant approprié et analyse du solvant
- **Suivi d'oxydation** : par analyse des pics vers $1600cm^{-1}$ et $3500cm^{-1}$ [58]

A noter que les applications concernant l'acidité et la teneur en eau ne consistent pas en une analyse directe de l'huile mais en l'analyse du solvant ayant permis d'extraire les acides et l'eau, respectivement.

Pour ce qui est de la mesure de la teneur en carbones aromatiques et paraffiniques, il s'agit plutôt d'essais de caractérisation chimique et non d'un essai pertinent pour le monitoring.

Le suivi de la teneur en antioxydants ainsi que l'acidité et le suivi d'oxydation seraient des outils intéressants pour l'évaluation des phénomènes d'oxydation. Toutefois, les transformateurs de mesure sont des appareillages scellés et le cuivre qui constitue les enroulements de la partie active est émaillé. Ainsi, les phénomènes d'oxydation ne sont pas attendus comme majoritaires en ce qui concerne la dégradation de l'isolation.

En ce qui concerne la teneur en eau, c'est un paramètre intéressant mais qui nécessite de réaliser une extraction de l'humidité de l'huile par un solvant, la mesure n'est donc pas directe.

4. Autres matériaux isolants utilisés en électrotechnique

4.1. Liquides isolants alternatifs

4.1.1. Etat des lieux des liquides disponibles

Les liquides isolants utilisés en électrotechnique peuvent être classés selon leur composition chimique, en quatre groupes principaux [59] :

- **Huiles minérales** : naphthéniques, paraffiniques et recyclées
- **Autres hydrocarbures** : bio-sourcés et Gas-To-Liquid (GTL)
- **Huiles esters** : synthétiques, naturels et mixtes
- **Huiles silicones** : polydiméthylsiloxanes linéaires

a. Huiles minérales

Les huiles minérales naphthéniques et paraffiniques ont été largement décrites en section 2.2. Pour ce qui est des huiles minérales recyclées, il s'agit de recycler des huiles minérales usagées en les traitant pour retirer les contaminants solubles et insolubles qu'elles contiennent. Ces huiles recyclées ont la même composition chimique que le mélange d'huile usagée utilisé au départ pour les produire. C'est actuellement un sujet d'un grand intérêt dont le but est de réduire l'impact environnemental des huiles minérales et ce à un prix compétitif. Cependant, ces huiles devront être clairement mentionnées comme recyclées et un cahier de charges spécifique employé en comparaison des huiles minérales neuves [59].

Les esters naturels sont produits à partir d'huiles végétales comme l'huile de soja, de colza ou encore de tournesol. Un mélange d'acides gras saturés et insaturés entre dans leur composition afin d'obtenir un équilibre de propriétés entre la stabilité à l'oxydation et le comportement à basse température. En effet, les acides gras saturés augmentent la viscosité et améliorent la stabilité à l'oxydation et inversement, les acides gras insaturés baissent la viscosité et dégradent la stabilité à l'oxydation. Il en résulte un triester comprenant des acides gras saturés et insaturés (Figure 35). Les acides gras les plus courants pour les esters naturels sont illustrés en Figure 36 [59].

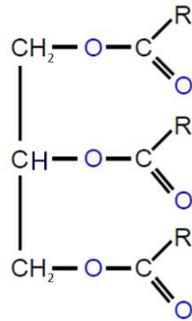


Figure 35 - Structure chimique d'un ester naturel [10]



Figure 36 - Acides gras les plus courants dans les esters naturels [10]

Les esters mélangés, sont constitués d'un mélange d'esters synthétiques et naturels ou d'esters dit modifiés comme le PFAE (Palm Fatty Acid Ester) produit à partir d'huile de palme [59].

De manière générale, les esters (synthétiques, naturels et mixtes) présentent typiquement les propriétés suivantes : biodégradabilité, faible toxicité par ingestion, non toxicité pour les milieux aquatiques, meilleure classe thermique que les huiles minérales. Notons que les esters ont un coût plus élevé que l'huile minérale [59].

d. Autres liquides

Les huiles silicones consistent en des chaînes linéaires de siloxanes (enchaînement de liaisons Si-O) dont les groupements secondaires sont des méthyles (CH₃). Il en résulte des PolyDiMéthylSiloxanes (PDMS) qui sont le type de silicones utilisés en électrotechnique (Figure 37). Ils présentent une durée de vie importante du fait de leur grande stabilité chimique et une excellente tenue au feu ; cependant, ils ne sont pas biodégradables [59].

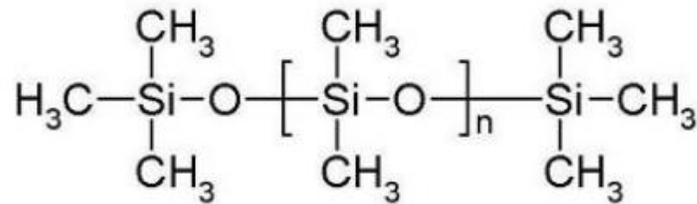


Figure 37 - Structure chimique d'une huile silicone [59]

4.1.2. Utilisation des liquides alternatifs

Les différents types de liquides isolants décrits dans la section précédente correspondent à différentes applications résumées dans le Tableau 18 datant de 2010 et dans le Tableau 5 pour la version actualisée en 2022.

Tableau 18 - Utilisation des liquides isolants dans les transformateurs version 2010 [60]

Type de transformateur	Huile minérale	Ester synthétique	Ester naturel	Huile silicone
Puissance	A	B	B	X
Traction	A	A	X	A
Distribution	A	A	A	A
Mesure	A	X	X	X

(A=largement utilisé ; B=rarement utilisé ; X=pas utilisé actuellement)

Tableau 19 - Utilisation des liquides isolants dans les transformateurs version 2022 [5]

Type de transformateur	Huile minérale	Ester synthétique	Ester naturel	Huile silicone
Puissance	A	A	A	X
Traction	B	A	X	X
Distribution	A	A	A	B
Mesure	A	X	B	X

(A=largement utilisé ; B=rarement utilisé ; X=pas utilisé actuellement)

Les huiles minérales sont les plus utilisées. En effet, ces liquides sont étudiés et en service dans des appareils depuis des décennies. Ainsi, une large base de données des propriétés et de cas réels d'utilisation sont disponibles. Cependant, les considérations environnementales de plus en plus présentes dans la société et donc dans l'industrie, incitent à l'utilisation de liquides alternatifs plus respectueux de l'environnement [60]. Le Tableau 19 illustre bien ce phénomène avec l'utilisation grandissante des esters dans les transformateurs de puissance, l'usage prédominant d'ester synthétique dans les transformateurs de traction ou encore l'utilisation naissante d'ester naturel dans les transformateurs de mesure [5].

Les esters synthétiques sont largement utilisés dans les transformateurs de distribution et de traction pour des raisons de sécurité au feu et de protection de l'environnement principalement. Ils sont également de plus en plus utilisés dans les transformateurs de puissance et dans les transformateurs des parcs éoliens [5,60].

Les esters naturels sont utilisés dans les transformateurs de puissance et de distribution. Ils commencent également à être utilisés dans les transformateurs de mesure [5,60].

Les huiles silicones étaient majoritairement utilisées dans les applications où la sécurité au feu est primordiale, comme dans les transformateurs de traction embarqués dans les trains, les transformateurs de distribution ou encore dans des transformateurs compacts où la température d'utilisation est plus élevée en comparaison de la température d'utilisation des « designs » non-compacts [57]. Cependant, les considérations environnementales ont poussé à limiter l'utilisation de ces liquides au profit des huiles esters et ainsi, de nos jours, l'utilisation des huiles silicones se limite aux transformateurs de distribution et leur utilisation n'est pas majoritaire [5]. Ainsi, ce type de liquide ne sera pas traité dans la suite de ce manuscrit.

Les autres hydrocarbures de type GTL sont des liquides relativement nouveaux sur le marché des liquides isolants pour transformateurs comme le montre la Figure 38.

The evolution of hydrocarbon transformer oils

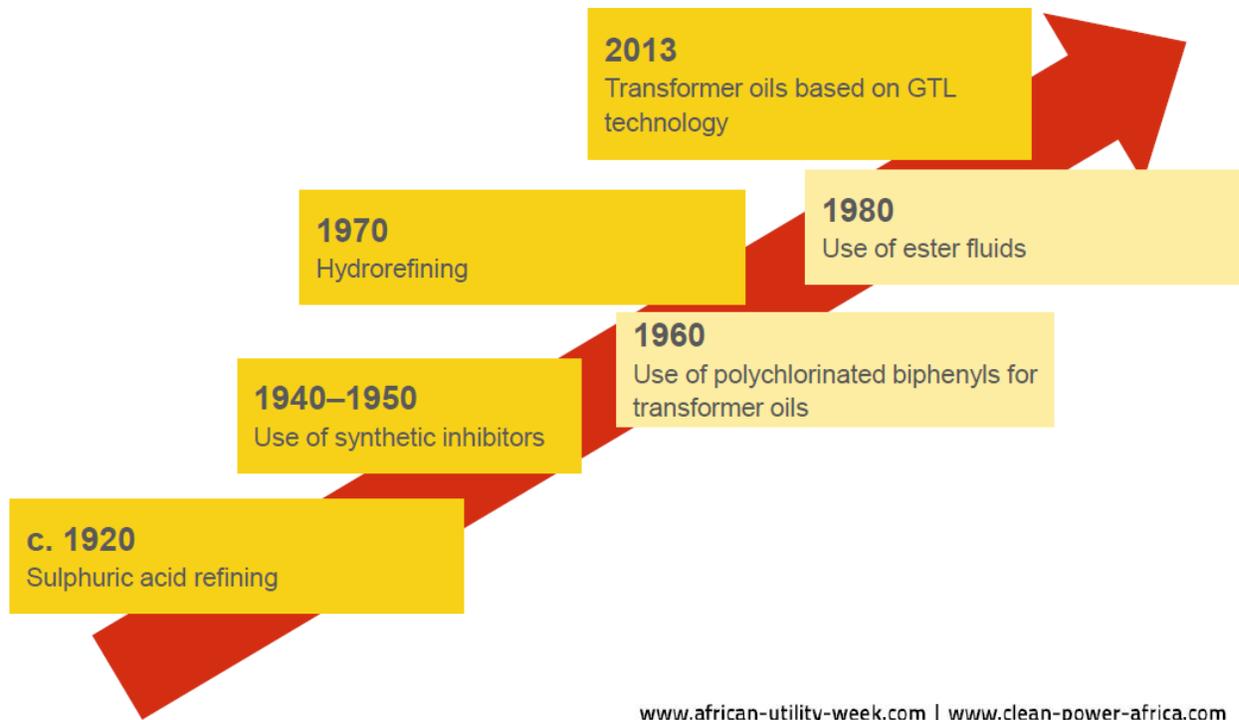


Figure 38 - Evolution de l'utilisation des liquides isolants pour transformateur [61]

Les huiles GTL répondent aux exigences de la norme CEI 60296 que les huiles minérales et leur application couvre donc l'ensemble des types de transformateur : puissance, traction, distribution et mesure [59]. Plus récemment encore, une huile GTL biodégradable a été développée par Shell, répondant a priori aux mêmes applications que les huiles GTL non biodégradables [62].

Les hydrocarbures biosourcés font référence à la nouvelle huile développée par le fournisseur Nynas dénommée Nytro Bio 300X. Cette nouvelle huile répond aux mêmes exigences de la norme CEI 60296 que les huiles minérales et leur application couvre donc potentiellement l'ensemble des types de transformateur : puissance, traction, distribution et mesure. En plus d'être biosourcée, cette huile est également biodégradable, ce qui constitue un avantage intéressant en ligne avec la tendance du marché d'aller vers des solutions plus respectueuses de l'environnement [63].

4.1.3. Propriétés des liquides isolants en comparaison du cahier des charges

a. Huiles minérales

Les propriétés principales des huiles minérales sont données Tableau 20 en se basant sur deux références d'huile du fournisseur Nynas dont l'huile inhibée est une des références actuellement utilisée dans les transformateurs de mesure.

Tableau 20 - Propriétés des huiles minérales en comparaison des spécifications GE [64,65]

Propriétés	Norme	Unités	Spécifications GE	Huile minérale inhibée	Huile minérale non inhibée
				Nynas – Nytro 4000X [64]	Nynas – Nytro Taurus [65]
1 – Fonction					
Viscosité 40°C	ISO 3104	mm ² /s	≤ 11,0	9,1	10,0
Point d'écoulement	ISO 3016	°C	≤ -40	-54	-48
Teneur en eau	CEI 60814	mg/kg	≤ 30	< 20	<20
Tension de claquage – Avant traitement	CEI 60156	kV	≥ 30	40-60	40 – 60
Tension de claquage – Après traitement	CEI 60156	kV	≥ 70	> 70	> 70
Masse volumique	ISO 12185	kg/dm ³	≤ 0,88	0,86	0,87
FDD à 90°C	CEI 60247	na	0,0015 à 0,0020	< 0,0010	< 0,0010
2 – Raffinage & stabilité					
Acidité	CEI 62021	mg KOH/g	≤ 0,01	< 0,01	< 0,01
TIF	EN 14210	mN/m	≥ 40	49	45
Soufre corrosif	ASTM D 1275 Méthode B	na	Non corrosive	Non corrosive	Non corrosive
DBDS	CEI 62697-1	mg/kg	-	Non détectable	Non détectable
Antioxydant	CEI 60666	% massique	-	0,38	Non détectable
Passivateurs de métaux	CEI 60666	mg/kg	-	Non détectable	Non détectable
Teneur en 2-FAL	CEI 61198	mg/kg	-	< 0,05	< 0,05
Teneur en aromatiques	CEI 60590	%	≤ 12	4	9
3 – Performance : stabilité à l'oxydation selon norme CEI 61125 méthode C					
<ul style="list-style-type: none"> ➤ 120°C pendant 500h pour huile minérale inhibée ➤ 120°C pendant 164h pour huile minérale non inhibée 					
Acidité totale	CEI 62021	mg KOH/g	≤ 0,20	0,02	0,50
Boues	-	%	≤ 0,10	≤ 0,01	≤ 0,15
FDD à 90°C	CEI 60247	na	≤ 0,02	<0,01	0,08
4 – Hygiène, Sécurité et Environnement (HSE)					
Point éclair	ISO 2719	°C	≥ 135	146	152
PCB	IP 346 BS 2000 (spé. GE)	% massique	Non détectable	Non détectable	Non détectable
CAP	CEI 61619	mg/kg	≤ 3	≤ 3	≤ 3

Les caractéristiques de l'huile minérale inhibée correspondent en tout point au cahier des charges. Pour ce qui est de l'huile minérale non inhibée, les caractéristiques correspondent globalement au cahier des charges à l'exception des essais de tenue à l'oxydation, dont les valeurs sont plus élevées que la spécification. Toutefois, l'oxydation étant un mécanisme de dégradation attendu comme minoritaire pour les transformateurs de mesure en service, ce critère n'est peut-être pas suffisant pour écarter complètement l'option d'une huile non inhibée.

b. Autres hydrocarbures

Les propriétés principales des autres hydrocarbures sont données Tableau 21 en se basant sur trois références d'huile : deux du fournisseur Shell pour les huiles GTL, en version non biodégradable et biodégradable, et une du fournisseur Nynas qui fabrique l'huile biosourcée et biodégradable.

Tableau 21 - Propriétés des autres hydrocarbures en comparaison des spécifications GE [62,66,67]

Propriétés	Norme	Unités	Spécifications GE	Huile GTL	Huile GTL biodégradable	Hydrocarbure biosourcé et biodegradable
				Shell – Diala S4 ZX-I [66]	Shell Diala S5BD [62]	Nynas – Nytro Bio 300X [67]
1 – Fonction						
Viscosité 40°C	ISO 3104	mm ² /s	≤ 11,0	9,6	7,4	3,7
Point d'écoulement	ISO 3016	°C	≤ -40	-42	-51	-60
Teneur en eau	CEI 60814	mg/kg	≤ 30	6	14	< 20
Tension de claquage – Avant traitement	CEI 60156	kV	≥ 30	> 30	40	40-60
Tension de claquage – Après traitement	CEI 60156	kV	≥ 70	> 70	70	>70
Masse volumique	ISO 12185	kg/dm ³	≤ 0,88	0,81	0,82	0,79
FDD à 90°C	CEI 60247	na	0,0015 à 0,0020	< 0,0010	0,0020	< 0,0010
2 – Raffinage & stabilité						
Acidité	CEI 62021	mg KOH/g	≤ 0,01	< 0,01	0,01	< 0,01
TIF	EN 14210	mN/m	≥ 40	-	-	49
Soufre corrosif	ASTM D 1275 Méthode B	na	Non corrosive	Non corrosive	Non corrosive	Non corrosive
DBDS	CEI 62697-1	mg/kg	-	-	-	Non détectable
Antioxydant	CEI 60666	% massique	-	0,20	0,23	0,22
Passivateurs de métaux	CEI 60666	mg/kg	-	Non détectable	Non détectable	Non détectable
Teneur en 2-FAL	CEI 61198	mg/kg	-	Non détectable	Non détectable	< 0,05
Teneur en aromatiques	CEI 60590	%	≤ 12	-	-	< 1,2

Propriétés	Norme	Unités	Spécifications GE	Huile GTL	Huile GTL biodégradable	Hydrocarbure biosourcé et biodegradable
				Shell – Diala S4 ZX-I [66]	Shell Diala S5BD [62]	Nynas – Nytro Bio 300X [67]
3 – Performance : stabilité à l'oxydation selon norme CEI 61125 méthode C ➤ 120°C pendant 500h						
Acidité totale	CEI 62021	mg KOH/g	≤ 0,10 à ≤ 0,20	0,02	0,02	0,01
Boues	??	%	≤ 0,10	< 0,01	0,02	< 0,01
FDD à 90°C	CEI 60247	na	≤ 0,01 à ≤ 0,02	0,001	0,02	0,01
4 – Hygiène, Sécurité et Environnement (HSE)						
Point éclair	ISO 2719	°C	≥ 135	191	161	145
PCB	IP 346 BS 2000 (spé. GE)	% massique	Non détectable	Non détectable	Non détectable	Non détectable
CAP	CEI 61619	mg/kg	≤ 3	≤ 3	≤ 3	< 0,1
Biodégradabilité	OECD 301	%	-	-	Facilement biodégradable	Facilement biodegradable
Carbones biosourcés	ASTM D 6866	%	-	-	-	99

Les huiles GTL, biodégradable ou non, ainsi que l'hydrocarbure biodégradable et biosourcé ont des propriétés qui correspondent aux spécifications GE pour les huiles minérales utilisées dans les transformateurs de mesure.

c. Esters

Les propriétés principales des huiles esters, synthétiques et naturels, sont données Tableau 22 en se basant sur trois références d'huile : une référence pour l'ester synthétique du fournisseur M&I Materials, deux références pour l'ester naturel, une issue de graines de soja et l'autre issue des graines de Colza respectivement des fournisseurs Cargill et M&I Materials.

Tableau 22 - Propriétés des esters en comparaison des spécifications GE [68,69,70]

Propriétés	Norme	Unités	Spécifications GE	Ester synthétique	Ester naturel – Base Soja	Ester naturel – Base Colza
				Midel - Midel 7131 [68]	Cargill – Envirotemp FR3 [69]	Midel – eN 1204 [70]
1 – Fonction						
Viscosité 40°C	ISO 3104	mm ² /s	≤ 11,0	29,0	32,0 à 34,0	37,0
Point d'écoulement	ISO 3016	°C	≤ -40	-60	-18 à -21	-31
Teneur en eau	CEI 60814	mg/kg	≤ 30	50	4 à 50	50
Tension de claquage – Avant traitement	CEI 60156	kV	≥ 30	-	> 55	≥ 30
Tension de claquage – Après traitement	CEI 60156	kV	≥ 70	>75	-	-
Masse volumique	ISO 12185	kg/dm ³	≤ 0,88	0,97	0,92	0,92
FDD à 90°C	CEI 60247	na	0,0015 à 0,0020	<0,0080	0,0100 à 0,0300	<0,0300
2 – Stabilité						
Acidité	CEI 62021	mg KOH/g	≤ 0,01	< 0,03	0,01 à 0,05	≤ 0,04
TIF	EN 14210	mN/m	≥ 40	-	-	-
Soufre corrosif	ASTM D 1275 Méthode B	na	Non corrosive	-	Non corrosive	Non corrosive
DBDS	CEI 62697-1	mg/kg	-	-	na	Na
Antioxydant	CEI 60666	% massique	-	-	-	-
Passivateurs de métaux	CEI 60666	mg/kg	-	-	-	-
Teneur en 2-FAL	CEI 61198	mg/kg	-	-	na	Na
Teneur en aromatiques	CEI 60590	%	≤ 12	-	na	Na
3 – Performance : stabilité à l'oxydation selon norme CEI 61125 méthode C						
➤ 120°C pendant 164h pour l'ester synthétique						
➤ 120°C pendant 48h pour les esters naturels						
Acidité totale	CEI 62021	mg KOH/g	≤ 0,10 à ≤ 0,20*	0,020	0,10 à 0,30	< 0,10
Boues	-	%	≤ 0,10	< 0,01	-	-
FDD à 90°C	CEI 60247	na	≤ 0,01 à ≤ 0,02*	-	0,10	< 0,10
4 – Hygiène, Sécurité et Environnement (HSE)						
Point éclair	ISO 2719	°C	≥ 135	260	260-270	> 315
PCB	IP 346 BS 2000 (spé. GE)	% massique	Non détectable	-	Non détectable	Non détectable
CAP	CEI 61619	mg/kg	≤ 3	na	na	Na
Biodégradabilité	OECD 301	%	-	Facilement biodégradable	Facilement biodégradable	Facilement biodégradable

Les spécifications GE s'appliquent aux huiles minérales. La comparaison des différentes propriétés met en lumière les éléments suivants :

- La viscosité, la teneur en eau, la masse volumique, le FDD et l'acidité des esters sont en dehors des critères de la spécification. Cependant, ces caractéristiques sont dues à la nature chimique différente des esters en comparaison de l'huile minérale.
- Le point d'écoulement des esters naturels est plus élevé, impliquant une gamme de température plus restrictive que celle actuellement attendue d'après les spécifications.
- Les caractéristiques de stabilité à l'oxydation des esters naturels ne sont pas directement comparables aux spéciations puisque la durée d'essai de 48h à 120°C est bien inférieure à la durée de 164h minimum appliquée pour les huiles minérales non inhibées par exemple. Ainsi, de ce point de vue, les esters naturels présentent une faible stabilité à l'oxydation. Il est également à noter qu'aucune valeur d'évolution du FDD pour les esters synthétiques après essai d'oxydation n'est mentionnée.
- Les propriétés HSE des esters sont satisfaisantes et le point éclair de ces liquides est bien supérieur aux limites attendues avec les huiles minérales. A noter aussi que le point éclair est plus élevé pour l'ester naturel issu de graines de colza en comparaison de celui obtenu à partir de graines de soja.

d. Comparatif des différents liquides

➤ Fonctions

L'huile GTL et l'hydrocarbure biosourcé biodégradable présentent une viscosité plus faible que les huiles minérales traditionnelles. Cela constitue un avantage pour ces liquides facilitant le transfert thermique et l'imprégnation de l'isolation cellulosique.

La viscosité des esters est plus élevée que celles des huiles minérales [71], ce qui explique une tolérance plus grande pour les valeurs limites données dans les normes. A priori, la viscosité n'est pas un frein majeur dans l'utilisation de ces huiles dans les transformateurs de mesure car ce sont des dispositifs qui chauffent peu et où l'huile n'est pas en mouvement. Le plus gros impact de cette différence de viscosité concernera plutôt l'aspect imprégnation de l'isolation cellulosique.

Le point d'écoulement de l'ester synthétique est plus bas que celui des huiles minérales. Ainsi, la température minimale d'utilisation de ce type d'huile sera au moins équivalente à celle des huiles minérales. En ce qui concerne les esters naturels, le point d'écoulement est plus élevé en comparaison avec les huiles minérales. Ainsi, l'utilisation à basse température de ce type d'huile pourrait être plus restrictive que celle des huiles minérales.

Du fait de leur composition chimique, les esters sont capables de solubiliser une quantité d'eau plus importante que les huiles minérales sans que leurs tenues diélectriques n'en soient diminuées. C'est pourquoi une valeur plus élevée de teneur en eau est tolérée.

Les fonctions chimiques esters étant plus polarisées que les hydrocarbures, les valeurs de FDD des esters sont intrinsèquement plus élevées.

➤ **Stabilité**

La limite d'acidité des esters est plus élevée que celle des huiles minérales. En effet, là où les huiles minérales génèrent surtout des acides à chaînes courtes, les esters ont tendance à former des acides gras à chaînes plus longues qui interviennent peu dans les mécanismes de dégradation de l'isolation. Ces acides gras ont même tendance à absorber l'humidité de l'huile par estérification permettant ainsi de préserver l'intégrité du système papier/huile [25].

Le critère de soufre corrosif est soit mentionné comme « non corrosive », soit il n'est pas mentionné du tout. Cela s'explique par le fait que les esters ne sont pas considérés comme corrosifs.

Le critère de teneur en inhibiteurs est donné pour les huiles minérales. Il n'est pas mentionné pour les esters. Cela ne signifie pas qu'elles n'en contiennent pas, car des additifs sont nécessaires notamment pour la stabilité à l'oxydation des esters naturels. Cependant, aucune valeur limite n'est mentionnée faute de données disponibles. Il est fait mention dans la fiche de données techniques de l'ester naturel d'un taux d'additifs <2% « au total », sans mention ou distinction de ces derniers.

➤ Performance

Il est à noter que les esters naturels s'oxydent plus facilement que les autres huiles. Ce qui explique un temps de test de stabilité à l'oxydation beaucoup plus faible que pour les autres types d'huile. Cette sensibilité à l'oxydation ne semble pas être un frein à l'utilisation de cette huile dans les transformateurs de mesure car ce sont des dispositifs scellés et donc les contacts de l'huile avec l'air sont limités.

Il est mentionné également dans la brochure consacrée à la manipulation de l'ester naturel Envirotemp FR3 [72] qu'une précaution particulière est à apporter lors du stockage avant utilisation. En effet, ce type de liquide tend à se polymériser au contact direct de l'air ou de la lumière du jour. L'étendue de la polymérisation dépend du temps d'exposition à l'air, de la température et de la lumière du jour. Par exemple, l'étendue de polymérisation d'une fine pellicule de fluide FR3 après 1 jour à 40°C à l'air est minime. Après 7 jours, il sera partiellement polymérisé et collant au toucher. Après exposition d'un film mince de fluide FR3 à l'air à 95°C pendant 5 jours, il se polymérise et devient sec, comme un vernis.

➤ Hygiène, Sécurité et Environnement (HSE)

La norme CEI 61039 [73] relative à la classification des liquides, distingue trois catégories de liquides concernant la sécurité au feu : « classe O » pour un point de feu inférieur à 300°C, « classe K » pour un point de feu supérieur à 300°C et « classe L » pour un liquide dont le point de feu n'est pas détecté.

Les huiles minérales traditionnelles sont des liquides de classe O avec un point de feu compris entre 160 et 170°C [74].

Les points éclair des huiles GTL sont plus élevés que ceux des huiles minérales, avec respectivement 191°C et 161°C. La sécurité au feu semble donc légèrement améliorée. Cependant, il n'est pas fait mention de leur point de feu dans la fiche technique. Mais il est peu probable que le point de feu dépasse les 300°C avec un point éclair qui est inférieur à 200°C. Ainsi, ces liquides, bien que présentant un point éclair supérieur aux huiles minérales, sont également des liquides de classe O.

Les esters présentent un point éclair beaucoup plus élevé que les huiles minérales. De plus la fiche technique des esters [68,69,70] fait mention d'un point de feu de 316°C pour l'ester synthétique et de 350°C pour les esters naturels. Les esters sont donc des liquides de classe K et améliorent la sécurité au feu.

Les esters, l'huile GTL biodégradable et l'hydrocarbure biosourcé et biodégradable présentent l'avantage majeur d'être « facilement biodégradables » en comparaison de l'huile minérale qui l'est très faiblement. Le test de biodégradation est encadré par la norme OCDE 301 [75]. Pour être classée comme « facilement biodégradable », une substance doit satisfaire les deux critères suivants [74] :

- 60% de biodégradation doit se produire dans les 10 jours suivant une dégradation supérieure à 10%
- Au moins 60% de dégradation doit se produire dans les 28 jours d'essai

A la notion de biodégradabilité s'ajoute celle de biosourcé. Un matériau est dit « biosourcé » si les matières premières utilisées pour le fabriquer sont issues de sources renouvelables comme par exemple les matières premières végétales, animales, marines ou forestières. Ainsi, l'ester naturel ainsi que l'hydrocarbure biosourcé et biodégradable sont des matériaux biosourcés, ce qui constitue un avantage permettant de limiter la dépendance aux matières premières fossiles.

La teneur en PCB n'est pas mentionnée pour les esters car ils n'en contiennent pas.

4.1.4. Systèmes d'isolation mixtes

a. Dégradation du papier et classe thermique

➤ Ester naturel

De nombreuses études de vieillissement thermique des esters naturels en combinaison avec le papier kraft a permis de mettre en évidence une augmentation de la classe thermique de l'isolation ester naturel/papier kraft en comparaison de l'isolation huile minérale/papier kraft. Le Tableau 23 compile les résultats obtenus lors d'un essai de vieillissement thermique en tubes scellés à 95, 150 et 170°C [25].

Tableau 23 - Classe thermique de l'ester naturel et de l'huile minérale en combinaison avec le papier kraft [25]

Système d'isolation	Indice thermique (°C)	Classe thermique (°C)
Huile minérale / Papier kraft	95	105
Ester naturel / Papier kraft	110	120

Ainsi, l'utilisation de l'ester naturel permet d'augmenter la classe thermique du système d'isolation huile/papier kraft. Cette amélioration de la classe thermique peut être attribuée à deux phénomènes [76] :

- Le captage de l'humidité
- La transestérification du papier

Le captage de l'humidité se fait de deux façons différentes [76] :

- **Par hydrolyse de l'ester** (Figure 39) à haute température qui conduit à la consommation de l'humidité, réduisant ainsi les dommages causés par l'eau sur l'isolation papier.
- **Par solubilisation de l'humidité** : le niveau de saturation en eau de l'ester naturel est beaucoup plus élevé que celui de l'huile minérale, ce qui conduit à absorber d'avantage l'humidité du papier et donc améliorer les caractéristiques de vieillissement du papier.

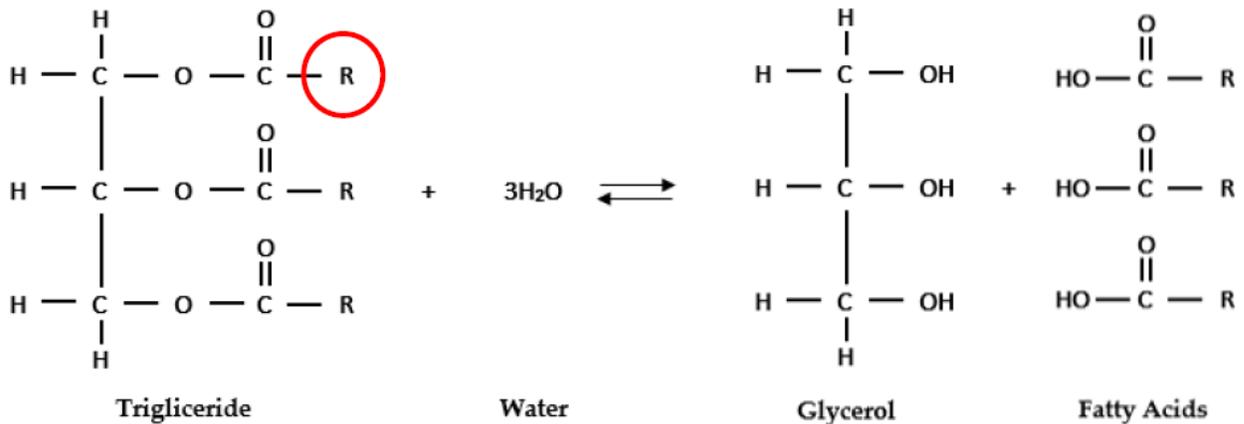


Figure 39 - Réaction d'hydrolyse de l'ester naturel [52]

La réaction de transestérification du papier kraft (Figure 40) est la réaction des acides gras provenant de l'hydrolyse de l'ester avec les groupements OH situés sur l'anneau de glucose ainsi qu'aux terminaisons de chaîne. Ce mécanisme d'estérification remplace donc les groupements OH par des groupements plus volumineux qui stabilisent la molécule de cellulose et prolonge ainsi sa vie thermique en agissant comme barrière contre les effets de l'humidité [52, 76].

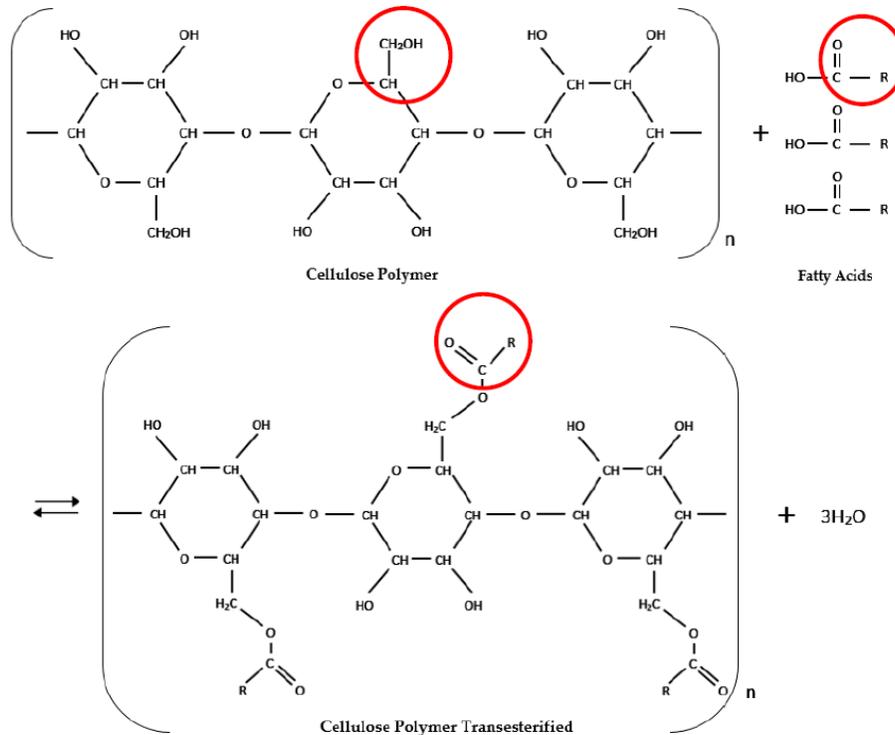


Figure 40 - Mécanisme de transestérification du papier [52]

➤ Ester synthétique

Différentes études ont été menées sur le vieillissement thermique du papier Kraft en combinaison avec l'ester synthétique. Parmi ces études, les travaux menés par O. H. A. Fernandez et al. [77] de vieillissement thermique à 150°C sous atmosphère inerte visent à comparer les comportements d'une huile minérale et d'un ester synthétique en combinaison avec du papier kraft et du papier kraft amélioré thermiquement. L'évolution de la tenue à la traction du papier en fonction de la période de vieillissement est donnée Figure 41.

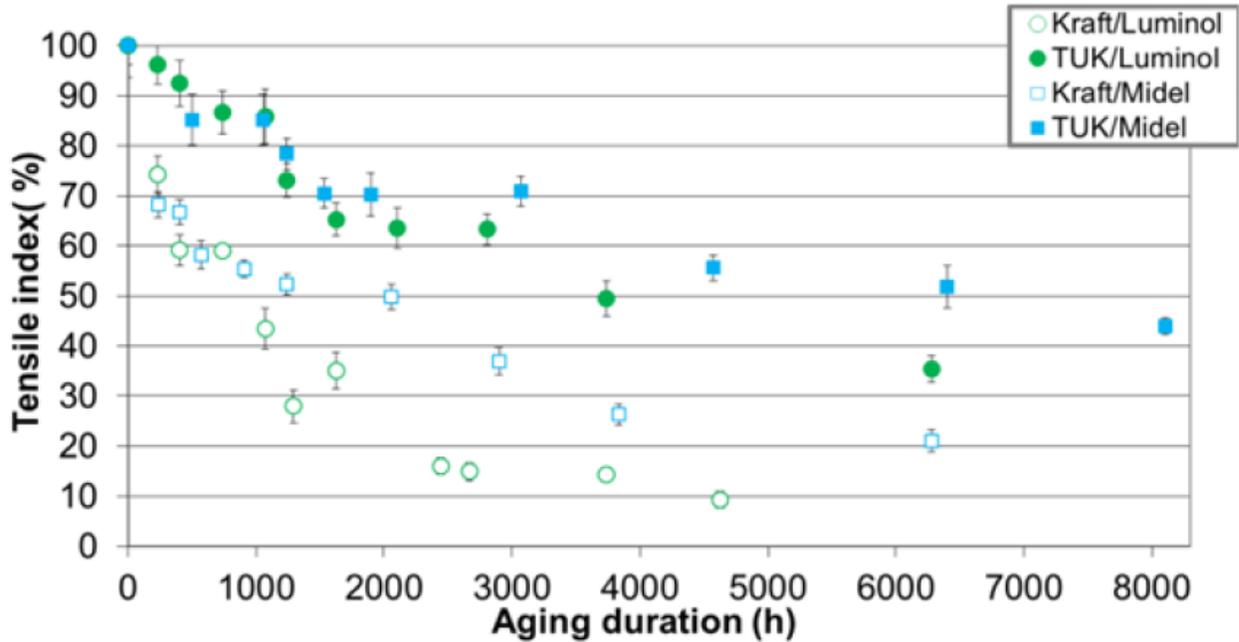


Figure 41 - Evolution de la tenue à la traction du papier en fonction de temps de vieillissement [77]

Il apparait que l'utilisation d'ester synthétique permet de réduire la vitesse de dégradation du papier kraft en comparaison de l'huile minérale. Cette observation est attribuée à la plus grande solubilisation de l'humidité par l'ester synthétique permettant d'absorber une proportion plus grande de l'humidité contenue dans le papier [77].

D'autres travaux menés par S. Y. Matharage et al. [78] étudient la dégradation de l'isolation papier sous contrainte thermique en conditions scellées avec un espace de tête contenant de l'air à des températures de 80, 100 et 120°C visant à comparer également l'impact de l'utilisation d'un ester synthétique à la place d'une huile minérale. L'évolution de la résistance à la traction du papier avec le vieillissement est donnée Figure 42.

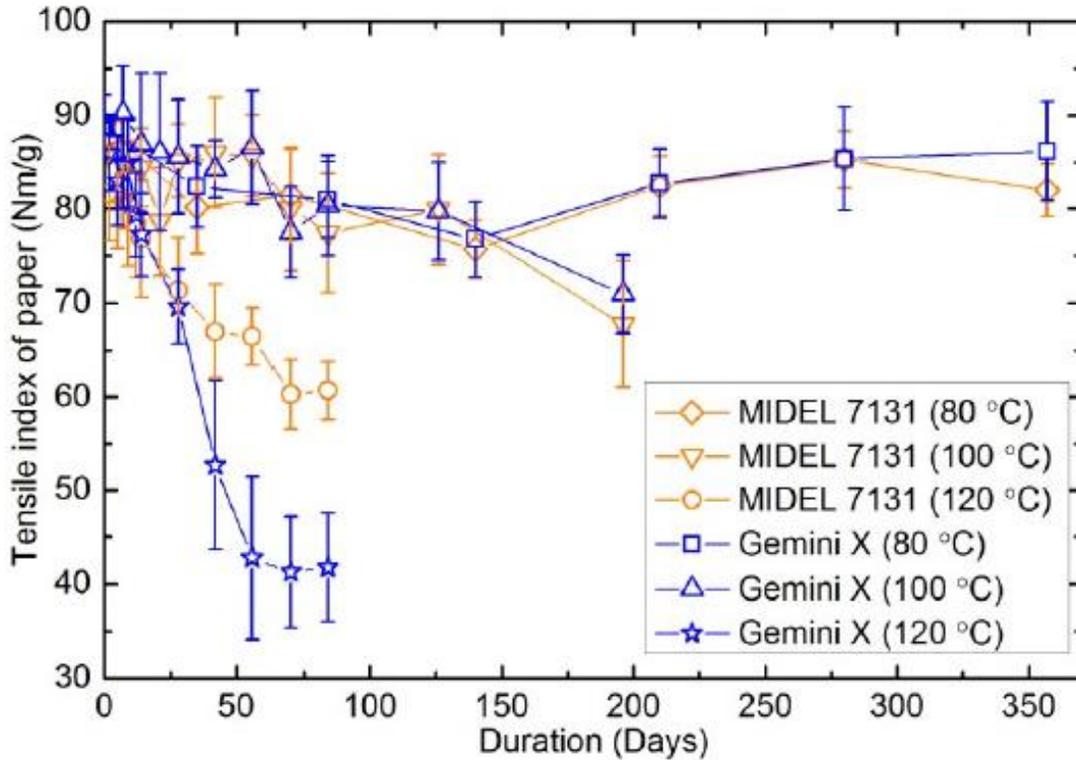


Figure 42 - Evolution de la tenue à la traction du papier en fonction de temps de vieillissement [78]

Les conclusions tirées de cette étude sont les mêmes, à savoir que l'utilisation d'ester synthétique permet d'améliorer la durée de vie de l'isolation papier.

Il n'est jamais fait mention dans les différentes études de la classe thermique associée au système ester synthétique/papier kraft. Toutefois, les travaux menés par H. P. Gasser et al. [79] portent sur l'étude de vieillissement thermique de carton isolant constitué de cellulose en comparant notamment la dégradation de ce dernier en présence d'ester naturel (huiles 1 à 4), d'ester synthétique (huile 5) et d'huile minérale (huile 6 à 9) sous différentes conditions d'essais scellées et non scellées à différentes températures. L'évolution de la résistance à la traction du carton avec le vieillissement est présentée Figure 43.

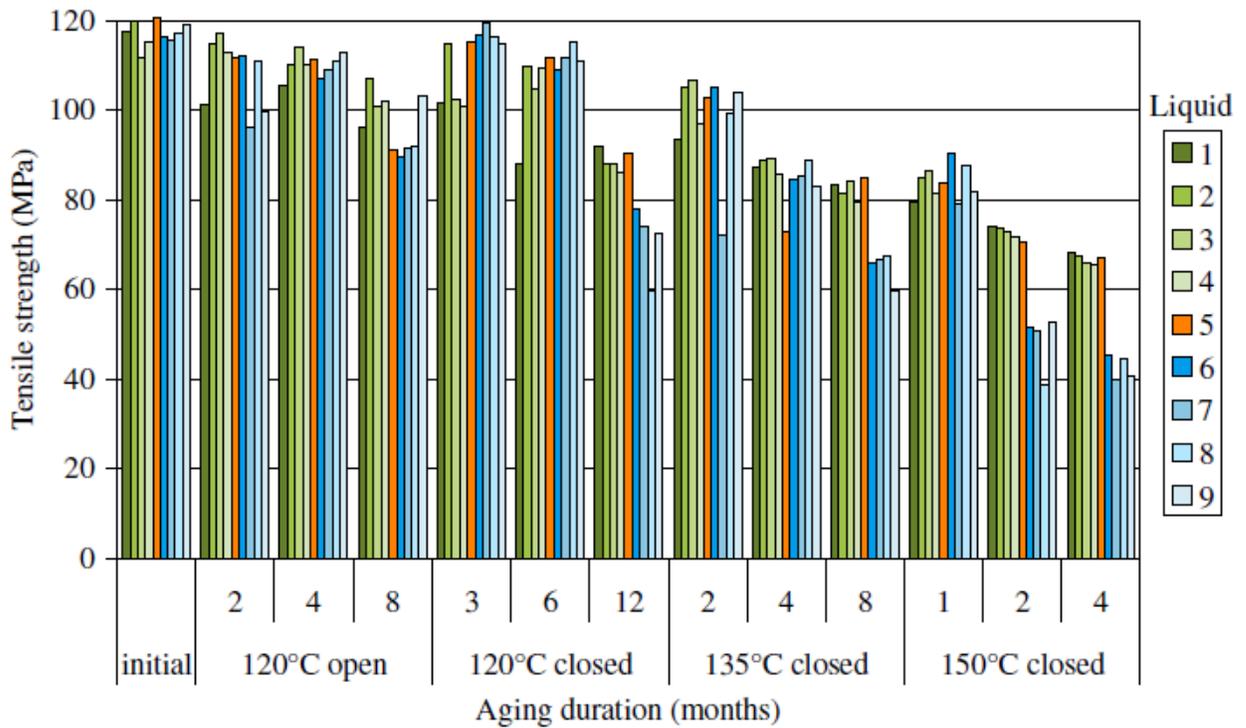


Figure 43 - Evolution de la résistance à la traction du carton [79]

Les résultats obtenus par cette étude semblent indiquer une performance similaire des esters naturels (huiles 1 à 4) et de l'ester synthétique (huile 5) en comparaison des huiles minérales (huile 6 à 9).

Cependant, d'autres travaux menés par S. Tenbohlen et al. [80] sur le vieillissement thermique du papier en conditions scellées et non scellées en présence de matériaux catalytiques (Cu, Fe, Zn et Al) à 130°C. La durée d'essai est de 1440h. L'évolution de degré de polymérisation avant et après essai sont donnés Figure 44.

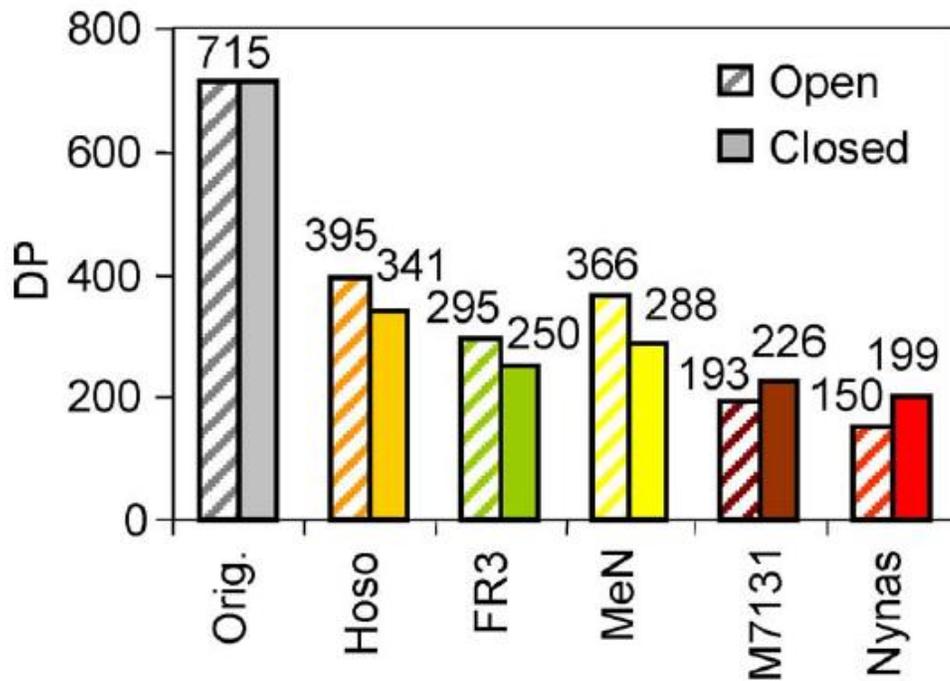


Figure 44 - Evolution du DP avant (orig.) et après vieillissement en conditions scellées (closed) et non scellées (open) [80]

Les résultats obtenus montrent une diminution du DP après vieillissement pour l'ensemble des systèmes testés. Les DP mesurés pour les essais réalisés sur esters naturels (Hoso, FR3 et MeN) sont bien supérieurs à ceux des essais réalisés sur ester synthétique (Midel 7131) et sur huile minérale (Nynas). Ceci démontre bien que l'utilisation d'ester naturel permet de réduire le taux de dégradation du papier. Cependant, la réduction du taux de dégradation du papier avec l'ester synthétique semble beaucoup plus nuancée dans cette étude, la valeur finale de DP est certes supérieure à celle obtenue avec l'huile minérale mais est bien inférieure à celle obtenue pour l'ester naturel [80].

Ainsi, l'ensemble des études présentées s'accordent pour dire que l'utilisation d'ester synthétique permet de réduire le taux de dégradation de l'isolation papier en comparaison de l'huile minérale. Cependant, la comparaison avec l'ester naturel ne fait pas consensus, ce qui explique certainement pourquoi il n'est jamais fait mention de la classe thermique de l'ester synthétique en combinaison avec le papier Kraft.

➤ **Huile GTL**

Les travaux menés par S. Y. Matharage et al. [81] visant à comparer les performances de l'huile GTL et de l'huile minérale en combinaison avec du papier kraft ont consisté en un vieillissement thermique à 120°C pendant 40 semaines en conditions scellées. L'évolution de la tenue mécanique du papier avec la durée de vieillissement est donnée Figure 45.

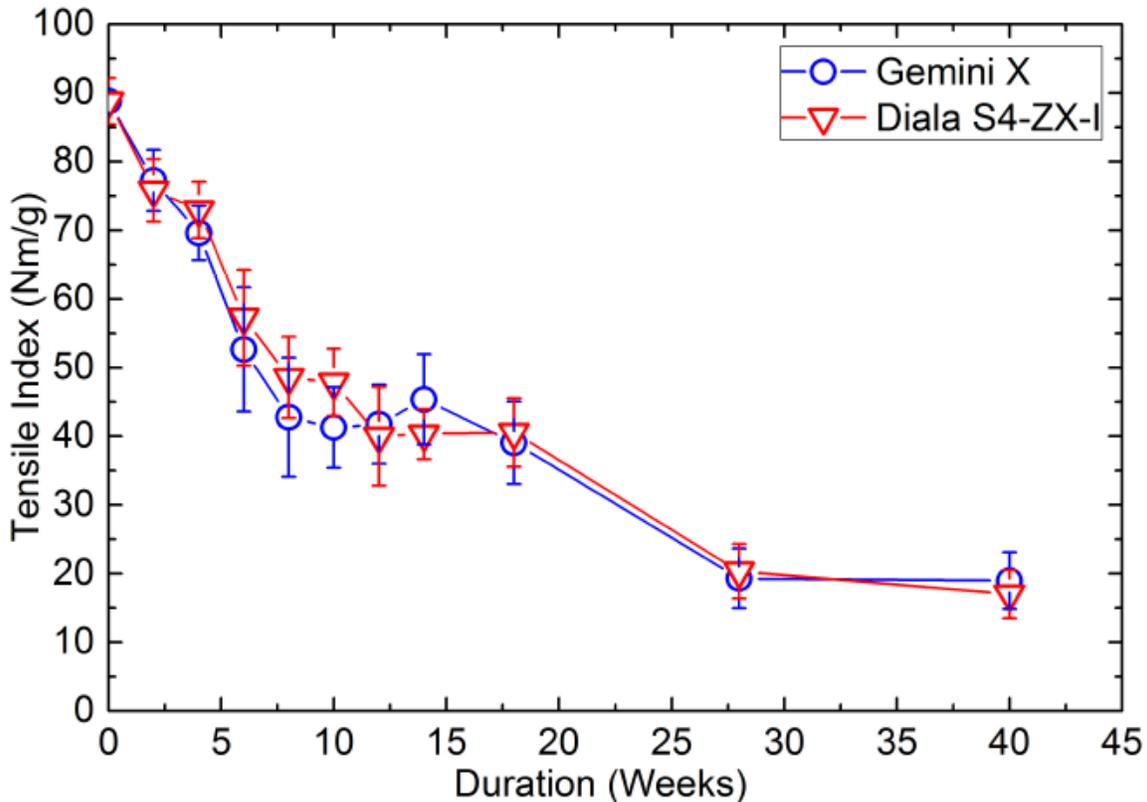
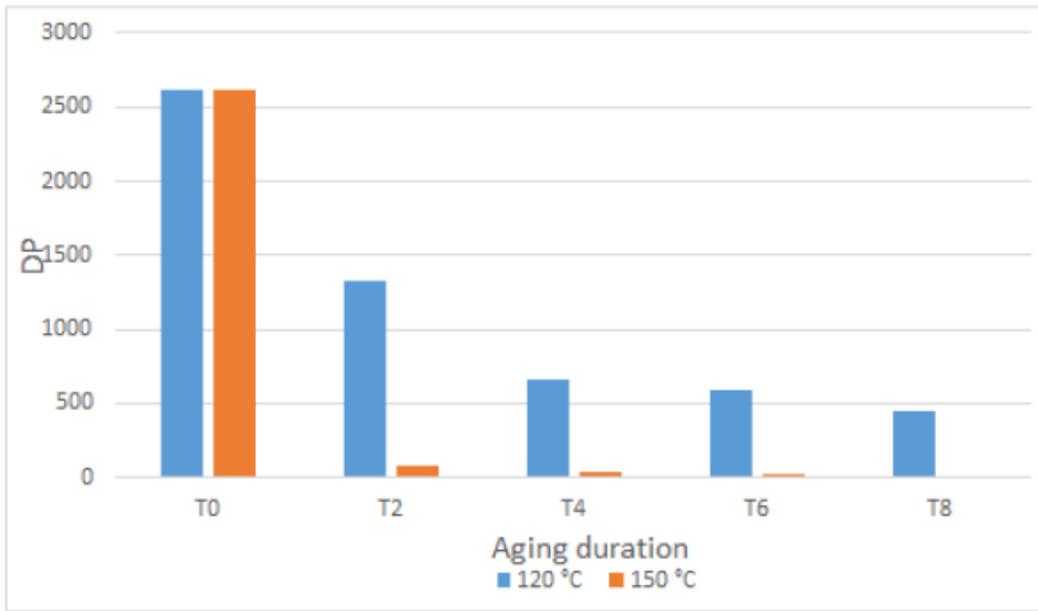
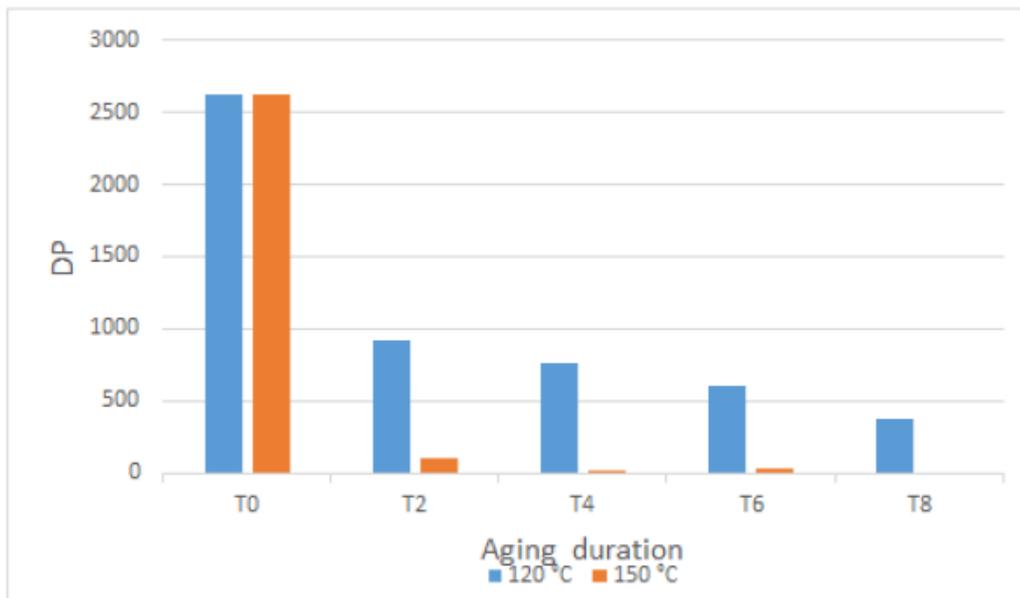


Figure 45 - Evolution de la tenue mécanique du papier avec le temps de vieillissement [81]

Les essais réalisés indiquent un taux de dégradation similaire du papier en présence d'huile GTL (Diala S4 ZX-I) et d'huile minérale inhibée (Gemini X). Les travaux menés par A. Ritonga et al. [82] ont conduit à des conclusions similaires avec des essais réalisés en conditions scellées à 120°C et 150°C pour une durée d'essai de 1334h. L'évolution du DP en fonction de la durée de vieillissement est donnée Figure 46 et il apparaît clairement que les résultats obtenus pour l'huile minérale et l'huile GTL sont globalement semblables.



(a)



(b)

Figure 46 - Evolution du DP avec la durée de vieillissement pour l'huile minérale (a) et l'huile GTL (b) [82]

Ainsi, la classe thermique du système d'isolation mixte huile GTL et papier kraft peut être considérée comme similaire à celle du système d'isolation mixte constitué d'huile minérale et de papier kraft.

➤ **Huile GTL biodégradable et hydrocarbure biodégradable et biosourcé**

L'huile GTL biodégradable ainsi que l'hydrocarbure biodégradable et biosourcé sont des liquides ayant été mis récemment sur le marché. L'étude bibliographique réalisée n'a pas permis de trouver des données ou des études relatives au vieillissement thermique de ces liquides en présence de papier kraft.

b. Imprégnation de l'isolation cellulosique

Les équations (4) et (6) de la section 2.4.c consacrée à l'imprégnation de l'isolation cellulosique par l'huile isolante montrent la dépendance du temps d'imprégnation avec la viscosité du liquide. La comparaison des propriétés typiques des différents liquides alternatifs a montré que les esters ont une viscosité plus importante que l'huile minérale alors que l'huile GTL biodégradable ainsi que l'hydrocarbure biosourcé et biodégradable ont une viscosité plus faible.

Les travaux menés par J. Dai et al. [31] sur la comparaison de l'imprégnation de la cellulose par les esters et l'huile minérale. Les résultats obtenus pour la détermination du coefficient λ de l'équation (6) sont présentés Tableau 24.

Tableau 24 - Détermination du coefficient lambda pour différents liquides isolants [31]

Type of oil		Mineral oil	Synthetic ester	Natural ester
Slope λ (m/\sqrt{s})	20°C	1.13×10^{-4}	0.64×10^{-4}	0.63×10^{-4}
	40°C	1.41×10^{-4}	0.96×10^{-4}	0.86×10^{-4}
	60°C	1.81×10^{-4}	1.40×10^{-4}	1.10×10^{-4}

A température constante, une diminution du coefficient λ est observée avec l'augmentation de la viscosité du liquide, signifiant une longueur d'imprégnation diminuée pour un temps fixé, ou bien un temps d'imprégnation plus long pour une longueur d'imprégnation fixée. Cependant, il est intéressant de voir que le facteur température permet de réduire la viscosité et donc obtenir des performances d'imprégnation améliorée. Ainsi, l'ester synthétique à 40°C et l'ester naturel à 60°C présentent des performances similaires à l'huile minérale à 20°C.

Aucune donnée ou étude n'est a priori disponible pour l'huile GTL biodégradable ni l'hydrocarbure biosourcé et biodégradable. Mais suivant la même logique, l'imprégnation devrait être facilitée avec ces liquides puisque leur viscosité est plus faible que l'huile minérale.

4.1.5. Récapitulatif

En résumé, les liquides pouvant être envisagés en alternative aux huiles minérales sont les autres hydrocarbures (biosourcés et GTL), et les esters synthétiques et naturels. La comparaison des propriétés importantes de ces liquides alternatifs avec celles des huiles minérales conventionnelles est donnée dans le Tableau 25.

Tableau 25 - Propriétés des liquides alternatifs en comparaison des huiles minérales

Propriétés	Autres hydrocarbures	Ester naturel	Ester synthétique
Tension de claquage	~	~	~
FDD	~	-	-
Solubilité de l'eau	~	+	++
Stabilité à l'oxydation	~	--	-
Classe thermique du système papier/huile	x	++	x
Viscosité	~ / +	-	-
Point écoulement	~	--	+
Sécurité au feu	~	+	+
Biodégradabilité	+	++	+
Coût	-	-	--

(- = moins bien ; ~ = équivalent ; + = mieux ; x = non mentionné)

Également, l'étude bibliographique menée sur ces liquides a mené à identifier les points suivants :

- La classe thermique de l'ester synthétique en combinaison avec le papier kraft n'est pas clairement établie. La littérature s'accorde à dire que l'ester synthétique améliore la tenue à la dégradation du papier kraft mais il n'est pas clairement identifié que ces améliorations de performance soient au même niveau que celles apportées par l'ester naturel.
- L'huile GTL biodégradable ainsi que l'hydrocarbure biosourcé et biodégradable sont des liquides relativement nouveaux sur le marché. Ainsi, la bibliographie réalisée n'a pas permis de trouver des articles portant sur l'étude de vieillissement thermique et d'imprégnation pour ces liquides.

4.2. Elastomères silicones

4.2.1. Structure, classification et utilisation des produits silicones

La structure de base des silicones est composée de polyorganosiloxanes où les atomes de Silicium (Si) forment des liaisons avec l'oxygène (O) appelées « siloxanes » (Si-O). L'enchaînement des liaisons siloxanes constitue le squelette structural des produits silicones. Sur l'atome de Silicium, du fait de sa valence, deux autres groupes organiques sont liés à lui. Il s'agit la plupart du temps de groupements méthyl (CH₃), on parle alors de PolyDiMéthylSiloxanes (PDMS). Ainsi, la structure générale du PDMS est représentée en Figure 47.

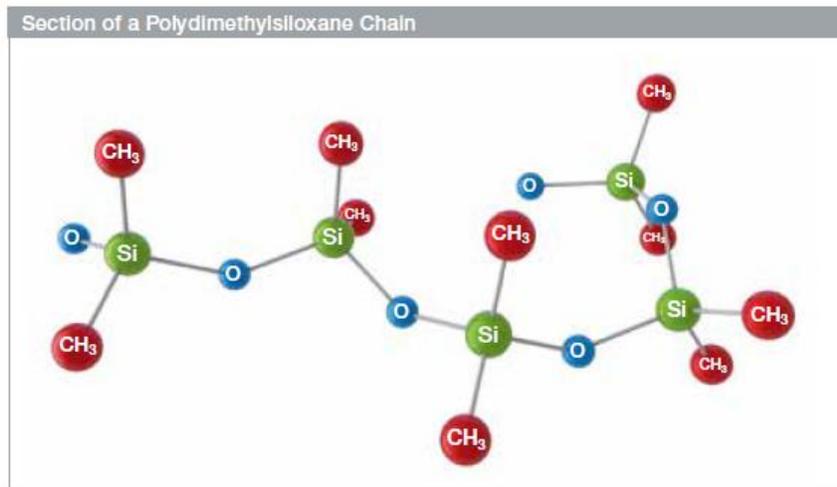


Figure 47 - Structure générale d'un PDMS

Les silicones peuvent se présenter sous différentes formes [83] :

- **Fluides** : polymères silicones linéaires ou faiblement ramifiés. Ce cas correspond aux huiles silicones déjà traitées dans la partie dédiée aux liquides isolants alternatifs.
- **Gels** : polymères silicones linéaires légèrement réticulés - Structure souple.
- **Elastomères** : polymères silicones linéaires réticulés - Structure élastique.
- **Résines** : polymères silicones fortement réticulés - Réseau tridimensionnel rigide.

Les différentes classes de silicone sont représentées dans la Figure 48 [84] ci-dessous :

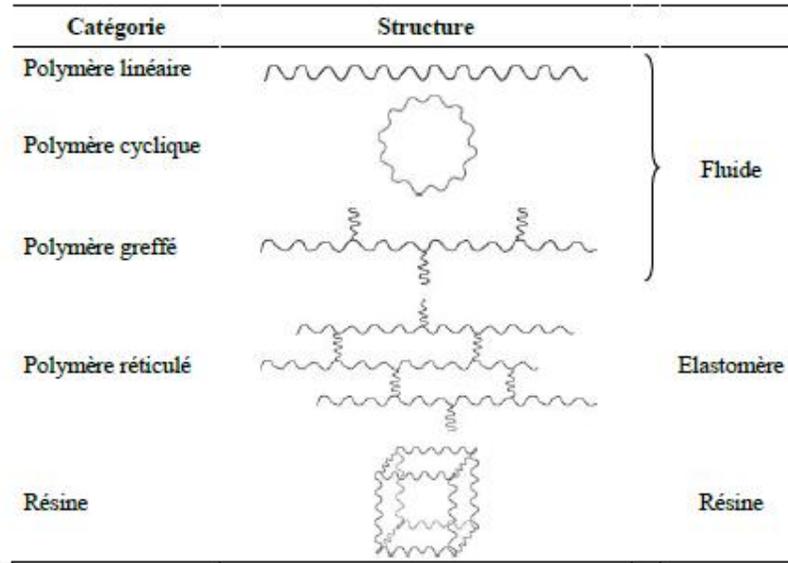


Figure 48 - Classification des silicones

Notons que la distinction gel/élastomère n'est pas toujours clairement identifiée. En effet, un gel peut être décrit comme un élastomère faiblement réticulé sans que la notion de « faiblement » ne soit quantifiée.

Au sein des différentes classes de silicones, plusieurs sous-catégories de matériaux existent ; elles sont résumées dans la Figure 49 [85].

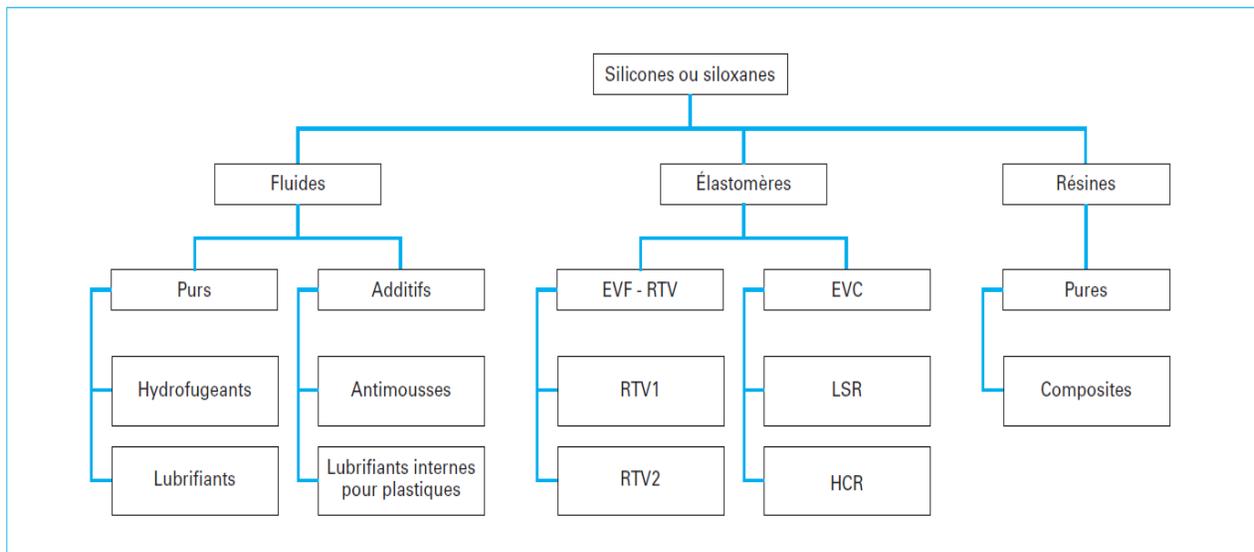


Figure 49 - Sous-catégories des produits silicones [85]

Les élastomères sont classés selon la méthode de réticulation (ou vulcanisation) :

- **Les Elastomères Vulcanisables à Froid (EVF) ou Room Temperature Vulcanizing (RTV) †** parmi lesquels les RTV1 monocomposant et les RTV2 bicomposants.
- **Les Elastomères Vulcanisables à Chaud (EVC) †** parmi lesquels les Liquid Silicone Rubber (LSR) et les Heat Cured Rubber (HCR).

Les produits silicones sont utilisés dans de nombreux secteurs de l'industrie : aéronautique, automobile, bâtiment, électrotechnique, génie chimique, génie mécanique ou encore dans le domaine médical. Les différentes utilisations de ces produits en fonction de leur forme sont synthétisées dans la Figure 50 [85-86].

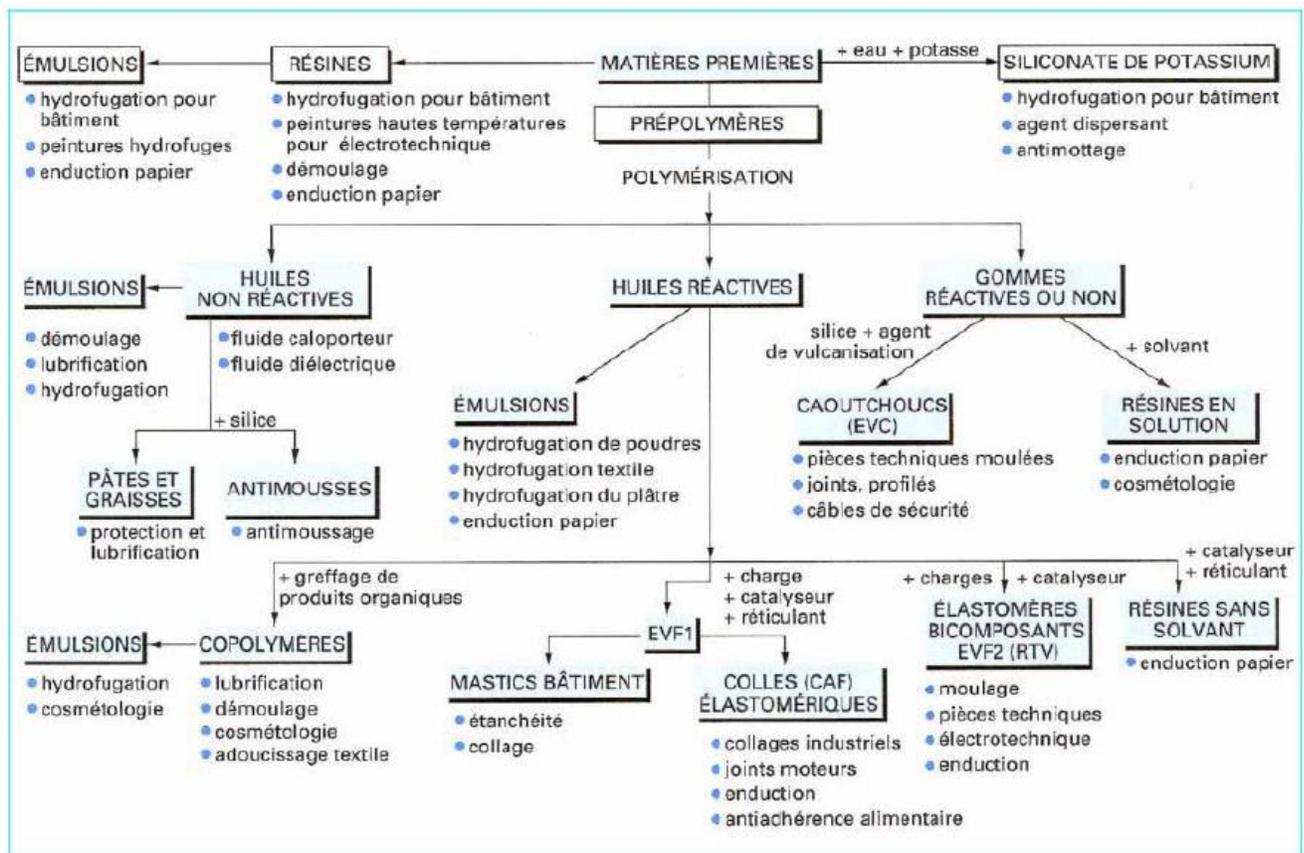


Figure 50 - Les différents polymères silicones et leurs applications [86]

Ainsi, les deux types de produits silicones utilisés dans l'industrie électrotechnique sont les huiles silicones (huiles « non réactives » sur la Figure 50) et les élastomères bi-composants RTV2. Les huiles silicones ont déjà été présentées dans la section dédiée aux liquides alternatifs. Les élastomères RTV2 sont présentés dans la suite de cette section.

4.2.2. Les élastomères silicones RTV-2

Ces élastomères sont formés de deux composants distincts appelés « Partie A » et « Partie B ». La réaction de polymérisation du mélange des deux parties permet d'obtenir l'élastomère.

Les parties A et B contiennent toutes deux du polymère silicone linéaire qui constitue la majeure partie de la structure chimique des silicones. Elles contiennent spécifiquement les composés suivants :

- **Partie A** : l'agent réticulant pour la polymérisation.
- **Partie B** : le catalyseur pour accélérer la réaction.

Un inhibiteur de réaction fait également partie de la composition (dans la partie A ou B) afin de contrôler la vitesse de polymérisation pour qu'elle ne soit pas trop rapide en fonction des applications.

Parmi les technologies de polymérisation existantes pour les RTV-2, on compte les systèmes suivants :

- **Polycondensation** : réticulation à l'aide d'un alcool et d'humidité en présence de catalyseur selon mécanisme Figure 51 [87].

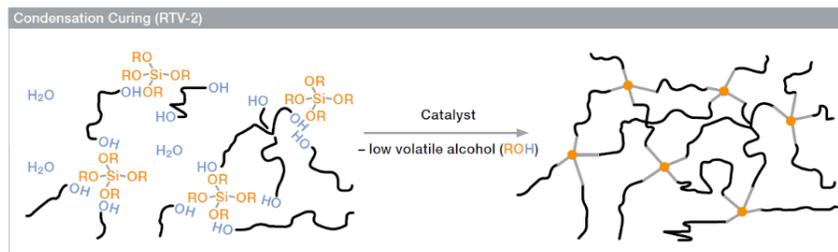


Figure 51 - Polymérisation de silicone RTV-2 par polycondensation [87]

- **Polyaddition** : réticulation à l'aide de vinyl-polysiloxane en présence d'un catalyseur platine (Pt) selon mécanisme indiqué en Figure 52 [87].

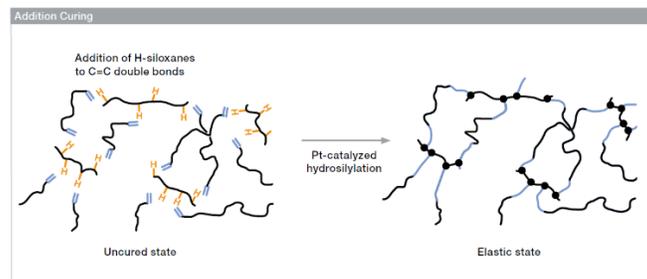


Figure 52 - Polymérisation de silicone RTV-2 par polyaddition [87]

La technologie par polyaddition est préférable pour l'application dans les transformateurs car elle permet d'éviter la formation de sous-produits de réaction une fois la polymérisation terminée, ce qui n'est pas le cas de la polycondensation qui relâche des alcools volatiles.

4.2.3. Propriétés physico-chimiques intéressantes

a. Propriétés générales des PDMS [83,87,88]

La chaîne principale d'un silicone est constituée de liaisons siloxanes stables ayant une énergie de liaison élevée. Comparé aux polymères organiques, qui ont un squelette de carbone (énergie de liaison C-C = 85 kcal/mol), le silicone a une résistance à la chaleur et une résistance aux intempéries supérieures (lumière UV; ozone). Cela est dû à la plus grande stabilité des liaisons siloxanes qui ont une énergie de liaison de 106 kcal/mol.

Par rapport aux liaisons carbone (longueur de liaison = 1,54Å et angle de liaison = 110°), les liaisons siloxanes ont une longue distance de liaison(1,64Å) et un angle de liaison élevé (134°). Avec une faible barrière d'énergie de rotation et des forces intermoléculaires faibles, les liaisons siloxanes se déplacent plus librement que les liaisons carbones. Ces caractéristiques font que les siloxanes possèdent les propriétés suivantes : souplesse, perméabilité au gaz, résistance au froid et peu de changement de viscosité en raison des changements de température.

L'ossature d'un polymère de silicone est une structure hélicoïdale torsadée (Figure 53). Les molécules sont presque entièrement couvertes par des groupes méthyliques hydrophobes et l'énergie de surface est faible, ce qui leur permet d'avoir une bonne résistance à l'eau et un retrait facile.

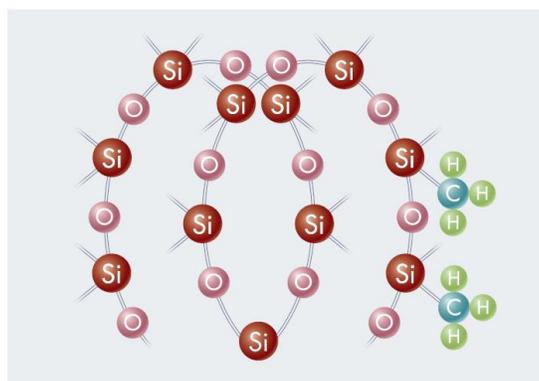


Figure 53 - Structure hélicoïdale torsadée des polymères de silicone [88]

De plus, les silicones sont des polymères à faible polarité ; ils absorbent donc peu d'humidité et sont de bons matériaux isolants électriques.

b. Propriétés des élastomères silicones RTV-2 [89]

Les élastomères silicones RTV-2 présentent une série de caractéristiques de hautes performances qui les rendent très stables dans une large gamme de températures, les élastomères restants flexibles entre -80 °C et +250 °C. Ces propriétés sont modulables avec l'ajout d'additifs dans la composition : certains produits sont capables de surmonter une brève exposition à des températures pouvant atteindre 300 °C ou encore peuvent composer avec des chutes à -100 °C.

Ces produits silicones ne se brisent qu'à des températures supérieures à 350 °C, produisant un dépôt de silice non inflammable et non combustible. Ainsi, ce type de matériaux garantit une sécurité vis-à-vis du risque incendie.

Généralement, leurs propriétés diélectriques associées à un bon niveau de conductivité thermique des formulations correspondantes, les rendent particulièrement bien adaptées pour l'isolation électrique sans accumulation de chaleur.

Ils ont également de bonnes propriétés mécaniques et leur faible tension de surface leur permet de reproduire correctement les détails de surface, ce qui en fait des matériaux de choix pour les applications de moulage.

Une compilation des propriétés principales attendues d'un élastomère silicone RTV-2, en comparaison de ces mêmes propriétés pour une huile minérale, est présentée dans le Tableau 26.

Tableau 26 - Comparaison des propriétés des élastomère silicone RTV-2 vs huile minérale

Propriétés	Elastomère silicone RTV-2 [83,87]	Huile minérale [4]
Masse volumique (g/L)	0,97	0,87
Coefficient d'expansion thermique (10 ⁻² /K)	0,091	0,075
Conductivité thermique (W/m.K)	0,2 à 0,4	0,1
Rigidité diélectrique (kV/mm)	15 à 20	30
FDD à 90°C/50Hz	0,0002 à 0,02	<0,002

De la comparaison de propriétés générales importantes entre les élastomères silicones RTV-2 et les huiles minérales isolantes, il en ressort que :

- La conductivité thermique est deux à quatre fois supérieure dans le cas du gel silicone.
- La tenue diélectrique est plus faible pour le gel silicone que pour l'huile minérale.
- La gamme de valeurs pour le FDD des silicones fait que sa valeur peut être inférieure, égale ou supérieure à celle des huiles minérales.

Les valeurs de propriétés des élastomères RTV-2 citées précédemment sont données à titre indicatif. En effet ces propriétés sont modulables en fonction de la formulation du polymère, que ce soit dans les proportions des composants ou par l'ajout d'additifs. A titre d'exemple, les élastomères RTV-2 formulés pour des applications électriques peuvent atteindre des rigidités diélectriques $>30\text{kV/mm}$ [90].

4.2.4. Récapitulatif

En résumé, parmi les différentes technologies de polymères silicones, les élastomères RTV-2 ont été identifiés comme un matériau alternatif intéressant pour l'isolation électrique, et plus particulièrement sous la forme de gel, correspondant à un élastomère de faible viscosité.

Les principales propriétés intéressantes de ces silicones résident dans leur flexibilité qui facilite la mise en forme, leur stabilité thermique, leur isolation électrique et leur hydrophobicité. Ainsi, en comparaison avec les huiles minérales, les bénéfices attendus sont les suivants :

- Suppression du risque d'incendie (matériau ininflammable)
- Meilleure stabilité au vieillissement
- Meilleures propriétés diélectriques

Toutefois, l'expansion thermique des gels silicones est légèrement plus élevée que celle des huiles minérales pour transformateurs.

Pour ce qui est de l'impact environnemental, de même que pour les huiles silicones, il semble défavorable en comparaison avec les huiles minérales. Cependant, le risque de pollution de l'environnement direct du transformateur est dû aux fuites de liquides du transformateur. En ce sens, l'utilisation de gels silicones permettrait de réduire ce risque de fuite.

5. Conclusion

L'ensemble de l'étude bibliographique menée permet d'établir trois axes de recherche directeurs en ce qui concerne l'isolation liquide/solide des transformateurs de mesure.

En effet, l'huile minérale isolante majoritairement utilisée actuellement est non-biodégradable et présente une faible résistance au feu. Ainsi, un premier axe est constitué de l'étude de liquides isolants alternatifs qui permettent soit d'améliorer la sécurité au feu, soit d'améliorer l'impact environnemental voire idéalement les deux.

De plus, même si les transformateurs de mesure sont des appareils relativement sûrs comme cela a été détaillé dans la section dédiée aux cas de défaillances, il n'en demeure pas moins que des cas impliquant des incendies et des explosions peuvent avoir lieu, causant notamment des dommages aux appareils environnants. Ainsi, un second axe concerne l'amélioration du monitoring des transformateurs de mesure afin d'aider à prévenir certains cas de défaillances.

Enfin, les gels silicones sont des matériaux isolants potentiellement intéressants à investiguer du point de vue de leurs bonnes propriétés diélectriques ainsi que de la quasi-suppression du risque incendie en comparaison de l'huile minérale. De plus, bien que non-biodégradable, le silicone à l'état gel évite aussi les risques liés aux fuites dans l'appareil en service. Ainsi, un troisième axe de recherche concerne une étude de caractérisation de propriétés des gels silicones en vue de leur utilisation dans les transformateurs de mesure comme isolant principal.

CHAPITRE 2 : LIQUIDES ISOLANTS ALTERNATIFS

1. Introduction

L'état de l'art sur l'isolation des transformateurs de mesure indique que l'isolant liquide très majoritairement utilisé est l'huile minérale. D'autres liquides isolants disponibles sur le marché semblent pouvoir répondre aux deux inconvénients majeurs de l'huile minérale : sa faible biodégradabilité qui peut engendrer une pollution des sols en cas de fuite du transformateur et sa faible résistance au feu qui peut engendrer des incendies dans les cas de défaillances majeures type explosions et incendies.

La durée de vie minimale espérée pour un transformateur de mesure qui fonctionnerait en conditions normales et sans défaut majeur est de 30 ans. Ainsi, une première question serait de savoir si les liquides alternatifs envisagés peuvent être utilisés sur une durée de 30 ans. Comme il n'est pas envisageable de réaliser des tests sur une telle durée, des tests de vieillissement accélérés à échelle laboratoires ont été développés. L'accélération du vieillissement peut se faire électriquement [91-92], thermiquement [93-94] ou par une combinaison des deux. La combinaison des deux serait la plus pertinente, dans l'idéal, mais pour des raisons de praticité, seul le vieillissement thermique a été retenu pour cette étude. Ce choix demeure néanmoins cohérent et pertinent pour simuler des contraintes représentant la durée de vie de l'isolation.

Également, une étape importante de la fabrication d'un transformateur de mesure est celle de l'imprégnation de l'isolation cellulosique par l'isolant liquide. Comme évoqué dans le chapitre précédent, un des paramètres de l'huile ayant une forte influence sur ce processus est la viscosité. Les liquides alternatifs envisagés pouvant avoir une viscosité différente de celle des huiles minérales, il convient d'étudier l'impact de cette différence de viscosité sur l'imprégnation.

Ainsi, pour l'étude de ces liquides alternatifs, deux axes d'étude sont approfondis :

- **Tenue au vieillissement thermique** : afin de mener une étude comparative sur la tenue long terme des différents liquides.
- **Imprégnation du papier** : afin d'étudier l'influence de la viscosité sur l'imprégnation et notamment confirmer que les liquides présentant une viscosité moindre que l'huile minérale peuvent faciliter l'imprégnation.

2. Choix des matériaux

Les principaux liquides alternatifs disponibles sur le marché et potentiellement utilisables dans les transformateurs de mesure sont les huiles esters (synthétique et naturel) et les autres hydrocarbures type GTL et biosourcés.

Les objectifs visés par le remplacement de l'huile minérale étant l'amélioration de l'impact environnemental et/ou de la sécurité au feu, il convient que les liquides alternatifs sélectionnés soient au moins meilleurs que l'huile minérale sur l'un de ces deux aspects et surtout ne soient pas pires. Ainsi, comme décrit dans le Tableau 25 :

- Les huiles esters sont retenues car elles sont meilleures que les huiles minérales sur les deux aspects.
- Les huiles GTL ne sont pas retenues car similaires aux huiles minérales sur les aspects de sécurité au feu et de biodégradabilité.
- L'huile GTL biodégradable est retenue pour sa biodégradabilité et des performances correspondant au cahier des charges pour les transformateurs de mesure.
- L'hydrocarbure biosourcé et biodégradable est retenu car il présente un impact environnemental moindre que les huiles minérales avec des caractéristiques correspondant au cahier des charges pour les transformateurs de mesure.

Une référence par type de liquide parmi ceux disponibles sur le marché a été sélectionnée pour les essais. Également, les huiles minérales utilisées dans les transformateurs de mesure étant inhibées, il a été jugé pertinent d'étudier l'influence de l'utilisation d'une huile minérale non inhibée. Les caractéristiques principales de ces liquides sont données dans le Tableau 27 :

Tableau 27 – Liste et abréviations des liquides isolants étudiés

Type	Abréviation	Référence	Caracéristiques
Huile minérale inhibée	HM1	Nynas - Nytro 4000X	Tableau 20
Huile minérale non inhibée	HM2	Nynas - Nytro Taurus	
Huile biosourcée	HB1	Nynas – Nytro Bio 300X	Tableau 21
Huile GTL biodégradable	HB2	Shell – Diala S5BD	
Ester synthétique	ES	Midel 7131	Tableau 22
Ester naturel	EN	Cargill – Envirotemp FR3	

La Nytro 4000X a été sélectionnée car c'est une huile actuellement utilisée pour l'isolation des transformateurs de mesure. La Nytro Taurus est une huile représentative des huiles minérales non inhibée provenant du même fournisseur que la 4000X. Pour ce qui est de la Nytro Bio 300X et la Diala S5BD, elles ont été sélectionnées car ce sont les seules références disponibles sur le marché dans leurs catégories respectives. Enfin, la Midel 7131 et l'Envirotemp FR3 ont été sélectionnés pour cette étude car ce sont les deux esters, synthétique et naturel respectivement, les plus utilisés actuellement.

L'ensemble des six liquides sont étudiés du point de vue du vieillissement thermique. En ce qui concerne l'imprégnation, l'étude s'est limitée aux liquides HB1 (le moins visqueux) et EN (le plus visqueux) en plus de l'huile minérale de référence HM1.

3. Etude du vieillissement thermique

3.1. Méthodologie

3.1.1. Vieillissement accéléré : principe de la loi d'Arrhenius

L'accélération du vieillissement par la température peut être déduite de la loi d'Arrhenius [34] donnant la durée de vie L de l'isolation :

$$L = \exp\left(\frac{B}{T} - A\right) \quad (7)$$

Où :

- L - Durée de vie en heures
- A - Constante sans dimension
- B - Constante en K
- T - Température en K

De façon plus pratique, cette formule est linéarisée en passant par le logarithme :

$$\ln(L) = \frac{B}{T} - A \quad (8)$$

La durée de vie à une température donnée est définie comme étant le temps nécessaire pour atteindre le critère de fin de vie de l'isolation, c'est-à-dire, un niveau de dégradation d'une propriété cible qui ne permet plus d'assurer la fonction de base du matériau considéré. Un exemple de détermination des durées de vie en fonction de la température d'essai est donné en Figure 54.

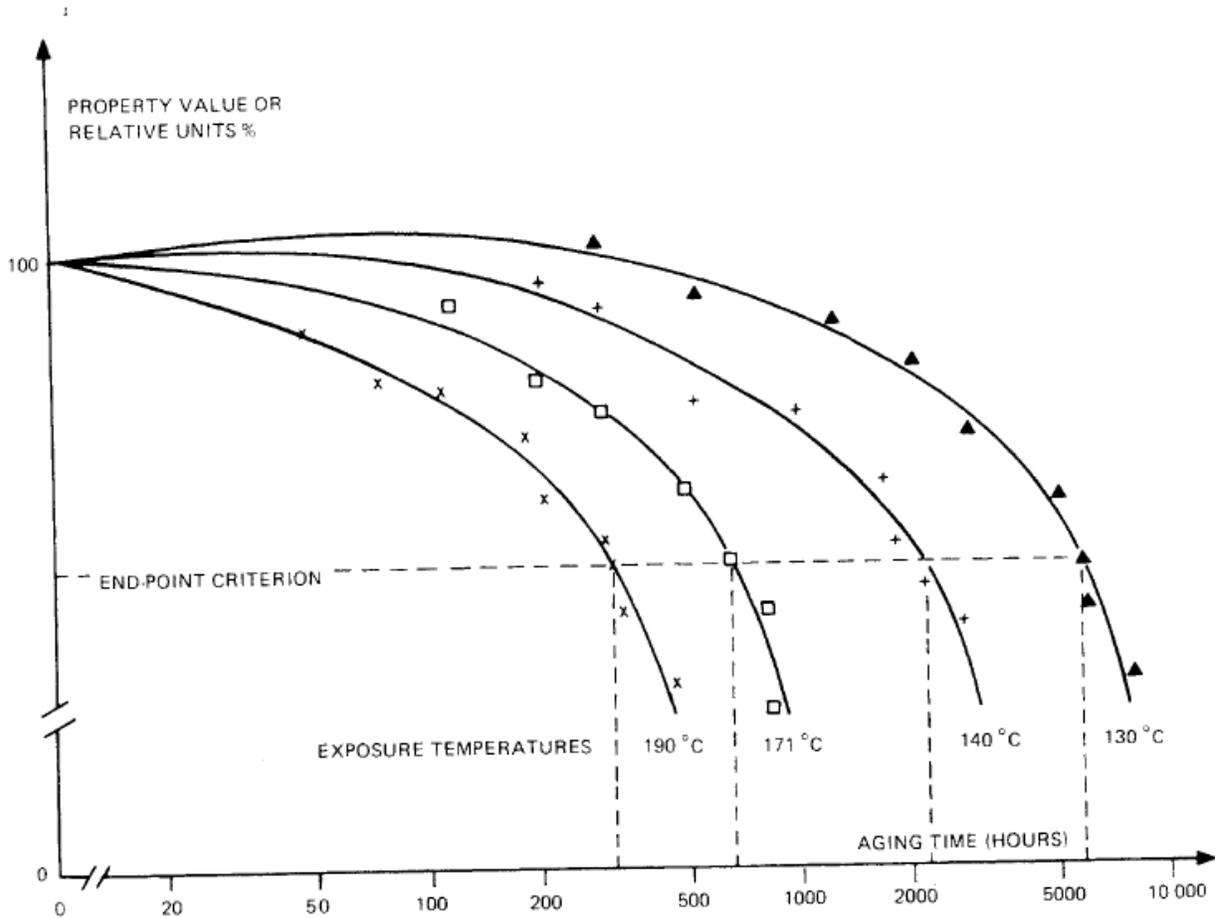


Figure 54 - Exemple de détermination de la durée de vie en fonction du temps et de la température d'essai [95]

Les constantes A et B sont propres à chaque système d'isolation. La détermination de ces grandeurs expérimentalement à des températures plus élevées que les températures de fonctionnement permet ensuite de faire une extrapolation et une estimation de la durée de vie à la température de fonctionnement.

La finalité de l'établissement de la loi d'Arrhenius pour un système donné est d'établir une courbe de vieillissement (Figure 55) qui permet ensuite d'extrapoler les durées de vie aux autres températures [96].

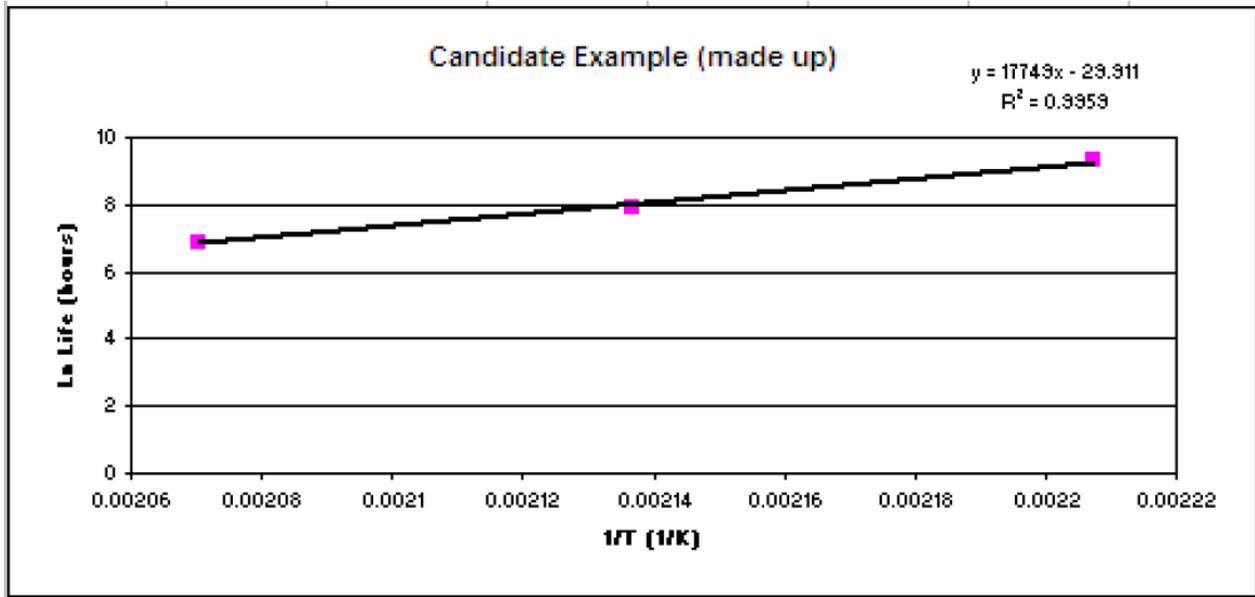


Figure 55 - Exemple d'une courbe de vieillissement [96]

Cependant l'utilisation de ces courbes de vieillissement doit se faire avec prudence en prenant en compte les éléments suivants :

- Une extrapolation à des températures très différentes de celles testées peut amener à une conclusion erronée car les mécanismes de dégradation peuvent différer en fonction des gammes de températures.
- Elles sont définies sur une dégradation thermique uniquement alors que les conditions réelles d'utilisation impliquent également des dégradations électriques et mécaniques, de même que des facteurs externes du type défaut d'utilisation.

Ainsi, les résultats obtenus à l'aide de ces courbes de vieillissement ont surtout une valeur comparative entre différents systèmes à tester et une extrapolation de la durée de vie aux températures d'utilisation est avant tout indicative.

3.1.2. Définition des essais

a. Conditions expérimentales

Les conditions d’essai sont établies à partir de la détermination des paramètres suivants :

- Températures
- Durées d’essai
- Matériaux
- Critère de fin de vie

➤ Températures et durées d’essai

Des indications sont données dans la norme CEI TS 62332-2 [97] relative à l’évaluation thermique des composants liquides et solides pour l’isolation électrique. Dans le cas d’un Système d’Isolation Electrique (SIE) de référence dont la classe thermique est de 105°C, ce qui est le cas des huiles minérales en combinaison avec le papier kraft [34], des préconisations de temps et de températures d’essai sont indiquées. De même, les adaptations des températures d’essai en fonction de la classe thermique des systèmes alternatifs (SIE candidats) sont également mentionnées. L’ensemble de ces préconisations sont compilées dans le Tableau 28.

Tableau 28 - Conditions de température et de durée de vieillissement pour l’évaluation thermique des systèmes d’isolation [97]

Système d’isolation	Différence de classe thermique par rapport au système de référence (°C)	Température de vieillissement (°C)		
		Durée 1: 3536h	Durée 2: 625h	Durée 3: 110h
SIE de référence	-	130	145	160
SIE candidats	10	140	155	170
	20	150	165	180

Le choix des températures d’essai se fait à partir de la classe thermique des matériaux à étudier. Dans le cas d’une isolation huile minérale et papier kraft, la classe thermique est de 105°C (Tableau 23). Selon le Tableau 28, pour un SIE de référence avec une classe thermique de 105°C, les trois températures d’essai seront donc 130°C, 145°C et 160°C.

La classe thermique des esters naturels en comparaison à celle des huiles minérales utilisées en combinaison avec du papier kraft est donnée dans l’annexe C de la CEI 60076 dont est tiré le Tableau 23 [34].

Chapitre 2 : liquides isolants alternatifs

A partir des valeurs données dans le Tableau 23 (Chapitre 1, §4.1.4), la classe thermique considérée pour les esters naturels en combinaison avec du papier kraft est de 120°C, soit 15°C de plus que le système candidat au remplacement de l'huile minérale. Ainsi, les températures d'essai pour le système ester naturel/papier kraft sont 145°C, 160°C et 175°C.

Faute de données supplémentaires sur les classes thermiques des autres systèmes alternatifs, les températures d'essai appliquées à ces systèmes seront les mêmes que celles attribuées au système de référence. L'application de ces conditions est à évaluer lors de tests préliminaires afin de confirmer les températures d'essai en fonction des durées.

Le choix des durées d'essai est directement lié à celui des températures. En effet, plus la température est élevée, plus la durée de vie est courte et inversement. Les durées des essais correspondantes selon le Tableau 28 sont les suivantes 3536h, 625h et 110h. Pour des raisons pratiques en termes de gestion du temps, ces durées ont été adaptées respectivement à 3000h, 600h et 96h soit 125, 25 et 4 jours en admettant que l'état de vieillissement final permettra d'atteindre le critère de fin de vie qui sera établi.

Ainsi, en regroupant les informations, les conditions d'essai suivantes (Tableau 29) ont été définies pour les différents systèmes d'isolation :

Tableau 29 - Conditions d'essai des différents systèmes d'isolation pour l'étude de vieillissement thermique

Isolation liquide	Isolation solide	Températures de vieillissement (°C)		
		Durée 1: 3000h	Durée 2: 600h	Durée 3: 96h
HM1	Papier kraft	130	145	160
HM2				
HB1				
HB2				
ES				
EN		145	160	175

Des prélèvements à intervalles réguliers sont à effectuer afin de suivre l'évolution de la dégradation. Les périodes de prélèvement sont indiquées dans le Tableau 30.

Tableau 30 - Périodes de prélèvement en fonction de la durée de vieillissement

Durée de vieillissement (h)	Périodes de prélèvement (h)				
	1	2	3	4	5
3000	0	750	1500	2250	3000
600	0	150	300	450	600
96	0	24	48	72	96

Pour chaque période de prélèvement indiqué, deux échantillons seront préparés séparément afin d'assurer la répétabilité des essais. Ainsi, pour chaque propriété qui sera mesurée à chaque période, la valeur obtenue correspondra à la moyenne des valeurs des deux échantillons séparés.

➤ **Choix des matériaux**

Le choix des matériaux se fait en fonction des matériaux présents dans le système à étudier. Dans le cas des transformateurs de mesure conventionnels, les matériaux suivants ont été retenus comme pertinents :

- **Huile** : constitutive de l'isolation.
- **Papier Kraft** : constitutif de l'isolation.
- **Cuivre émaillé** : utilisé pour les enroulements du circuit secondaire.

D'autres matériaux sont bien évidemment présents dans le transformateur comme l'aluminium ou l'acier, par exemple. Cependant, il a été décidé de se focaliser sur les matériaux de la partie active du transformateur où la température est la plus élevée.

➤ **Critère de fin de vie**

Le critère de fin de vie communément utilisé pour l'isolation papier/huile des transformateurs est la tenue mécanique du papier. Les valeurs de 50% et 25% de la tenue mécanique initiale du papier sont évoquées dans la norme IEEE C57.91 [40] pour estimer la fin de vie. Le critère à retenir pour ces essais sera évalué lors des essais préliminaires. Quel que soit le critère sélectionné, le but de l'étude est de comparer les systèmes candidats au système de référence. Ainsi, le plus important est surtout de fixer un même critère pour l'ensemble des systèmes afin de mener une étude comparative.

b. Monitoring de la dégradation des matériaux

La dégradation du papier est suivie selon les propriétés suivantes :

- Tenue à la traction
- Analyse des gaz dissous CO et CO₂

La teneur en eau des papiers n'est pas mesurée pour suivre la dégradation du papier lors de ces tests de vieillissement. Ces mesures auraient pu être intéressantes du point de vue des échanges d'humidité avec l'huile isolante. Cependant, cela n'apporterait pas d'informations supplémentaires sur l'état de dégradation du papier, dont le suivi est l'objectif principal de cette étude. Ainsi, il a été décidé de ne pas effectuer ces mesures.

La dégradation de l'huile est suivie selon les tests de routine effectués sur les transformateurs de mesure en service comme décrits dans le CHAPITRE 1 : ETAT DE L'ART, à savoir :

- Tension de claquage
- Teneur en eau
- Facteur de dissipation diélectrique
- Analyse des gaz dissous CH_4 , C_2H_4 et C_2H_6

En plus de ces analyses, l'acidité de l'huile est également mesurée. C'est une donnée qui sera particulièrement intéressante pour l'étude du phénomène d'hydrolyse des huiles esters à l'origine du séchage de l'isolation papier. La mesure de l'acidité sur les autres huiles pourra permettre toutefois de confirmer que les phénomènes d'oxydation sont limités dans les conditions de l'étude.

En parallèle à ces essais, les teneurs en méthanol et 2-FAL sont également mesurées ainsi que les spectres infrarouges des huiles et des papiers. Mais ces essais sont destinés à l'étude du monitoring en CHAPITRE 3 : METHODES COMPLEMENTAIRES DE DIAGNOSTIC et ne seront donc pas détaillés dans ce chapitre.

3.1.3. Mise en place des essais

L'étape de mise en place des essais s'articule autour de deux points majeurs : la réalisation des maquettes de vieillissement et l'établissement expérimental par des essais préliminaires du critère de fin de vie basé sur la tenue en traction du papier.

a. Maquettes de vieillissement

Les essais de vieillissement sont établis pour être représentatifs des transformateurs de courant. En effet, c'est le type de transformateur de mesure majoritairement impliqué dans les cas des défaillances majeures comme indiqué dans le CHAPITRE 1 : ETAT DE L'ART.

La distribution des matériaux pour chaque système d'isolation est la suivante : 800ml d'huile, 10 bandes (~5g) de papier et ~160g de cuivre. Le rapport de masse 80% huile - 20% cuivre est représentatif des transformateurs de courant. La masse de papier n'est pas représentative mais elle a été choisie pour des raisons pratiques, le papier étant utilisé comme matériau de référence pour établir le critère de fin de vie de l'isolation huile-papier. Cependant, le rapport de masse huile-papier n'affecte pas significativement la cinétique de dégradation du papier (Figure 56) [98,99].

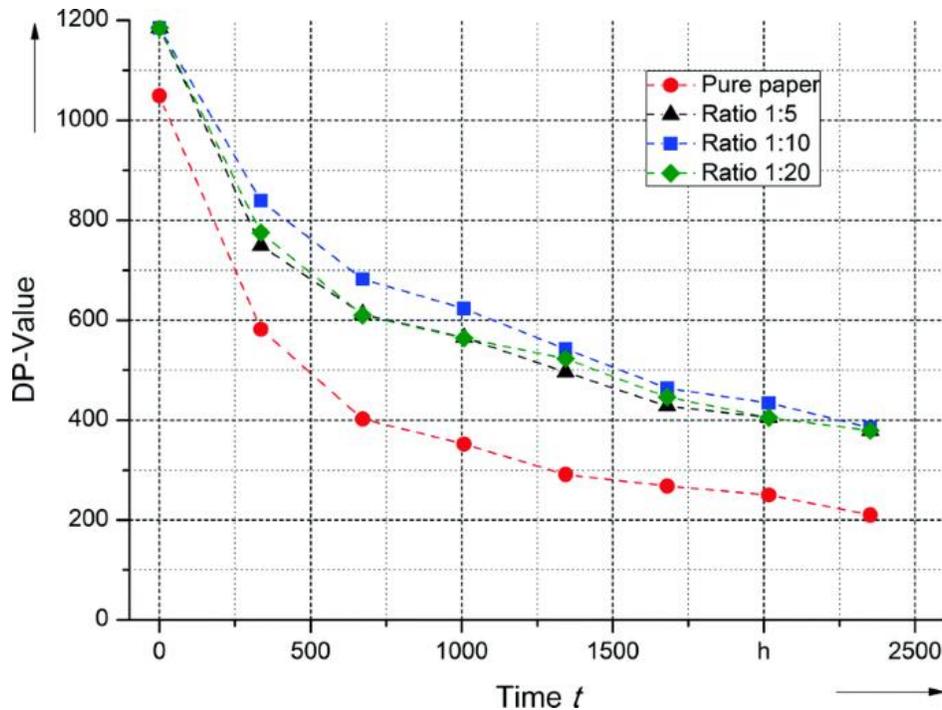


Figure 56 - Impact du rapport de masse papier-huile sur la dégradation du papier [99]

De plus, l'huile est principalement détériorée par l'oxydation et l'humidité [100]. Ainsi, l'influence du rapport huile-papier sur la dégradation de l'huile serait limitée à l'augmentation de l'humidité dans l'huile due à la dégradation du papier sachant que l'humidité est principalement confinée dans le papier. Ainsi, il est supposé que le rapport papier-huile non représentatif choisi pour l'étude n'aura pas d'impact sur le comportement au vieillissement de l'isolation huile-papier. L'impact principal sera sur la quantité de marqueurs de vieillissement provenant du papier [101].

En ce qui concerne le traitement, le papier (Figure 57 (a)) est séché à 105 °C pendant 24 heures et l'huile (Figure 57 (b)) est séchée à température ambiante pendant 24 sous vide <1mbar. L'efficacité de ce traitement a été vérifiée lors d'essais préliminaires dont les résultats sont présentés Tableau 31.

Chapitre 2 : liquides isolants alternatifs

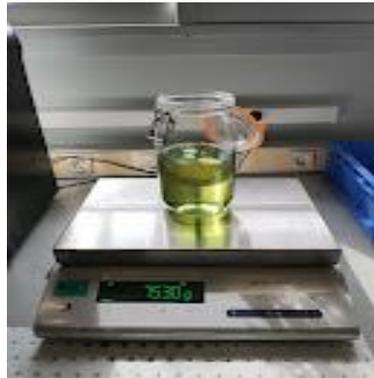
Tableau 31 - Vérification de l'efficacité de la procédure de séchage de l'isolation

Matériau	Huile minérale	Huile GTL biodégradable	Huile biosourcée et biodégradable	Ester synthétique	Ester naturel	Papier kraft
Teneur en eau initiale	17 ppm	20 ppm	20 ppm	218 ppm	480 ppm	7,0%
Teneur en eau après traitement	6 ppm	8 ppm	7 ppm	71 ppm	52 ppm	0,7%
Valeur cible	<10 ppm			<200 ppm	<100 ppm	<1%

Le papier est ensuite imprégné d'huile à température ambiante pendant 24h sous vide <1mbar. L'ensemble de ces matériaux sont conditionnés dans des bocaux en verre de 1,5L. Ensuite, le cuivre (Figure 57 (c)), préalablement enroulé sur lui-même, est ajouté, et le bocal en verre scellé sous vide (Figure 58). L'atmosphère sous vide sur le dessus tend à simuler les conditions scellées d'un transformateur de courant en évitant le contact avec l'air. Il n'y a donc pas d'apport en oxygène ou en humidité du milieu environnant, limitant ainsi les mécanismes d'oxydation et d'hydrolyse.



(a)



(b)



(c)

Figure 57 - Mise en forme du papier (a), de l'huile (b) et du cuivre (c)



Figure 58 - Bocal en verre scellé sous vide contenant le papier, l'huile et le cuivre

Après essai, pour chaque bocal (Figure 58) :

- Les 10 bandelettes de papier sont prélevées pour être testées en traction ;
- Les 800mL d'huile sont prélevés dans (1) des flacons de 600mL pour la mesure de la tension de claquage, du facteur de dissipation diélectrique et de la teneur en eau, (2) des flacons de 30mL pour la mesure de l'acidité et 2-FAL, (3) deux seringues en verre de 30mL pour l'analyse des gaz dissous et du méthanol et (4) des flacons en verre de 50mL pour l'analyse en infrarouge.

b. Vérification des conditions d'essai et détermination du critère de fin de vie

La durée des essais de vieillissement doit permettre d'atteindre le critère de fin de vie à la température considérée et dans les conditions d'essai établies. Pour ce faire, des essais préliminaires aux températures et aux durées sélectionnées doivent être menés sur les différents systèmes d'isolation.

En raison des contraintes de temps (respect des échéances du projet de recherche), ces essais n'ont été réalisés que sur deux répétitions et qu'à la durée minimale de 110h pour chaque système à étudier en assumant que les résultats de ces essais sont représentatifs des autres durées également. Les résultats obtenus sont présentés Tableau 32.

Tableau 32 - Détermination de l'état de dégradation finale du papier attendue après essai pour les différents systèmes à étudier

Durée (h)	110					
Température (°C)	160					175
Système	HM1	HM2	HB1	HB2	ES	EN
Essai 1 (%)	39	35	47	51	30	44
Essai 2 (%)	33	39	41	47	28	38
Resultat moyen (%)	36	37	44	49	29	41

Pour rappel, les deux critères de fin de vie évoqués dans la norme IEEE C57.91 [40] pour mener ce type d'étude sont de 25% et 50% de la tenue mécanique initiale du papier. Les résultats obtenus lors des essais préliminaires (Tableau 32) montrent que l'application des durées d'essais établis permettent d'atteindre le critère de fin de vie de 50% mais pas celui de 25%. Ainsi, le critère de fin de vie est établi à 50% de la tenue mécanique initiale du papier pour ces essais.

De plus, l'utilisation d'une température de 15°C supérieure aux autres essais pour les systèmes à l'ester naturel afin de conserver des durées d'essai similaires aux autres systèmes étudiés est validée par ces essais également.

3.2. Description des essais de caractérisation

3.2.1. Résistance à la traction

La résistance à la traction se mesure à l'aide d'une machine de traction (Figure 59). Les conditions de tests sont données par la norme ISO 1924-2 [102] :

- **Vitesse de déplacement** : 20 mm/min
- **Distance entre les mors** : 180 mm
- **Largeur de l'éprouvette** : 15 mm



Figure 59 - Machine de traction avec une bandelette de papier après essai

La grandeur mesurée par l'appareil est la force appliquée en fonction du déplacement. La résistance à la traction en MPa est ensuite calculée de la façon suivante :

$$R_T = \frac{F_T}{l * e} \quad (9)$$

Où :

- R_T – Résistance à la traction en MPa
- F_T – Force maximum appliquée avant la rupture en N
- l – Largeur de l'éprouvette de papier en mm
- e – Épaisseur de l'éprouvette de papier en mm

Ces tests sont réalisés sur le papier imprégné à température ambiante ($20 \pm 5^\circ\text{C}$). La Figure 59 représente un essai réalisé sur bandelette de papier imprégné avant vieillissement. A noter que les bandelettes de papier sont prédécoupées et que les conditions d'essai permettent de mesurer la résistance à la traction dans le sens de la machine.

Lors de l'étude, les essais réalisés sur bandelettes après vieillissement ont mené à des essais où la rupture se produisait au niveau des mors comme illustré Figure 60.



Figure 60 - Essai de traction sur bandelette vieillie où la zone de rupture se situe au niveau des mors

La norme ISO 1924-2 préconise de ne pas considérer les résultats obtenus lorsque la rupture se produit à 10 mm des mors. Cependant, dans le cas des essais après vieillissement, la rupture au niveau des mors telle qu'illustrée Figure 60 s'est produite dans un nombre de cas non négligeable. Ainsi, afin de ne pas retirer trop de données, seuls les résultats suivants ont été écartés : la rupture s'est produite au niveau des mors et la valeur de tenue en traction diffère de plus de 6% des résultats moyens obtenus avec une rupture au-delà de 10 mm des mors. La valeur des 6% d'écart a été établie sur la déviation standard moyenne observée sur cet essai sur les papiers avant vieillissement.

3.2.2. Tension de claquage et rigidité diélectrique

La tension de claquage est mesurée selon la norme CEI 60156 [103] à l'aide d'un éclateur à électrodes hémisphériques de rayon 25 mm et de diamètre 36 mm. L'intervalle inter-électrodes est fixé à 2,5 mm, le temps de montée de la tension est de 2 kV/s et la fréquence de 60 Hz.

Les essais sont réalisés à température ambiante ($20\pm 5^\circ\text{C}$) et la configuration à deux électrodes hémisphériques permet de réaliser des tests en champ homogène avec une grande surface de contact avec le liquide en essai.

La Figure 61 donne une vue générale du banc de mesure de la tension de claquage et la Figure 62 le schéma de la cellule d'essais avec des électrodes hémisphériques.



Figure 61 - Banc de claquage pour la mesure de la tension de claquage

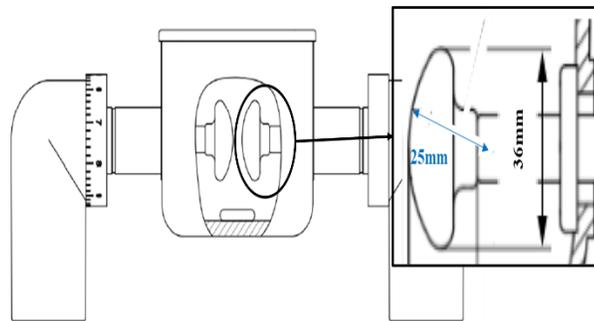


Figure 62 - Cellule de claquage avec électrodes hémisphériques

La tension de claquage est la moyenne de six mesures sur le même échantillon. Selon la viscosité du liquide, les temps d'agitation avant le premier essai ainsi que celui entre deux mesures varient (Tableau 33) ; ces temps d'attente sont choisis de manière à pouvoir évacuer les gaz générés lors des claquages [103].

Tableau 33 - Temps d'agitation pour les essais de claquage [103]

Viscosité à 40°C (mm ² /s)	Temps d'agitation avant le 1 ^{er} essai (min)	Temps d'agitation entre deux mesures (min)
<15	5	2
>15	15 à 30	6 à 12

La rigidité diélectrique R est calculée à partir de la tension de claquage U_c (en kV) et de l'intervalle inter-électrode d :

$$R = \frac{U_c}{d} \quad (10)$$

3.2.3. Teneur en eau

La teneur en eau des liquides isolants est mesurée à température ambiante ($20\pm 5^{\circ}\text{C}$) à l'aide d'un coulomètre (Figure 63).



Figure 63 - Coulomètre pour la mesure de teneur en eau dans les liquides

Le principe de la mesure repose sur un titrage coulométrique de Karl Fischer selon la norme CEI 60814 [104]. Il s'agit de la réaction de l'eau (H_2O) avec l'iode (I_2) en présence de dioxyde de soufre (SO_2), d'une base organique (RN) et d'un alcool ($\text{R}'\text{OH}$) dans un solvant organique.

La réaction résultante peut s'écrire de la façon suivante :



Dans le titrage coulométrique de Karl Fischer, l'échantillon est mélangé à une solution base alcool d'ions iodures et de dioxyde de soufre. L'iode est produit par électrolyse et réagit avec l'eau comme cela est montré dans la réaction (11). Selon la loi de Faraday, la quantité d'iode formée est proportionnelle à la quantité d'électricité consommée dans la réaction :



Et comme le montre la réaction (11), une mole d'iode réagit stoechiométriquement avec une mole d'eau, de sorte que 1 mg d'eau correspond à 10,72 C (quantité d'électricité en Coulombs). En se fondant sur ce principe, il est possible de calculer la quantité d'eau de l'échantillon.

La teneur en eau de l'échantillon en ppm est ensuite calculée de la façon suivante :

$$t_{eau} = \frac{q_{eau}}{m_{\text{échantillon}}} \quad (13)$$

Où :

- t_{eau} – Teneur en eau exprimée en ppm
- q_{eau} – Quantité d'eau dosée en μg
- $m_{\text{échantillon}}$ – Masse de l'échantillon testé en g

3.2.4. Facteur de dissipation diélectrique ($\tan \delta$)

Le facteur de dissipation diélectrique est mesuré à l'aide d'un pont de Schering et d'un contrôleur de température associé à une cellule d'essai pour les liquides (Figure 64).



Figure 64 - Appareil de mesure du facteur de dissipation diélectrique

Ces essais sont réalisés selon la norme CEI 60247 [105] qui préconise les conditions suivantes :

- **Température** : 90°C
- **Fréquence** : 50 Hz

Le principe de la mesure de $\tan \delta$ est donné en Figure 65. Un matériau isolant parfait sans pertes se comporte comme un condensateur. En pratique, les pertes diélectriques à basse fréquence peuvent être représentées par une résistance en parallèle avec une capacité.

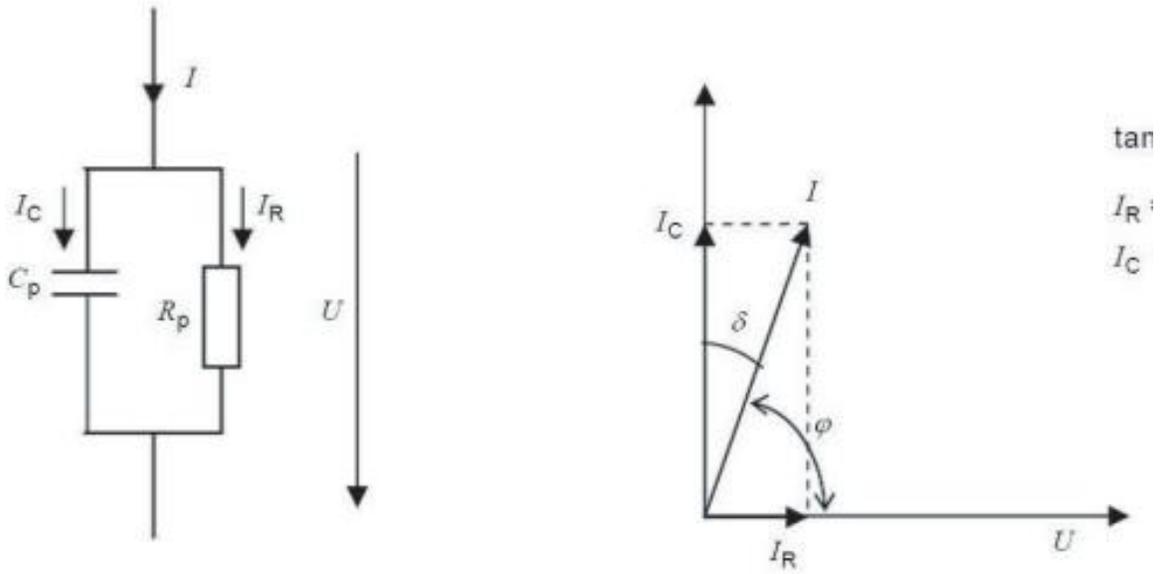


Figure 65 - Principe de la mesure du facteur de dissipation diélectrique

La valeur du facteur de dissipation diélectrique à basse fréquence est donnée par la relation :

$$\tan \delta = \frac{1}{\omega C_p R_p} \quad (14)$$

Où :

- δ – Angle de pertes diélectriques
- ω – Fréquence angulaire ($2\pi f$)
- C_p – Capacité du circuit équivalent représentant le matériau
- R_p – Résistance du circuit équivalent représentant le matériau

3.2.5. Analyses des gaz dissous

L'analyse des gaz dissous est réalisée à l'aide d'un extracteur de type Headspace et d'un chromatographe en phase gazeuse (Figure 66).



Figure 66 - Appareil de chromatographie phase gazeuse avec système d'extraction Headspace pour l'analyse des gaz dissous

Les principaux gaz analysés sont les suivants : H₂, CH₄, C₂H₆, C₂H₄, C₂H₂, CO et CO₂. Les conditions d'essais suivent la norme CEI 60567 [106] :

- **Gaz vecteur** : Argon
- **Débit gaz vecteur** : 4 mL/min
- **Température four** : 50°C
- **Température Headspace** : 70°C

En sortie d'analyse, les différents gaz sont représentés par des pics sur un chromatogramme. L'aire de ces pics peut être reliée à la concentration en gaz dans l'huile à l'aide d'un étalonnage approprié selon la formule :

$$C_i = K_i * A_i + b_i \quad (15)$$

Où :

- C_i – Concentration en gaz « i » dans l'huile en ppm
- K_i – Coefficient de réponse de l'appareil pour le gaz « i »
- A_i – Aire du pic correspondant au gaz « i »
- B_i – Valeur du blanc pour le gaz « i »

Chapitre 2 : liquides isolants alternatifs

Les valeurs du blanc et du coefficient de réponse dépendent à la fois du gaz considéré et de la structure chimique du composé étudié pour des questions d'équilibre thermodynamiques lors de l'extraction par HeadSpace.

L'étalonnage de l'appareil a été réalisé avec des étalons de gaz dans l'huile pour les différents types d'huile : huile minérale, ester synthétique et ester naturel. Ce sont des mélanges normés contenant une quantité connue de gaz dans l'huile. L'étalonnage a été réalisé avec des étalons à trois niveaux de concentration en gaz : 10, 100 et 1000 ppm.

Les valeurs déterminées par étalonnage de l'appareil pour les différents types de liquide sont données dans le Tableau 34.

Tableau 34 - Etalonnage de la chromatographie phase gazeuse pour les différents types de liquide

Huile minérale							
Gaz	H ₂	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₂ H ₄	C ₂ H ₂	CO	CO ₂
K	3,33	0,25	0,21	0,23	0,30	0,20	0,46
b	-4	2	4	5	3	1	-114
R ²	0,995	0,993	0,994	0,994	0,994	0,993	0,991
Ester synthétique							
Gaz	H ₂	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₂ H ₄	C ₂ H ₂	CO	CO ₂
K	3,45	0,24	0,25	0,22	0,39	0,20	0,56
b	-8	-6	-2	-1	1	-8	-148
R ²	0,999	0,999	0,999	0,999	0,999	0,999	0,995
Ester naturel							
Gaz	H ₂	CH ₄	C ₂ H ₆	C ₂ H ₄	C ₂ H ₂	CO	CO ₂
K	3,10	0,22	0,26	0,24	0,31	0,19	0,50
b	-64	-2	-6	-6	0	-14	-145
R ²	0,999	0,999	0,999	0,999	0,999	0,999	0,998

3.2.6. Acidité

L'acidité est mesurée selon la norme CEI 62021-2 [107] en suivant la méthode de titrage de l'indice d'acidité par colorimétrie.

Le principe de la mesure est le suivant : une portion du liquide à analyser est dissoute dans de l'isopropanol pur, puis elle est titrée par colorimétrie avec de l'hydroxyde de potassium alcoolique à une couleur spécifiée en utilisant l'indicateur bleu alcalin 6B.

L'indice d'acidité est ensuite calculé de la façon suivante :

$$\text{Acidité} = \frac{(V_1 - V_0) * M * 56,1}{m} \quad (16)$$

Où :

- V_1 – Volume de solution alcoolique KOH utilisée pour le titrage en mL
- V_2 – Volume moyen de solution alcoolique KOH utilisée pour le titrage à blanc en mL
- M – Molarité de la solution alcoolique KOH
- m – Masse de la prise d'essai en g

3.3. Résultats

Pour chaque essai de vieillissement, les résultats pour une propriété donnée sont la moyenne des valeurs obtenues sur les deux échantillons préparés pour chaque période de prélèvement. Les valeurs limites auxquelles sont comparées certains résultats sont celles de la norme CEI 60422 [18] pour l'huile minérale et de la norme CEI 62975 [108] pour l'ester naturel ; ces normes sont celles correspondant au monitoring de ces huiles en service.

Les transformateurs de mesure ne sont pas mentionnés dans la norme CEI 62975 et les valeurs limites considérées sont celles des appareils apparaissant dans le même groupe que les transformateurs de mesure dans la norme CEI 60422 des huiles minérales.

De plus, les autres hydrocarbures type GTL et biosourcés répondent aux mêmes exigences de la norme CEI 60296 [16] que les huiles minérales ; nous pouvons donc appliquer la norme CEI 60422 pour les valeurs limites en service. Également, la norme CEI 61203 [109] existe pour les esters synthétiques en service. Cependant, elle n'est pas assez complète et ne donne pas suffisamment d'éléments pour être utilisée. Ainsi, les limites de la norme consacrée aux esters naturels sont considérées pour ces liquides.

Pour l'ensemble des normes, seules les valeurs limites pour les appareils > 170 kV, sont utilisées car elles sont les plus restrictives.

3.3.1. Caractérisation avant essais

Pour chaque type de liquide et pour chaque couple température/durée de vieillissement, dix bocaux ont été préparés, ce qui correspond à deux bocaux par période de prélèvement. L'ensemble des dix échantillons d'un couple température/durée pour un liquide donné sont préparés simultanément. Cependant, les préparations des échantillons d'un liquide à un autre, et d'un couple température/durée à un autre, ne sont pas réalisées au même moment.

C'est pourquoi, le temps de prélèvement $t=0$ pour chaque liquide et pour chaque couple température/durée de vieillissement, correspondant au prélèvement de deux bocaux après conditionnement mais sans vieillissement parmi les dix préparés simultanément, a été analysé afin de déterminer l'état initial de chaque système dans chaque configuration (couple température/durée) testée. Les différentes caractéristiques des huiles testées au temps $t=0$ des essais sont compilées dans les Tableau 35 et Tableau 36.

Tableau 35 - Propriétés initiales sans vieillissement, après traitement, des huiles HM1, HM2, HB1 et HB2

Propriétés	CEI 60422 Avant mise sous tension	Couple Température (°C) / Durée (j)	HM1	HM2	HB1	HB2
Tension de claquage (kV)	>60	130 / 125	78,3	84,3	79,5	90,1
		145 / 28	75,9	80,7	90,1	80,9
		160 / 4	91,3	66,0	74,0	81,0
Teneur en eau (ppm)	<10	130 / 125	8,9	7,2	7,9	5,7
		145 / 28	7,8	11,1	9,3	7,5
		160 / 4	10,5	10,4	11,2	10,0
FDD à 90°C/50Hz	Max. 0,010	130 / 125	0,004	0,006	0,0004	0,0005
		145 / 28	0,002	0,002	0,002	0,001
		160 / 4	0,002	0,001	0,0004	0,001

Chapitre 2 : liquides isolants alternatifs

Tableau 36 - Propriétés initiales sans vieillissement, après traitement, des huiles ES et EN

Propriétés	CEI 62975 Avant mise sous tension	Couple Température (°C) / Durée (j)	ES	Couple Température (°C) / Durée (j)	EN
Tension de claquage (kV)	>60	130 / 125	64,7	145 / 125	83,9
		145 / 28	74,1	160 / 28	76,5
		160 / 4	85,8	175 / 4	84,6
Teneur en eau (ppm)	<100	130 / 125	60,2	145 / 125	59,6
		145 / 28	81,8	160 / 28	59,1
		160 / 4	101,7	175 / 4	45,5
FDD à 90°C/50Hz	<0,07	130 / 125	0,02	145 / 125	0,04
		145 / 28	0,01	160 / 28	0,06
		160 / 4	0,02	175 / 4	0,02

Les valeurs des tensions de claquage et de FDD obtenues pour l'ensemble des systèmes après conditionnement sont satisfaisantes en comparaison des valeurs attendues pour des huiles avant mise sous tension.

Pour ce qui est de la teneur en eau, les résultats sont également satisfaisants dans l'ensemble. Les valeurs indiquées **en gras** dans le tableau sont celles pour lesquelles la valeur de la norme est légèrement dépassée. Toutefois, ces valeurs sont également acceptables en prenant en compte les incertitudes de mesure sur la teneur en eau.

La tenue en traction initiales des papiers a également été mesurée et les résultats sont compilés Tableau 37.

Tableau 37 - Résistance à la traction initiale du papier kraft imprégné dans les différents liquides testés

Propriété	Cahier des charges	Température essai (°C)	HM1	HM2	HB1	HB2	ES	EN
Résistance à la traction - Sens machine (kg/cm)	≥ 6,5	130	10	11	11	11	11	-
		145	11	11	10	11	10	10
		160	10	10	10	10	9	9
		175	-	-	-	-	-	10

Les valeurs de résistance à la traction initiale sont en accord avec le cahier des charges du papier. La teneur en eau initiale du papier n'a pas été mesurée ; cependant lors de la préparation des essais, la teneur en eau du papier après séchage et avant imprégnation par l'huile est inférieure à 1%.

Ainsi, les essais lancés sont en accord avec le cahier des charges exigé pour une isolation neuve en sortie d'usine.

3.3.2. Vieillessement du papier

a. Résistance à la traction

La dégradation de l'isolation papier est suivie à l'aide du pourcentage de la résistance à la traction par rapport à la résistance à la traction initiale calculé de la façon suivante :

$$\%R_T(t) = \frac{R_T(t)}{R_T(t=0)} \quad (17)$$

Pour l'ensemble des systèmes, l'évolution de la résistance à la traction en fonction de la durée de vieillissement a été modélisée à l'aide d'un polynôme d'ordre deux :

$$\%R_T = a * t^2 + b * t + c \quad (18)$$

Où :

- $\%R_T$ – Pourcentage de la résistance à la traction initiale en %
- t – Durée de vieillissement en jours (j)
- a – Constante en $\%.j^{-2}$
- b – Constante en $\%.j^{-1}$
- c – Constante en jours (j)

L'emploi d'un polynôme d'ordre deux a été retenu pour modéliser l'évolution selon l'Annexe C de la norme CEI TS 62332-2 qui donne un exemple d'étude de vieillissement où ce type de modèle a été employé.

Les résultats obtenus pour les essais réalisés sur une période de 96h à 160°C pour les systèmes HM1, HM2, HB1, HB2, ES et à 175°C pour le système EN sont présentés Figure 67.

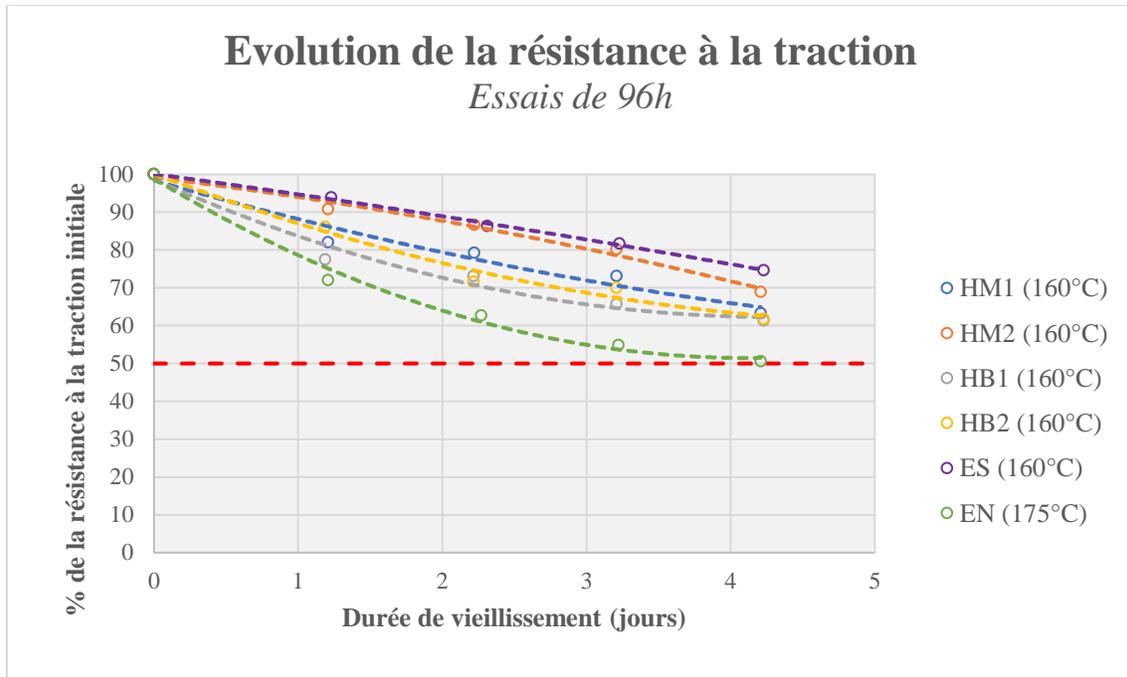


Figure 67 - Evolution de la résistance à la traction des différents systèmes des essais à 96h

Le critère de fin de vie fixé à 50% n'a été atteint par aucun des systèmes pour les essais réalisés sur une période de 96h. Même le système à l'ester naturel qui s'en approche le plus, reste à une valeur de 51% supérieure au critère. Ce résultat est dû à la durée de vieillissement qui a été trop réduite et ne permet pas d'atteindre le critère de fin de vie.

Afin d'établir à la fin de la campagne d'essai les courbes de vieillissement pour chaque système, il est cependant nécessaire d'avoir des durées de vie pour au moins trois températures d'essai différentes. Ainsi, il a été décidé d'ajouter une température d'essai supplémentaire pour l'étude du vieillissement du papier : 137°C pour les systèmes HM1, HM2, HB1, HB2, ES et 153°C pour le système EN. Ces températures sont les températures intermédiaires respectivement de la gamme 130°C-145°C et 145°C-160°C qui sont les autres configurations d'essai. La durée pour ces essais a été fixée à 60 jours soit 1440h en se basant sur les précédents résultats obtenus lors de l'étude.

Les résultats obtenus pour ces essais sont détaillés système par système et sont comparés aux résultats obtenus pour le système de référence (HM1) constitué de l'huile minérale inhibée.

La comparaison avec l'huile minérale non inhibée (HM2) est donnée Figure 68.

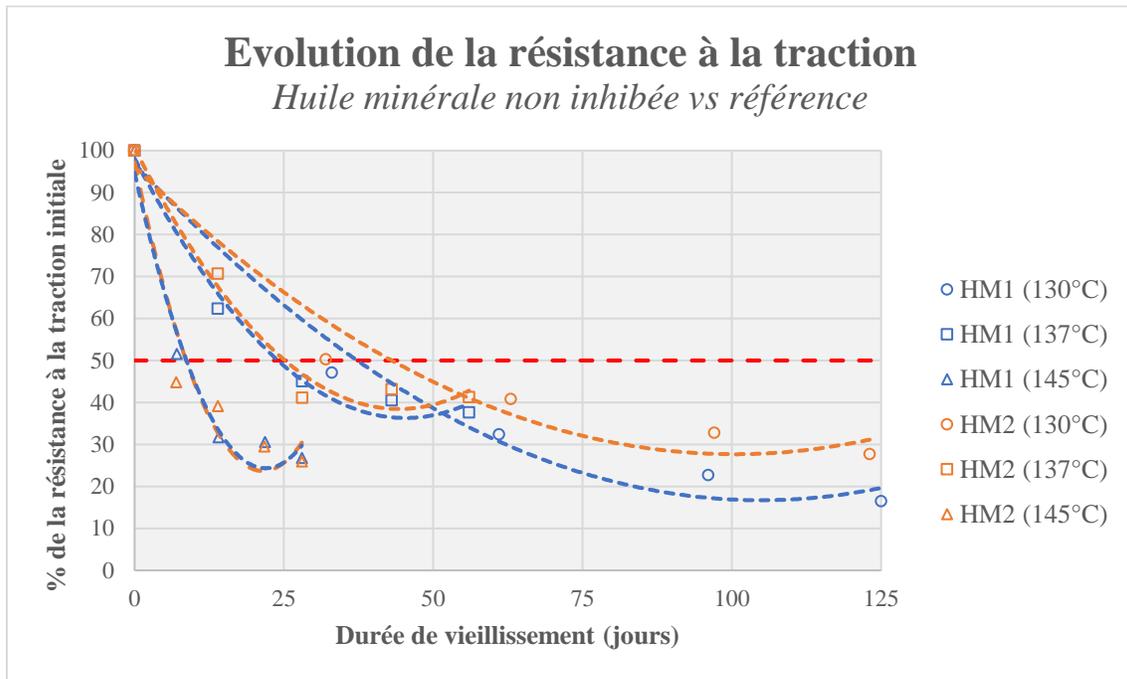


Figure 68 - Evolution de la résistance à la traction du système HM2 en comparaison du système HM1 pour les différents essais

En basant la comparaison sur le critère de fin de vie à 50%, les systèmes HM2 et HM1 présentent une dégradation du papier similaire pour les essais réalisés à 137°C et 145°C. Une différence de comportement semble être observée à 130°C où le système à l'huile minérale non inhibée présente une dégradation du papier plus lente. Ce comportement différent pourrait être lié au raffinage différent des huiles inhibées et non inhibées, sous l'effet de l'oxydation, une fois l'inhibiteur d'oxydation de l'huile inhibée consommé. Cependant, l'oxydation étant un mécanisme de dégradation limité dans les conditions d'essai, cette différence de comportement est plus probablement attribuable à une variabilité de mesure sur l'essai.

La comparaison avec l'hydrocarbure biosourcé et biodégradable (HB1) est donnée Figure 69.

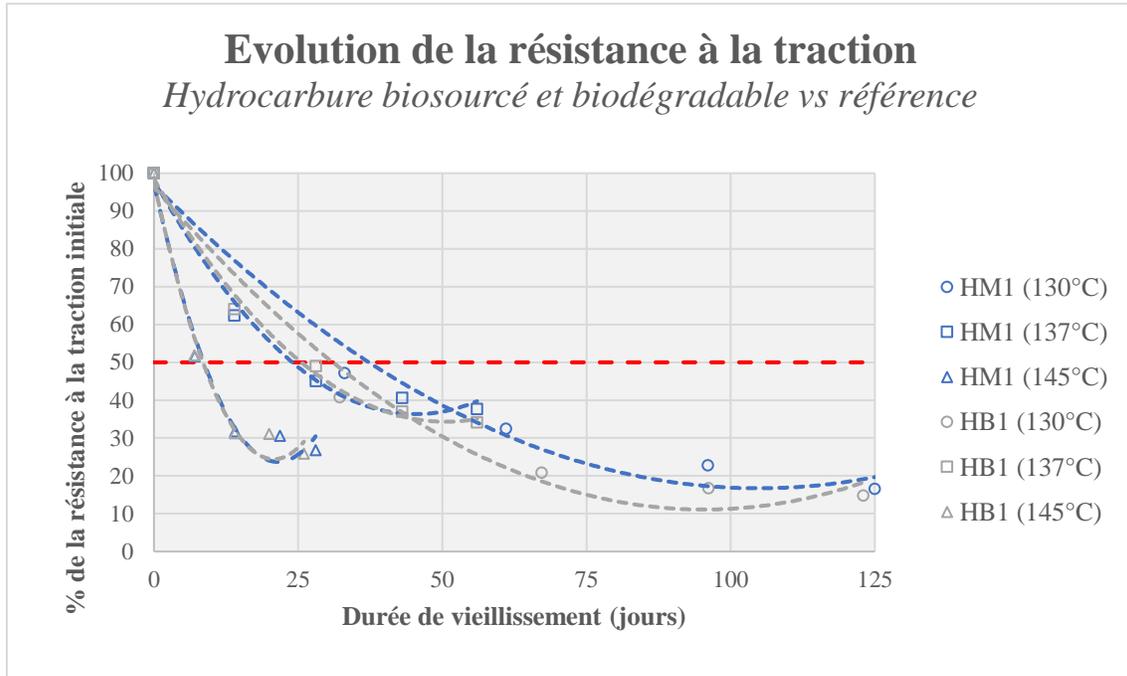


Figure 69 - Evolution de la résistance à la traction du système HB1 en comparaison du système HM1 pour les différents essais

En basant la comparaison sur le critère de fin de vie à 50%, les systèmes HB1 et HM1 présentent une dégradation du papier similaire pour les essais réalisés à 137°C et 145°C. Une différence de comportement semble être observée à 130°C où le système à l'hydrocarbure biosourcé et biodégradable présente une dégradation du papier plus rapide.

La comparaison avec l'huile GTL biodégradable (HB2) est donnée Figure 70.

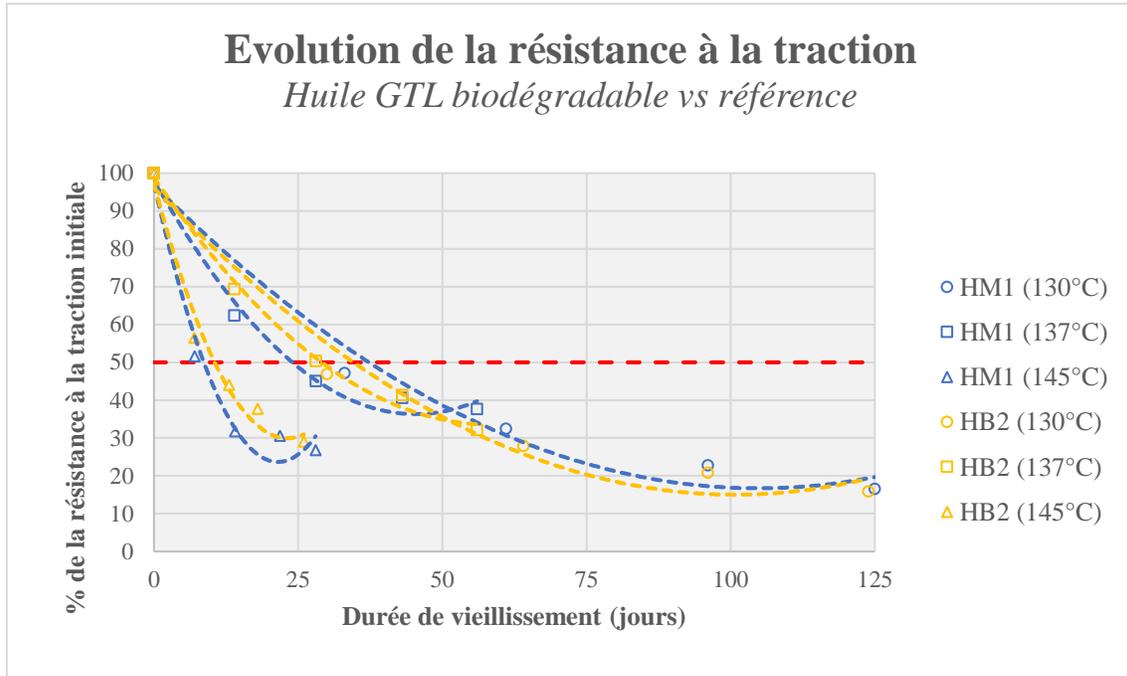


Figure 70 - Evolution de la résistance à la traction du système HB2 en comparaison du système HM1 pour les différents essais

En basant la comparaison sur le critère de fin de vie à 50%, le système HB2 présente une dégradation du papier légèrement ralentie pour les essais à 137°C et 145°C en comparaison au système de référence. Les résultats obtenus pour les essais à 130°C diffèrent et la dégradation du papier semble comparable voire légèrement plus rapide pour le système HB2 en comparaison du système de référence.

La comparaison avec l'ester synthétique (ES) est donnée Figure 71.

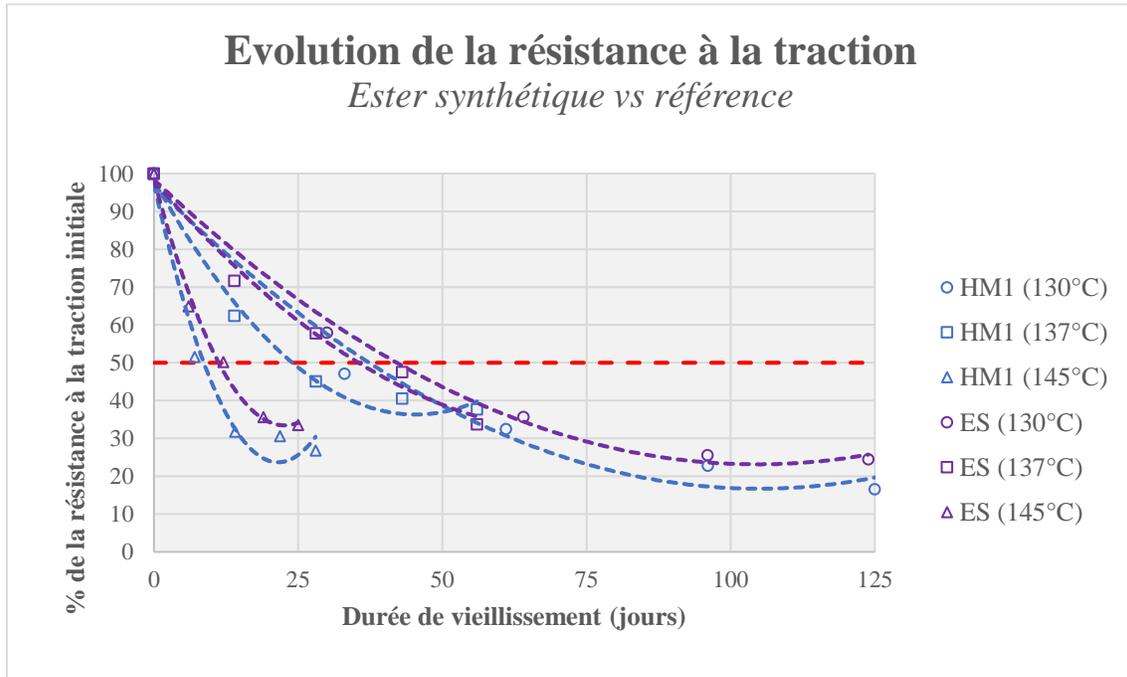


Figure 71 - Evolution de la résistance à la traction du système ES en comparaison du système HMI pour les différents essais

En basant la comparaison sur le critère de fin de vie à 50%, le système ES présente une dégradation du papier qui est ralentie pour l'ensemble des configurations testées en comparaison du système de référence. Egalement, l'évolution de la dégradation du papier à 137°C pour l'ES semble correspondre à celle observée pour le système de référence à 130°C.

La comparaison avec l'ester naturel (EN) est donnée Figure 72.

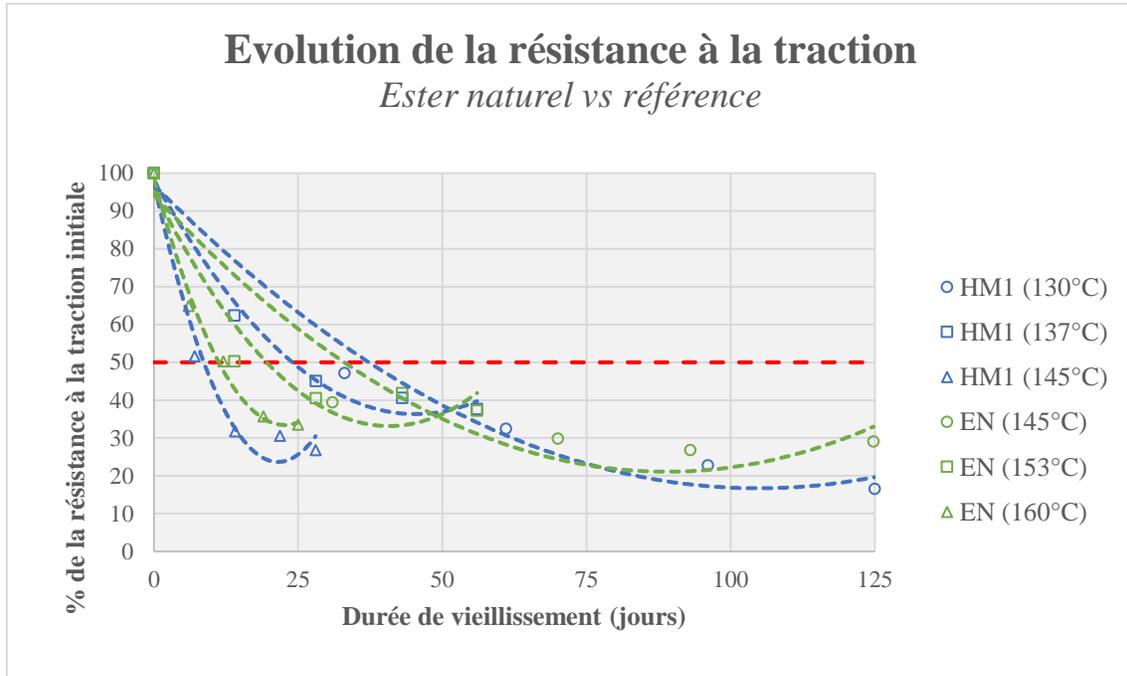


Figure 72 - Evolution de la résistance à la traction du système EN en comparaison du système HM1 pour les différents essais

En basant la comparaison sur le critère de fin de vie à 50%, les températures testées pour le système à l'ester naturel (EN) sont de 15°C supérieures à celles utilisées avec le système de référence. Seule la température de 145°C est en commun pour les deux systèmes. Il apparaît clairement que la dégradation du papier est ralentie pour le système EN en comparaison du système de référence.

Chapitre 2 : liquides isolants alternatifs

Les constantes a, b et c de l'équation (18) ont été calculées pour chaque système ; elles sont compilées dans le Tableau 38.

Tableau 38 - Paramètres des équations de l'évolution de la résistance à la traction

Système	Température (°C)	a	b	c	R ²
HM1	130	0,0073	1,53	96,85	0,98
	137	0,0301	2,73	98,17	0,99
	145	0,1590	6,84	97,22	0,97
HM2	130	0,0068	1,36	96,12	0,96
	137	0,0318	2,82	101,09	0,97
	145	0,1464	6,42	94,74	0,93
HB1	130	0,0094	1,79	96,47	0,98
	137	0,0251	2,54	98,41	0,99
	145	0,1699	7,05	97,62	0,98
HB2	130	0,0080	1,61	96,10	0,97
	137	0,0192	2,24	98,85	0,99
	145	0,1247	5,88	97,47	0,98
ES	130	0,0069	1,44	98,39	0,99
	137	0,0118	1,78	98,05	0,99
	145	0,1268	5,74	98,51	0,99
Système	Température (°C)	a	b	c	R ²
EN	145	0,0093	1,65	93,93	0,92
	153	0,0374	3,05	95,30	0,92
	160	0,1832	7,48	96,06	0,96

La résistance à la traction diminue avec le temps de vieillissement, ce qui est cohérent avec une dépolymérisation progressive des chaînes de cellulose. La corrélation entre les modèles établis et les données expérimentales peut être appréciée à l'aide du coefficient de détermination R², dont la valeur oscille entre 0 et 1. Plus le R² est proche de 1, et plus la corrélation est forte. Ainsi, on peut dire que la corrélation entre les points expérimentaux et les équations polynomiales de degré 2 (Equation (18)) est forte avec un R² de plus de 0,96 à l'exception de trois courbes, HM2 et EN à 145°C et EN à 153°C avec des R² entre 0,92 et 0,93, ce qui demeure une corrélation forte des données.

A partir des équations établies, les durées de vie associées à 50% de la tenue mécanique du papier des différents systèmes ont été calculées. La comparaison des résultats est représentée Figure 73.

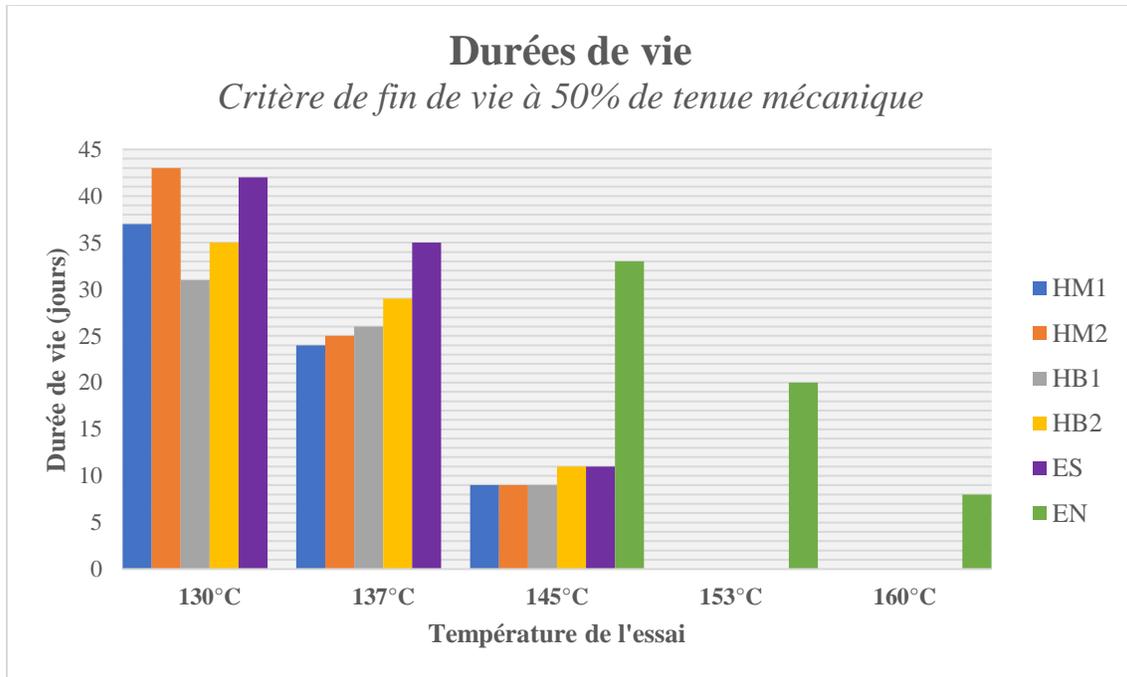


Figure 73 - Durées de vie des différents systèmes en fonction de la température d'essai

La comparaison des durées de vie pour les systèmes HM2, HB1 et HB2 semble indiquer globalement une vitesse de vieillissement du papier similaire au système de référence HM1. En effet, malgré une variabilité de résultats plus marquée lors des essais à 130°C, les durées de vie calculées oscillent autour des valeurs obtenues pour le système de référence. Ces comportements sont cohérents avec la littérature. En effet, en limitant les phénomènes d'oxydation et l'ajout d'inhibiteur visant à limiter ces derniers, l'huile minérale non inhibée présente un comportement similaire à celui de l'huile minérale inhibée. Pour ce qui des autres hydrocarbures HB1 et HB2, les performances de ces liquides étant comparables au système de référence. En l'absence de propriétés particulières permettant une limitation de la dégradation du papier comme une solubilité de l'eau plus élevée par exemple, il est également cohérent d'observer une vitesse de dégradation du papier similaire.

Une diminution de la vitesse de dégradation est observée pour les esters synthétiques. Cette diminution est très marquée pour les essais à 130°C et 137°C avec des différences de durée de vie respectivement de 5 et 10 jours en comparaison au système de référence HM1. Les résultats obtenus à 145°C, bien que supérieurs de deux jours à ceux obtenus avec le système de référence, semblent relativement faibles, d'autant plus qu'ils sont comparables à ceux obtenus pour le système HB2, ce qui n'est pas cohérent avec les résultats obtenus à 130°C et 137°C.

Une diminution de la vitesse de dégradation est également observée pour les esters naturels. En effet, il apparaît clairement que la durée de vie pour les essais à 145°C est très supérieure dans le cas de l'ester naturel avec 33 jours, en comparaison des 9 jours obtenus pour le système de référence.

Ce comportement des esters est attendu d'après la littérature et repose sur trois facteurs : une meilleure solubilité de l'eau permettant un séchage relatif de l'isolation papier, la réaction d'hydrolyse des esters avec l'eau provoquant une diminution de l'humidité et enfin le phénomène de transestérification de la cellulose avec les acides produits par l'hydrolyse des esters formant une barrière protectrice à la scission des chaînes de cellulose par action de l'humidité. Cette diminution est plus importante dans le cas de l'ester naturel. Notons qu'une durée de vie similaire a été obtenue pour les essais à 130°C avec le système de référence HM1, à 137°C avec l'ester synthétique et 145°C avec l'ester naturel.

b. Courbes de vieillissement

Les courbes de vieillissement correspondant à la loi (2) ont été établies en Figure 74 à partir des durées de vie calculées à chaque température pour un critère de fin de vie à 50%.

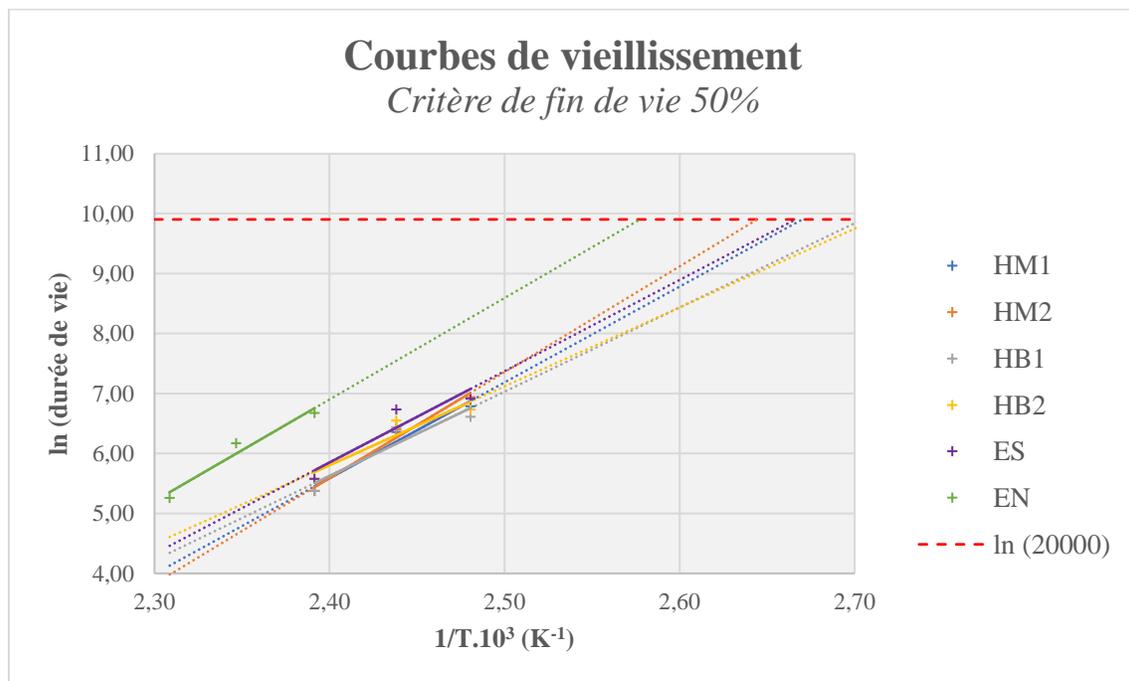


Figure 74 - Courbes de vieillissement pour un critère de fin de vie à 50% de la résistance mécanique initiale

Chapitre 2 : liquides isolants alternatifs

Les paramètres A et B de l'équation (8) ont été calculés. Également, l'indice thermique, défini comme étant la température pour laquelle la durée de vie est de 20 000h [32] a été déterminé. L'ensemble de ces résultats est donné dans le Tableau 39 :

Tableau 39 - Paramètres des courbes de vieillissement et indices thermiques

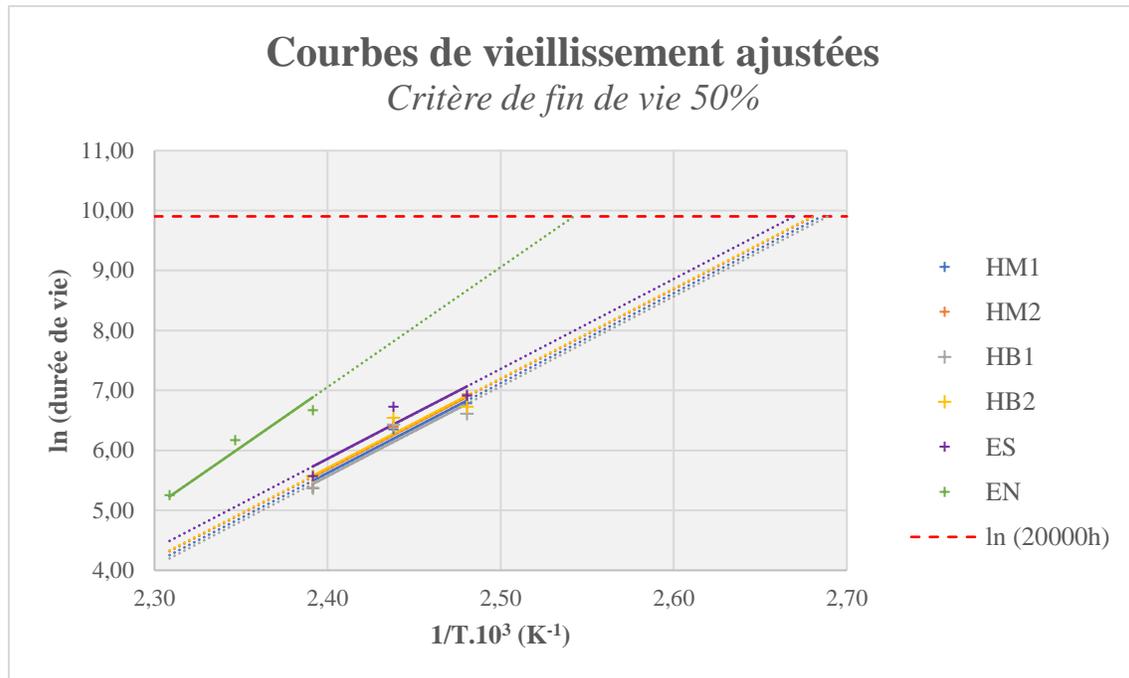
Système	B (K)	A	R ²	Indice thermique (°C)
HM1	15975	32,75	0,96	101
HM2	17650	36,77	0,98	105
HB1	14049	28,09	0,87	97
HB2	13140	25,73	0,89	96
ES	15222	30,68	0,87	102
EN	16930	33,73	0,95	115

La vérification de la loi d'Arrhenius et la validation des essais réalisés peuvent être appréciées par la valeur du coefficient de détermination R² des régressions linéaires calculées. La norme IEEE C57-100 [96] indique que si le R² de la régression est inférieur à 0,95 alors cela signifie que des essais supplémentaires sont nécessaires pour valider le modèle. Ainsi, les essais avec les systèmes HM1, HM2 et EN sont validés alors que les essais sur HB1, HB2 et ES nécessiteraient des essais supplémentaires pour être validés.

Les valeurs des indices thermiques obtenus par extrapolation à 20 000h présentent de fortes disparités. En effet, pour les systèmes HM1, HM2, HB1 et HB2, ces valeurs sont comprises dans la fourchette 96-105°C alors que l'ensemble de ces valeurs sont attendues comme similaires. De plus, la valeur obtenue pour l'ES de 102°C soit seulement 1°C de plus que le système HM1, semble également faible au regard de la diminution de la dégradation du papier observée lors des essais. Seul le système EN est bien distinct des autres, reflétant la nette extension de durée de vie du papier avec ce type de liquide.

Ces écarts sont dus à l'extrapolation des courbes à 20 000h qui dépend fortement des coefficients directeurs B calculés pour les courbes de vieillissement. L'influence de ce coefficient sur le calcul des indices thermiques a été souligné par B. Greaves et al. [110]. Ce phénomène est d'autant plus marqué que le nombre de points menant à la régression linéaire est faible et éloigné du point à extrapoler.

Une alternative de calcul proposée suggère de fixer le coefficient B à une valeur B' basée sur des résultats déjà publiés, soit 15 000 K pour les huiles minérales et 20 000 K pour les esters naturels avec un critère de fin de vie à 50% [110]. La nouvelle ordonnée à l'origine A' est calculée à l'aide du solveur Excel par minimisation de la somme du carré des résidus de la régression. Les nouvelles courbes obtenues sont représentées Figure 75.



Les valeurs des nouveaux coefficients ainsi que l'indice thermique calculés sont donnés dans le Tableau 40.

Tableau 40 - Paramètres ajustés des courbes de vieillissement

Système	B' (K)	A'	Indice thermique (°C)
HM1	15000	30,38	99
HM2	15000	30,31	100
HB1	15000	30,43	99
HB2	15000	30,30	100
ES	15000	30,14	101
EN	20000	40,94	120

Une nette amélioration des résultats est obtenue pour les systèmes HM1, HM2, HB1 et HB2 avec des valeurs comprises entre 99 et 100°C indiquant des indices thermiques proches et donc une dégradation de l'isolation papier similaire. Des essais complémentaires pour les systèmes HB1 et HB2 pour améliorer la régression linéaire de la loi d'Arrhenius doivent être réalisés afin d'obtenir un $R^2 > 0,95$ et valider ces résultats.

Pour ce qui est de l'ester synthétique, la valeur d'indice thermique de 101°C obtenue est supérieure de 2°C en comparaison du système de référence. Ainsi, de ce point de vue, les résultats sont également améliorés. Cependant, une amélioration plus importante est attendue de ce type de liquide. Des essais complémentaires pour le système ES sont également nécessaires pour améliorer la régression linéaire de la loi d'Arrhenius. Ces résultats devraient permettre d'apprécier de façon plus complète l'amélioration de la durée de vie du papier avec l'utilisation d'un ester synthétique.

Enfin, l'amélioration de la durée de vie du papier avec l'utilisation de l'ester naturel est confirmée, avec un indice thermique de 120°C qui est de 21°C supérieur à celui du système de référence à l'huile minérale inhibée. La régression obtenue pour la loi d'Arrhenius est satisfaisante et les résultats obtenus sont conformes à la littérature comme détaillée dans le CHAPITRE 1 : ETAT DE L'ART.

c. Analyse des gaz dissous : CO et CO₂

Les évolutions des concentrations en monoxyde (CO) et dioxyde (CO₂) de carbone ont été mesurées pour les différents essais réalisés sur 125 et 28 jours. Les résultats des essais sur 4 jours à 160°C et 175°C ne seront pas présentés ici car ils n'apportent pas d'éléments utiles à l'étude, la dégradation étant modérée et la période de vieillissement faible.

La valeur de concentration en CO initiale avant essai de chaque système est nulle pour l'ensemble des configurations testées. Les résultats obtenus après essai pour les systèmes à 28 et 125 jours de vieillissement sont donnés Figure 76 pour l'ensemble des systèmes.

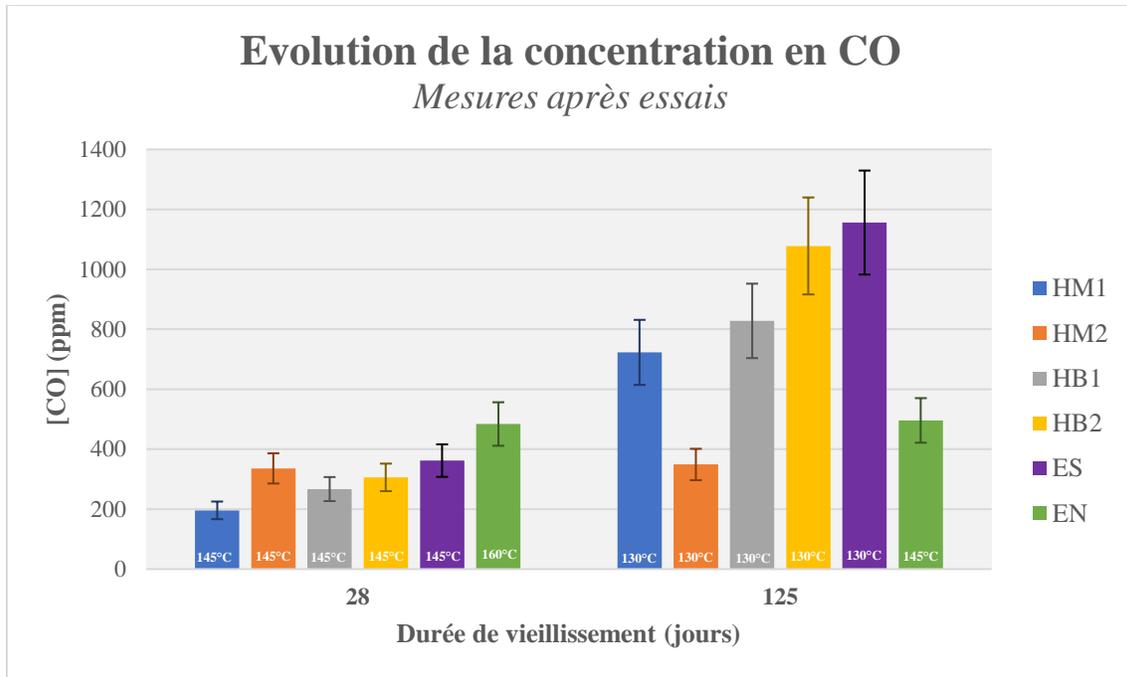


Figure 76 - Evolution de la concentration en CO après essais pendant 28 et 125 jours

Les concentrations en CO augmentent après vieillissement pour l'ensemble des systèmes. Cela est cohérent avec la dégradation thermique du papier. En ce qui concerne la comparaison entre les différents systèmes, une quantité plus importante de CO s'est formée pour les systèmes HB1, HB2 et ES en comparaison avec le système de référence. Les résultats obtenus pour HM2 ne permettent pas de conclure car de fortes variabilités sont observées d'un essai à l'autre.

Une comparaison directe du système EN aux autres systèmes n'est pas possible. En effet, les températures et les durées d'essai ne sont pas les mêmes pour établir un comparatif et apprécier l'influence de la température. Les résultats obtenus pour les différentes températures à durée fixée de 28 jours sont présentés Figure 77.

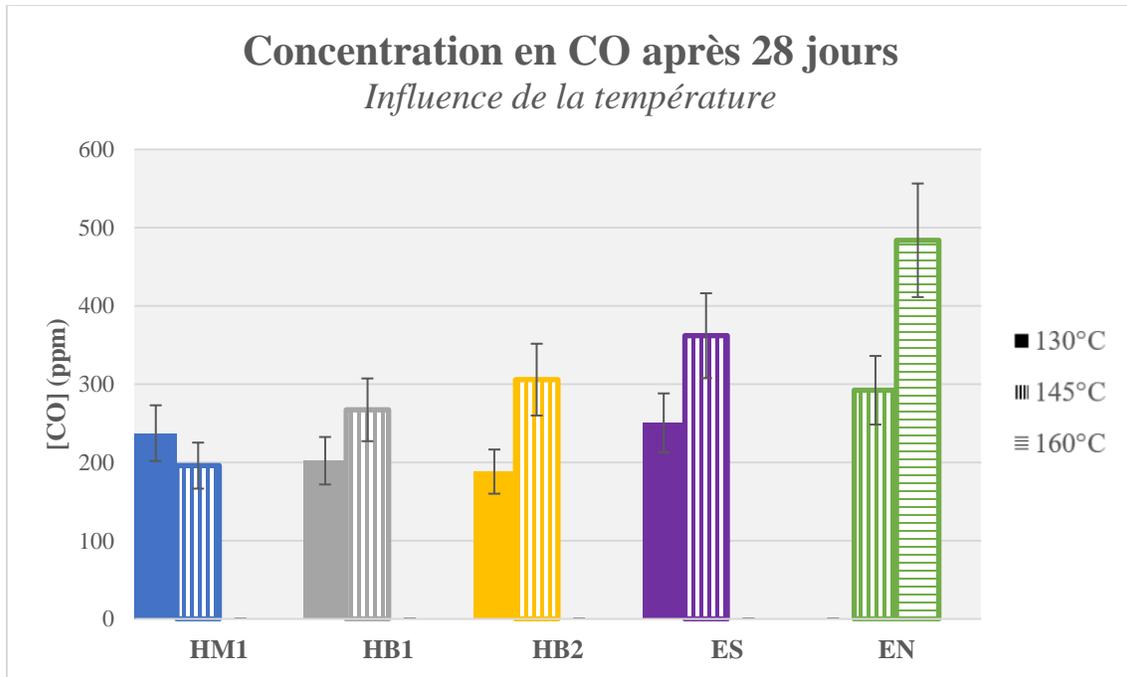


Figure 77 - Influence de la température sur la génération du CO après 28 jours d'essai pour les différents systèmes

Les résultats pour le système HM2 ont été volontairement retirés car non pertinents comme mentionné précédemment. Pour les systèmes HB1, HB2, ES et EN, une augmentation de la température d'essai a pour conséquence une augmentation de la quantité de gaz générée. Le comportement différent pour le système de référence est attribué à la variabilité des mesures car on s'attendait à une tendance à l'augmentation avec l'augmentation de la température.

De plus, à la température de 145°C où des valeurs sont disponibles pour l'ensemble des systèmes, il apparaît qu'une quantité plus importante de CO soit formée dans les liquides alternatifs en comparaison du système de référence.

Les concentrations en CO₂ avant et après essai sont données Figure 78 à 125 jours de vieillissement et Figure 79 à 28 jours de vieillissement pour l'ensemble des systèmes.

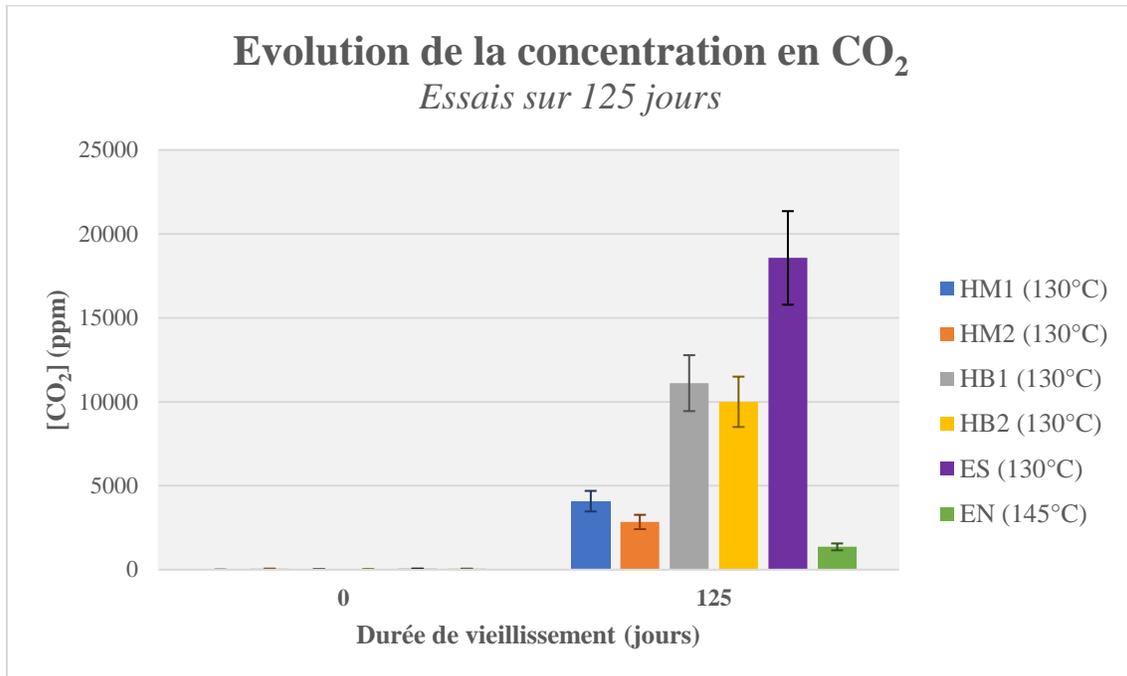


Figure 78 - Evolution de la concentration en CO₂ après essais pendant 125 jours

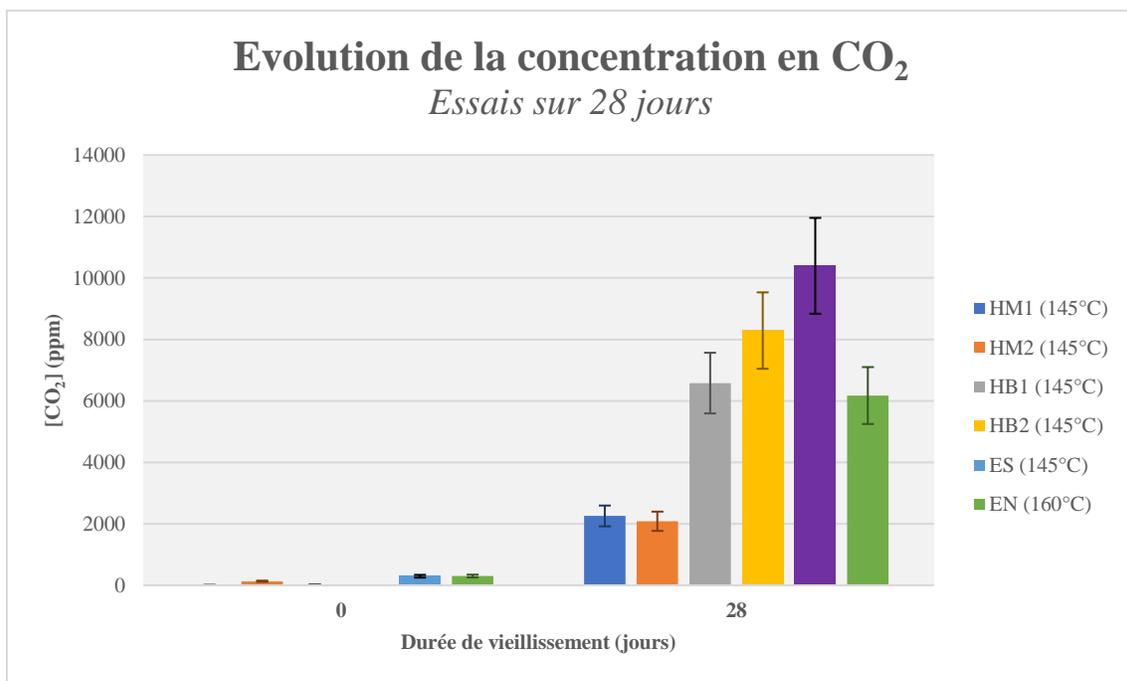


Figure 79 - Evolution de la concentration en CO₂ après essais pendant 28 jours

Les concentrations en CO₂ augmentent après vieillissement pour l'ensemble des systèmes. Cela est cohérent avec la dégradation thermique du papier. En ce qui concerne la comparaison entre les différents systèmes, une quantité plus importante de CO₂ s'est formée pour les systèmes HB1, HB2 et ES en comparaison avec le système de référence. Les résultats obtenus pour HM2 sont comparables à ceux du système de référence.

De même que pour les mesures de CO, des essais à différentes températures après 28 jours ont été réalisés pour établir un comparatif avec le système EN et apprécier l'influence de la température ; les résultats de ces essais sont présentés Figure 80.

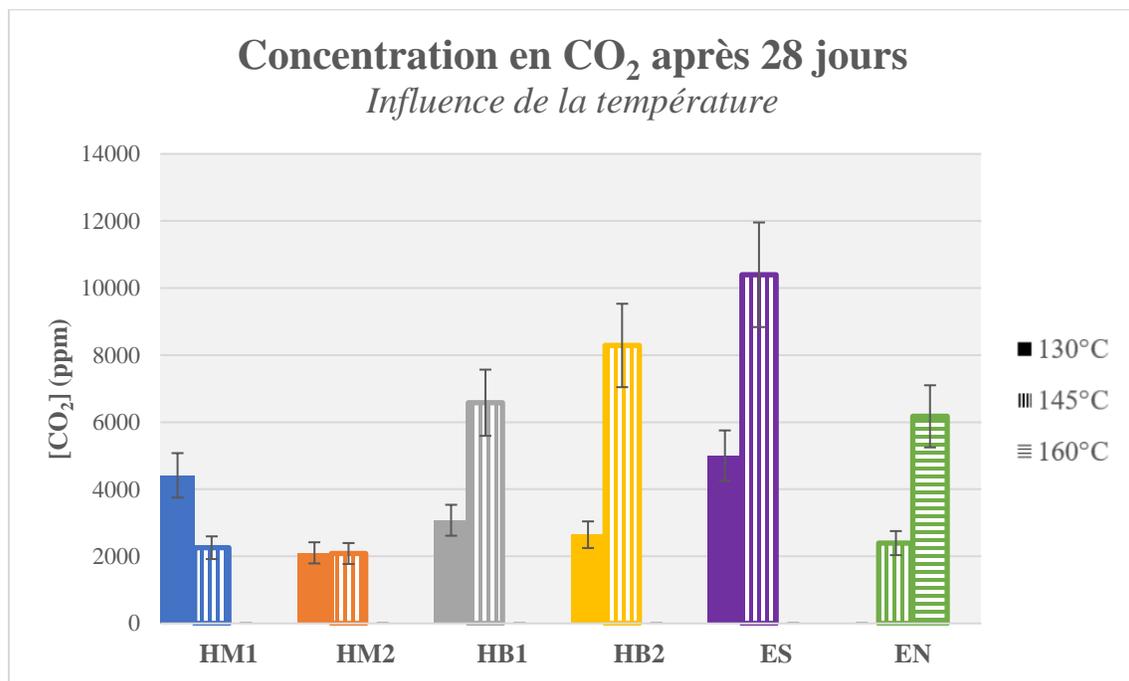


Figure 80 - Influence de la température sur la génération du CO₂ après 28 jours d'essai pour les différents systèmes

Pour les systèmes HB1, HB2, ES et EN, une augmentation de la température d'essai a pour conséquence une augmentation de la quantité de gaz générée. Le comportement différent pour les systèmes à l'huile minérale est très probablement attribué à la variabilité des mesures car on s'attendait à une augmentation avec l'augmentation de la température.

De plus, à la température de 145°C où des valeurs sont disponibles pour l'ensemble des systèmes, il apparaît qu'une quantité plus importante de CO₂ soit formée dans les liquides alternatifs en comparaison du système de référence.

Ainsi, les essais de vieillissement thermique ont provoqué la formation de CO et de CO₂ avec une augmentation de la concentration observée pour l'ensemble des systèmes testés. La concentration plus importante en CO et CO₂ pour les esters en comparaison à l'huile minérale est en accord avec les données de la littérature, notamment l'annexe D de la norme IEEE C57.155-2014 [10] concernant des essais de pyrolyse sur l'huile minérale et les esters synthétiques et naturels. Il est intéressant de remarquer également qu'une quantité plus importante de ces gaz, au même niveau que l'ester naturel, est également formée pour les autres hydrocarbures biodégradables.

3.3.3. Vieillissement de l'huile

a. Teneur en eau

L'évolution de la teneur en eau pour les systèmes huiles minérales (HM1 et HM2) ainsi que les hydrocarbures biodégradables (HB1 et HB2) est présentée Figure 81 pour les essais sur 125 jours, Figure 82 pour les essais sur 28 jours et Figure 83 pour les essais sur 4 jours.

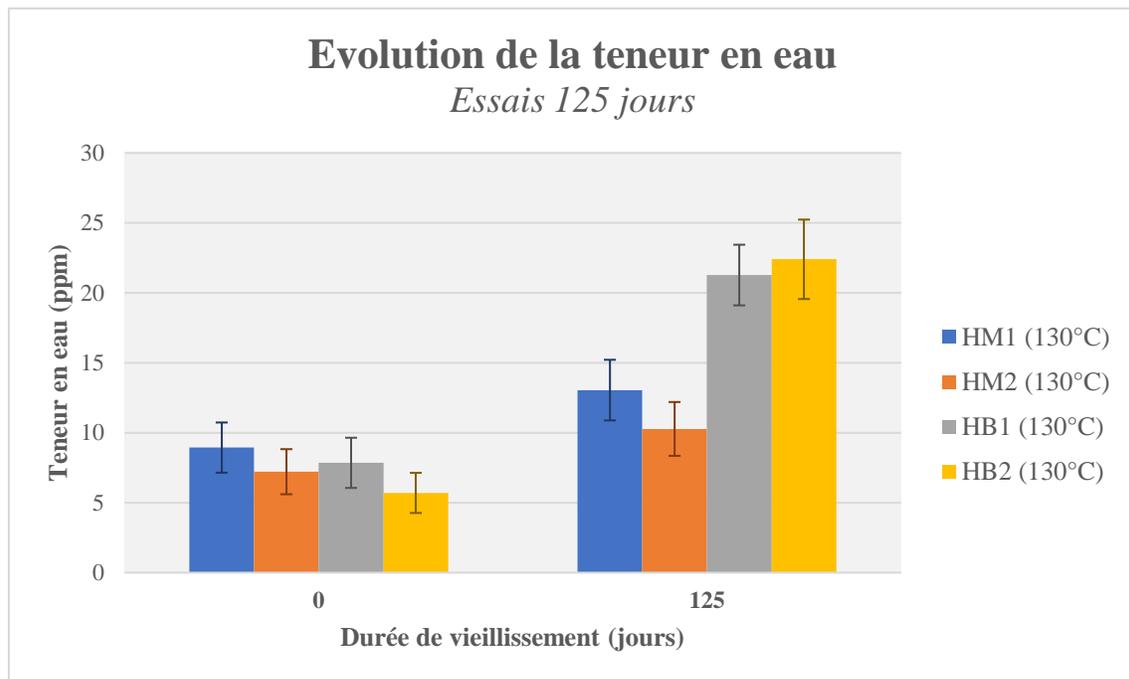


Figure 81 - Evolution de la teneur en eau des huiles minérales et des hydrocarbures biodégradables vieillis pendant 125 jours

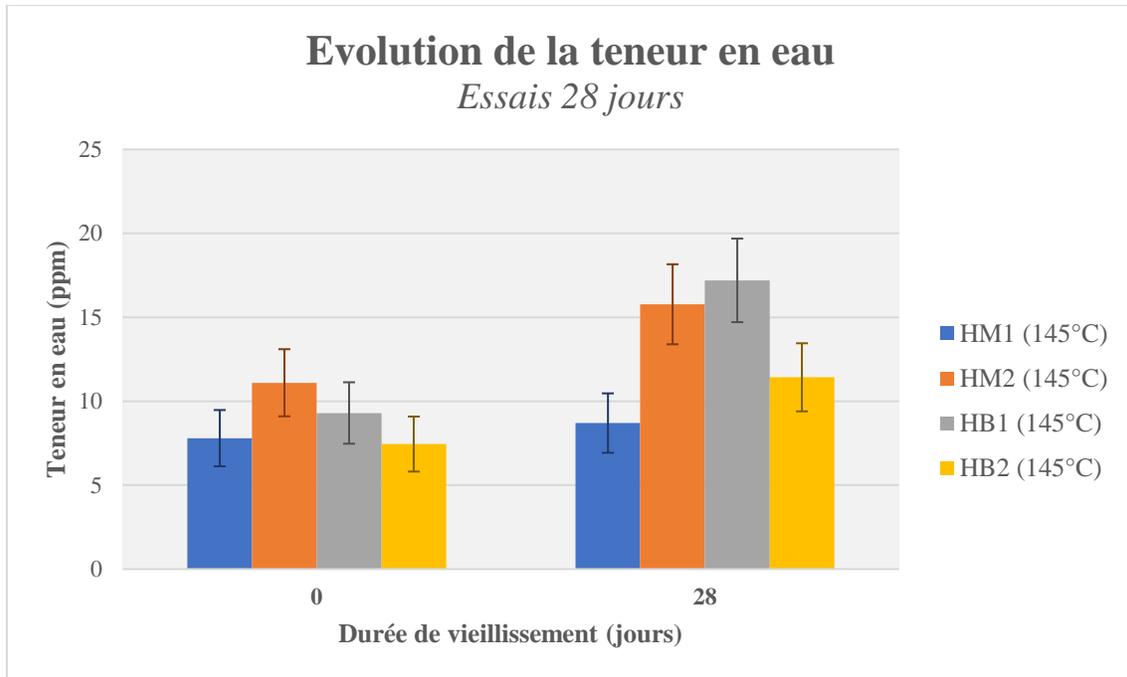


Figure 82 - Evolution de la teneur en eau des huiles minérales et des hydrocarbures biodégradables vieillis pendant 28 jours

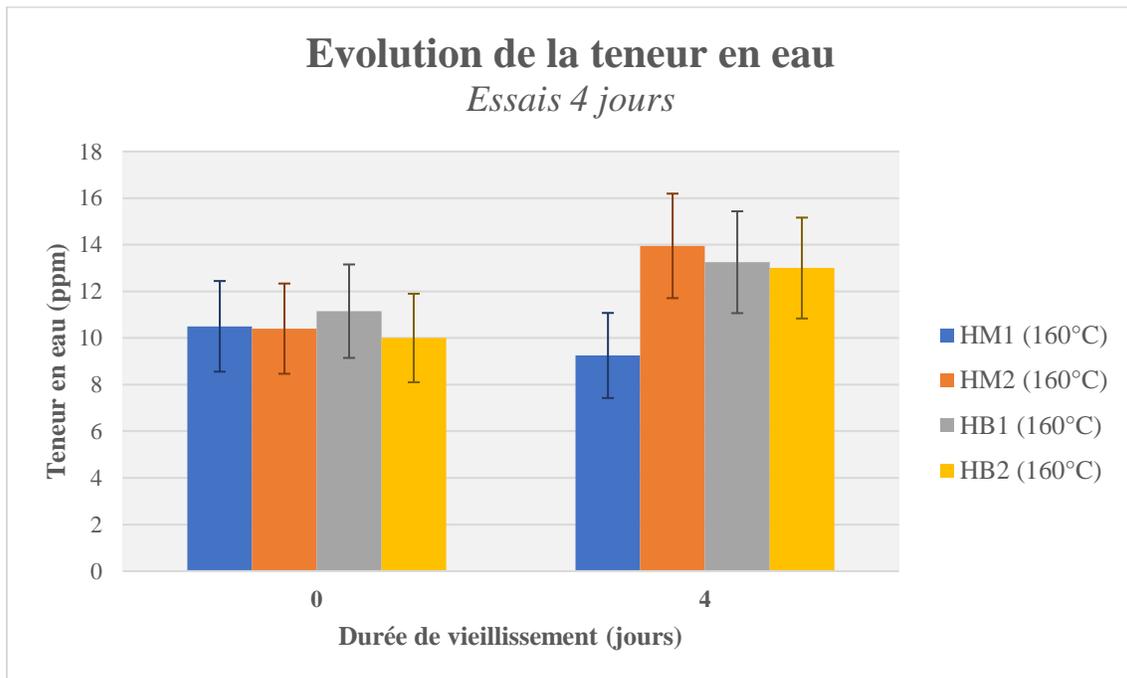


Figure 83 - Evolution de la teneur en eau des huiles minérales et des hydrocarbures biodégradables vieillis pendant 4 jours

Une tendance à l'augmentation de la teneur en eau est observée dans l'ensemble des configurations sur les huiles minérales et sur les autres hydrocarbures. La teneur en eau semble augmenter un peu plus pour les hydrocarbures biosourcés mais en restant globalement dans des teneurs acceptables pour une huile en service en état « satisfaisant ». Les résultats obtenus pour les hydrocarbures biodégradables sur 125 jours dépassent légèrement le critère de 15 ppm de teneur en eau exigée par la norme CEI 60422 [18]. L'influence de ces valeurs sur les propriétés de l'huile pourra être appréciée lors des essais de tension de claquage.

Ces observations sont cohérentes avec les conditions d'essai, à savoir scellées sous vide. Ainsi, il n'y a pas d'apport d'humidité provenant de l'extérieur du système, et l'humidité générée provient majoritairement de la dégradation du papier par hydrolyse.

L'évolution de la teneur en eau pour les systèmes esters (ES et EN) est présentée Figure 84 pour les essais sur 125 jours, Figure 85 pour les essais sur 28 jours et Figure 86 pour les essais sur 4 jours.

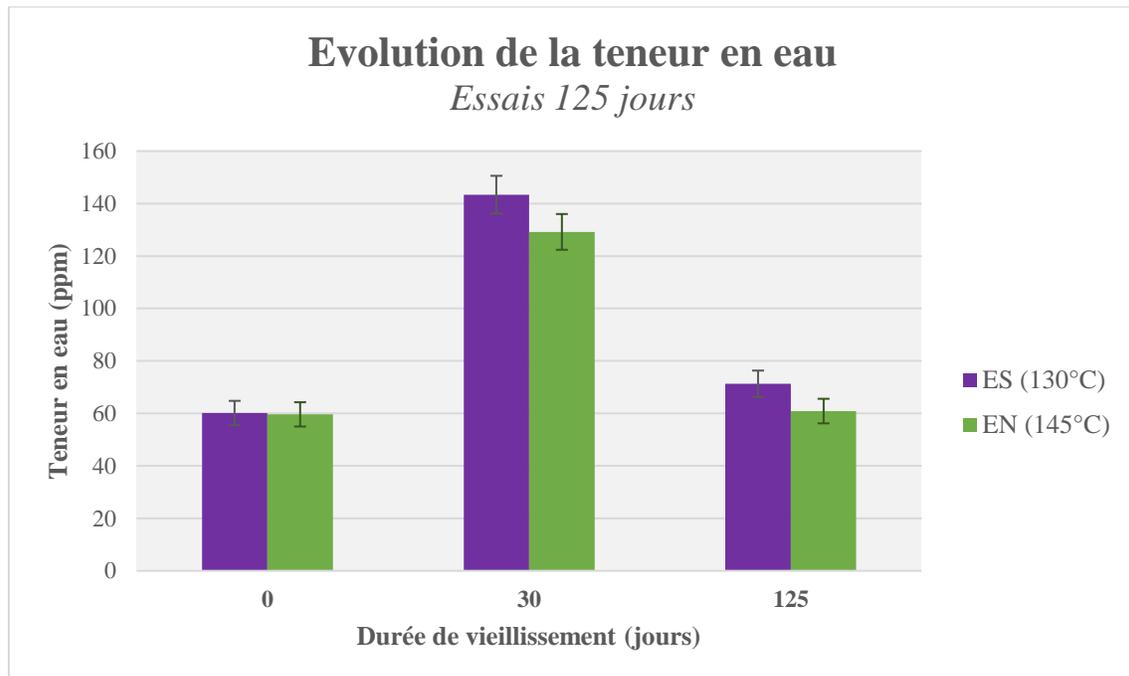


Figure 84 - Evolution de la teneur en eau des esters vieillis pendant 125 jours

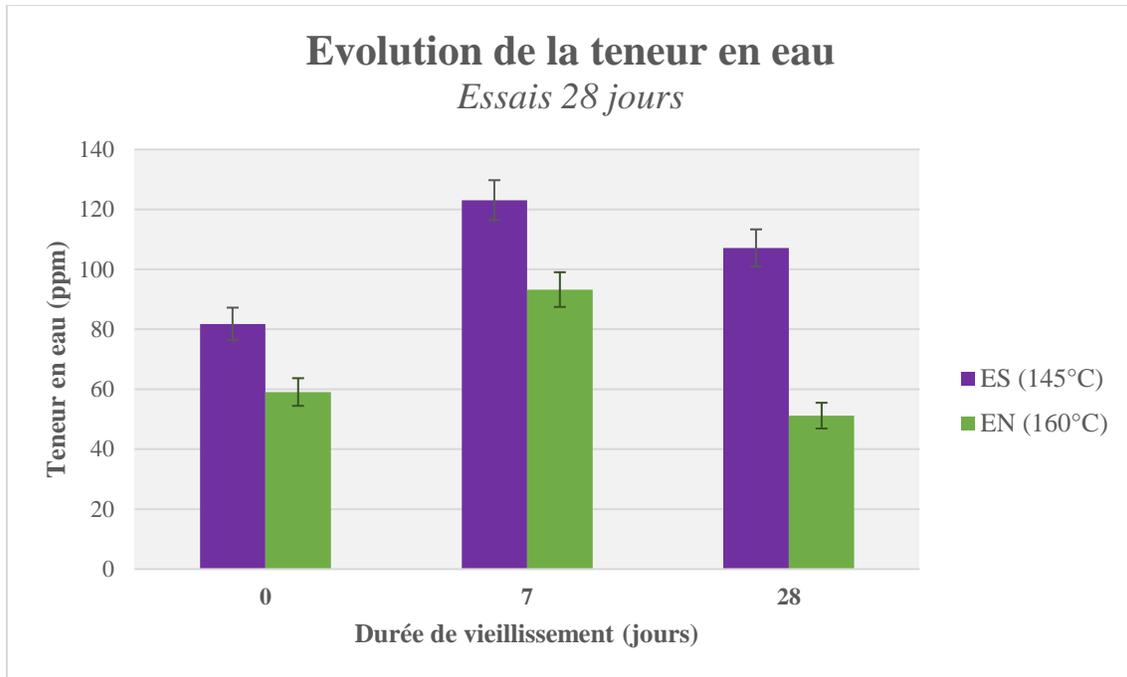


Figure 85 - Evolution de la teneur en eau des esters vieillis pendant 28 jours

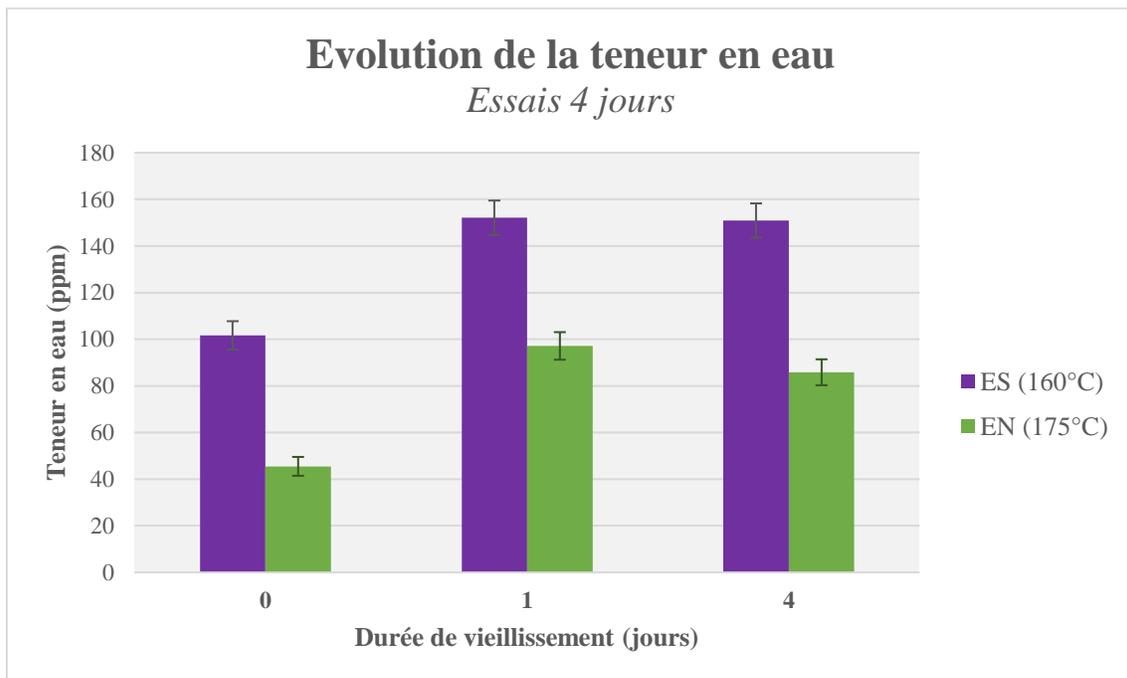


Figure 86 - Evolution de la teneur en eau des esters vieillis pendant 4 jours

Pour les essais réalisés sur 125 jours et 28 jours, la teneur en eau des esters augmente lors de la première période de prélèvement puis diminue progressivement. L'augmentation de la teneur en eau correspond au phénomène de séchage de la cellulose par l'ester [111]. En effet, un équilibre en humidité s'établit pour le système à la température d'essai qui a pour influence d'augmenter la solubilité de l'eau dans l'huile. Et la diminution de la valeur de teneur en eau à la fin de l'essai est la conséquence des réactions d'hydrolyse de l'ester qui consomme de l'humidité et produit des acides [111]. Il est intéressant de souligner que ces phénomènes ne sont pas encore observables pour les essais sur 4 jours. En effet, il semblerait que le système ester-cellulose soit encore à la phase de séchage de l'isolation avec une augmentation de la teneur en eau maintenue à la fin de l'essai. Cette observation permet de souligner l'aspect cinétique de l'équilibre en humidité entre l'ester et la cellulose. Ces éléments pourront être confirmés par les mesures d'acidité, dont les valeurs devraient être faibles, synonymes d'une réaction d'hydrolyse provoquant une baisse de la teneur en eau plus modérée que pour les essais sur 125 jours et 28 jours.

Les valeurs de la teneur en eau pour les esters naturels sont, dans la grande majorité des cas, en accord avec la valeur limite pour une huile en service jugée en bonne condition. Pour ce qui est des esters synthétiques, la valeur de la teneur en eau est plus élevée. Cependant, la solubilité de l'eau dans l'ester synthétique est environ deux fois supérieure à celle des esters naturels. Ainsi, la valeur de la teneur en eau pour les esters synthétiques semble être acceptable. Ces observations sont à confirmer avec les essais de tension de claquage.

b. Tension de claquage

L'évolution de la tension de claquage pour l'ensemble des systèmes est présentée Figure 87 pour les essais sur 125 jours, Figure 88 pour les essais sur 28 jours et Figure 89 pour les essais sur 4 jours.

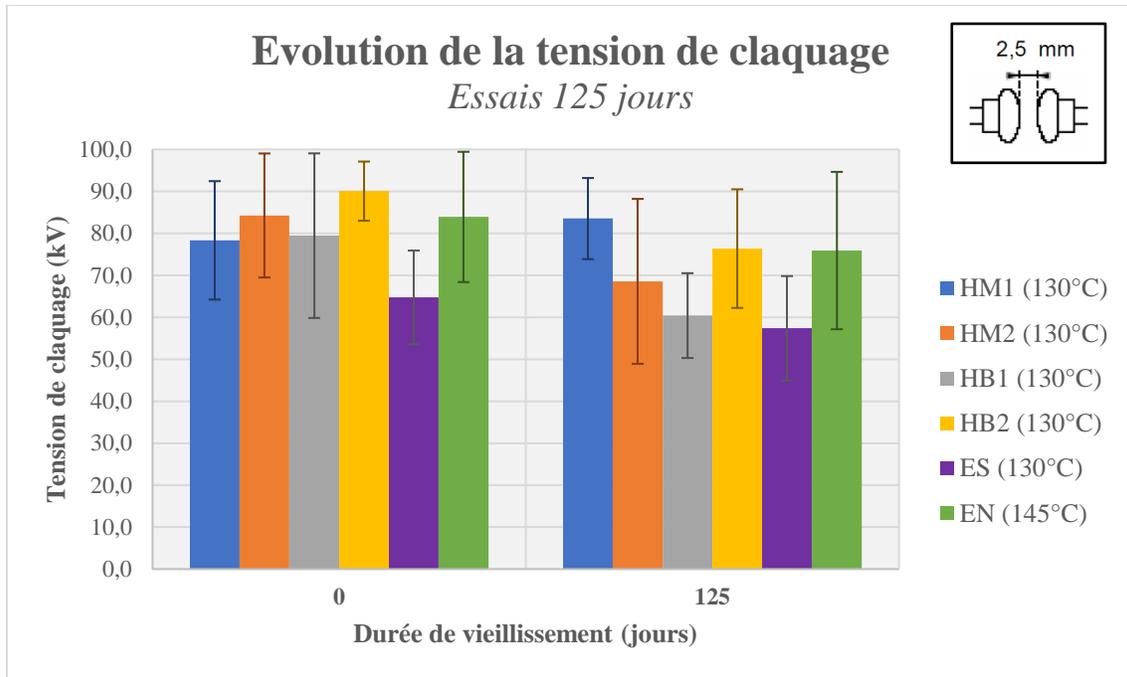


Figure 87 - Evolution de la tension de claquage pour les essais réalisés sur 125 jours

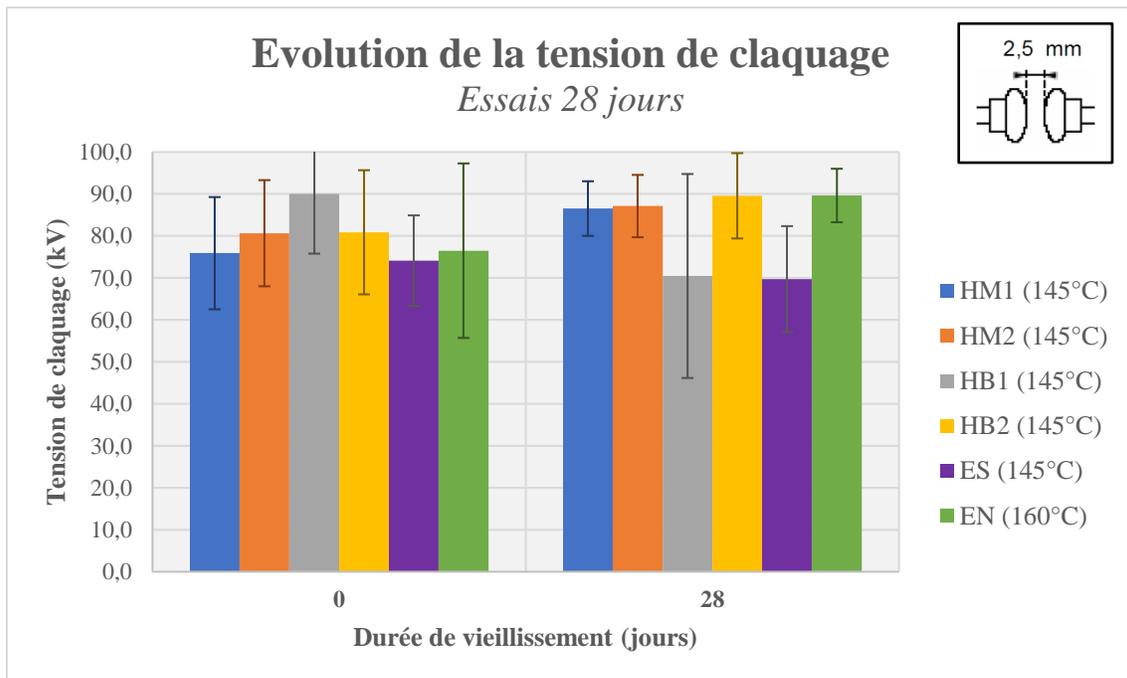


Figure 88 - Evolution de la tension de claquage pour les essais réalisés sur 28 jours

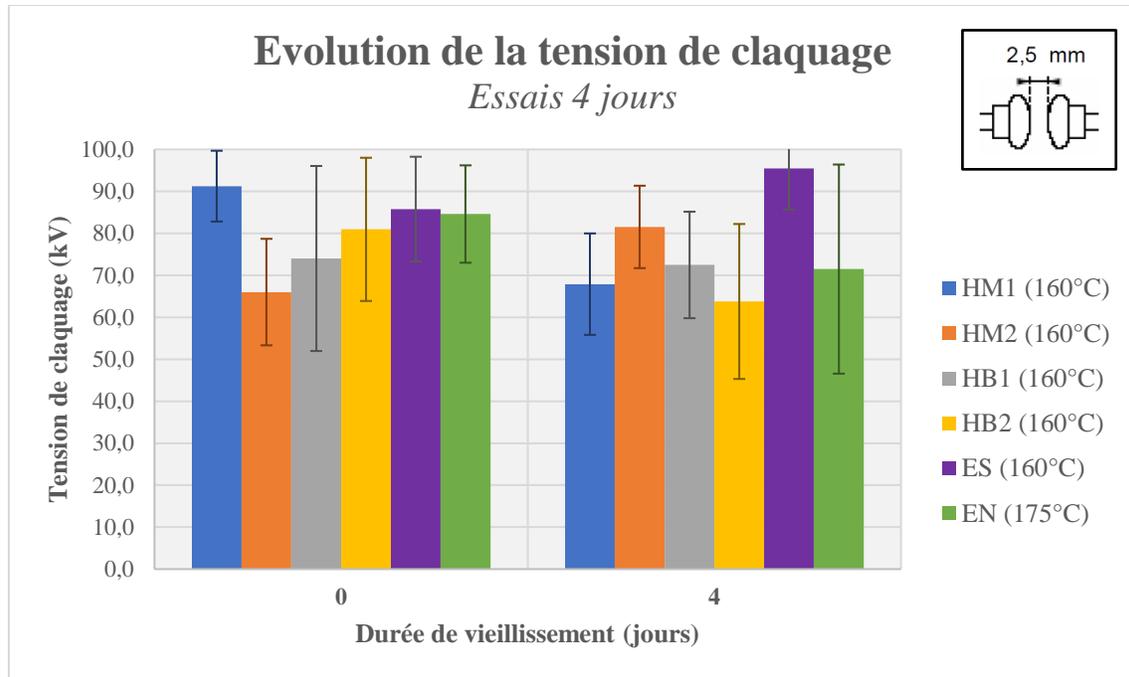


Figure 89 - Evolution de la tension de claquage pour les essais réalisés sur 4 jours

Une première observation concerne la disparité de résultats observée lors des essais. En effet, on peut voir aisément que les incertitudes sont grandes avec une large gamme de valeur autour de la moyenne calculée. Cependant, il s'agit d'une caractéristique connue pour ce genre d'essai, et cela est pris en compte dans la méthode de mesure qui consiste en une moyenne de six mesures avec calcul de la déviation standard.

Il n'y a pas de tendance de variation claire entre les huiles avant et après essai. Si on considère l'intervalle d'incertitude de mesure, les tensions de claquage avant et après essai sont comparables et correspondent à des valeurs qui sont jugées comme « satisfaisantes » pour des huiles isolantes en service dont le critère est de maintenir une tension de claquage supérieure à 60kV. Ces observations confirment les hypothèses formulées à partir des mesures de teneur en eau, à savoir que l'huile n'a pas été véritablement dégradée lors de l'essai. Ces résultats confirment également que les plus fortes teneurs en eau mesurées pour les esters synthétiques et naturels n'ont pas d'impact sur la tenue diélectrique des liquides ; ceci est dû à la plus grande solubilité de l'humidité dans ces liquides. En effet, la solubilité étant plus grande, la saturation relative des esters reste dans des proportions comparables à celle des huiles minérales, et donc la valeur de tension de claquage reste élevée [111].

c. Facteur de dissipation diélectrique

L'évolution du facteur de dissipation diélectrique pour les systèmes huiles minérales (HM1 et HM2) ainsi que pour les hydrocarbures biodégradables (HB1 et HB2) est présentée Figure 90 pour les essais sur 125 jours, Figure 91 pour les essais sur 28 jours et Figure 92 pour les essais sur 4 jours.

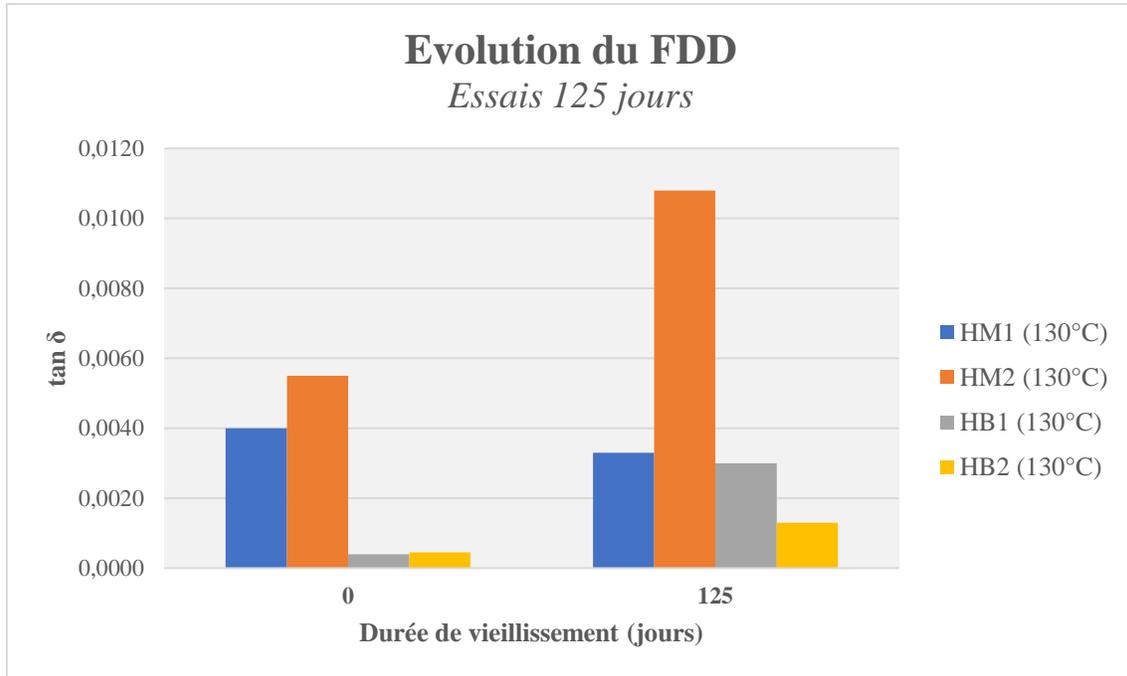


Figure 90 - Evolution du facteur de dissipation diélectrique des huiles minérales et des hydrocarbures biodégradables pour les essais réalisés sur 125 jours

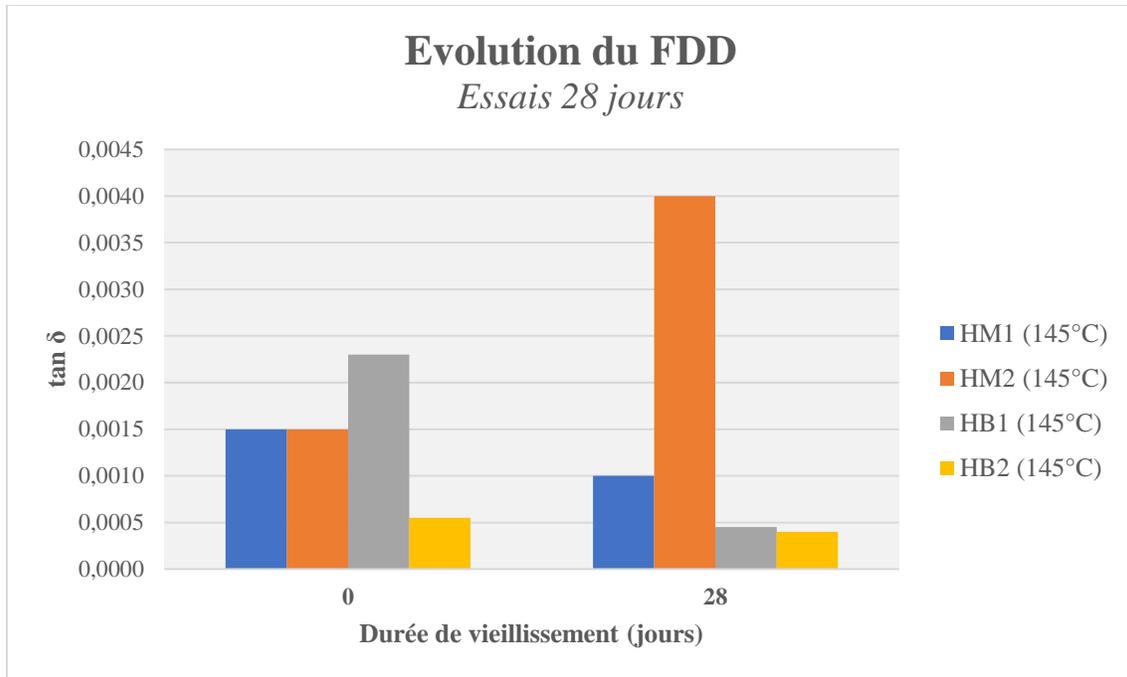


Figure 91 - Evolution du facteur de dissipation diélectrique des huiles minérales et des hydrocarbures biodégradables pour les essais réalisés sur 28 jours

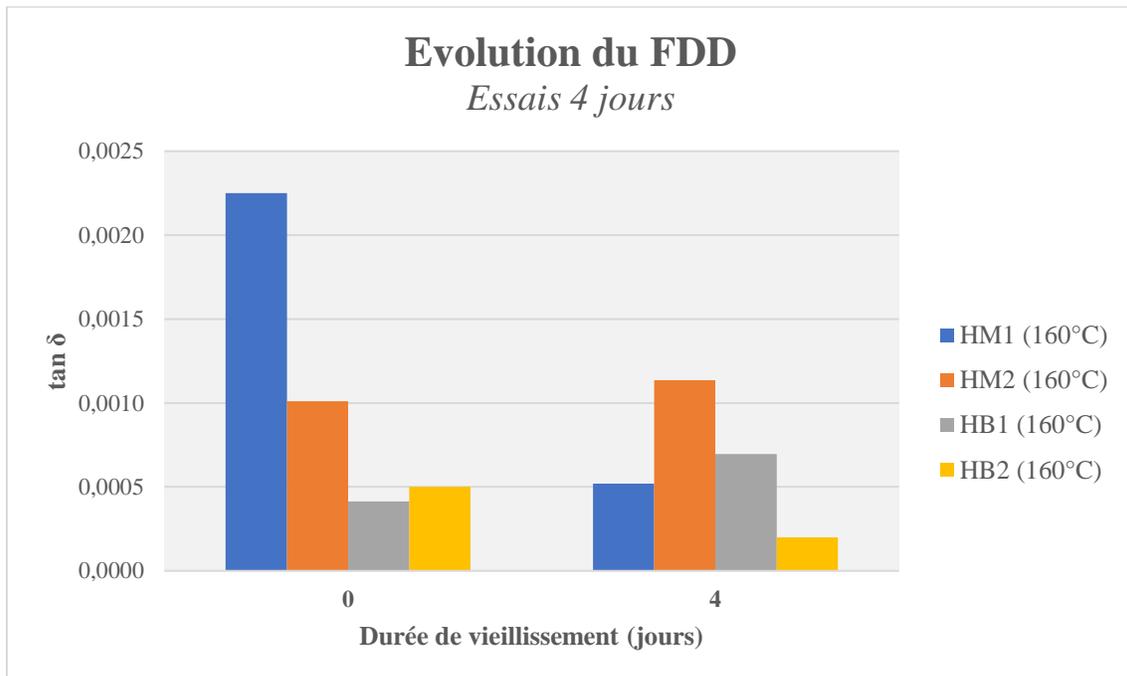


Figure 92 - Evolution du facteur de dissipation diélectrique des huiles minérales et des hydrocarbures biodégradables pour les essais réalisés sur 4 jours

L'évolution du facteur de dissipation diélectrique est relativement stable sans tendance de variation claire. Les valeurs obtenues sont en accord avec la valeur limite de 0,010 donnée pour une huile minérale en service en bonne conditions d'après la norme CEI 60422 [18]. Seule la dernière valeur mesurée pour l'huile HM2 à 125 jours est légèrement supérieure à la valeur limite. Ainsi, ces résultats suggèrent qu'il n'y a pas de contamination majeure du liquide pour les différents systèmes huiles minérales et les hydrocarbures biodégradables lors des essais de vieillissement. Ces observations confortent les résultats obtenus avec la teneur en eau et la tension de claquage indiquant une faible dégradation de l'huile pour l'ensemble des essais.

L'évolution du facteur de dissipation diélectrique pour les systèmes esters (ES & EN) est donnée Figure 93 pour les essais à 125 jours, Figure 94 pour les essais à 28 jours et Figure 95 pour les essais à 4 jours.

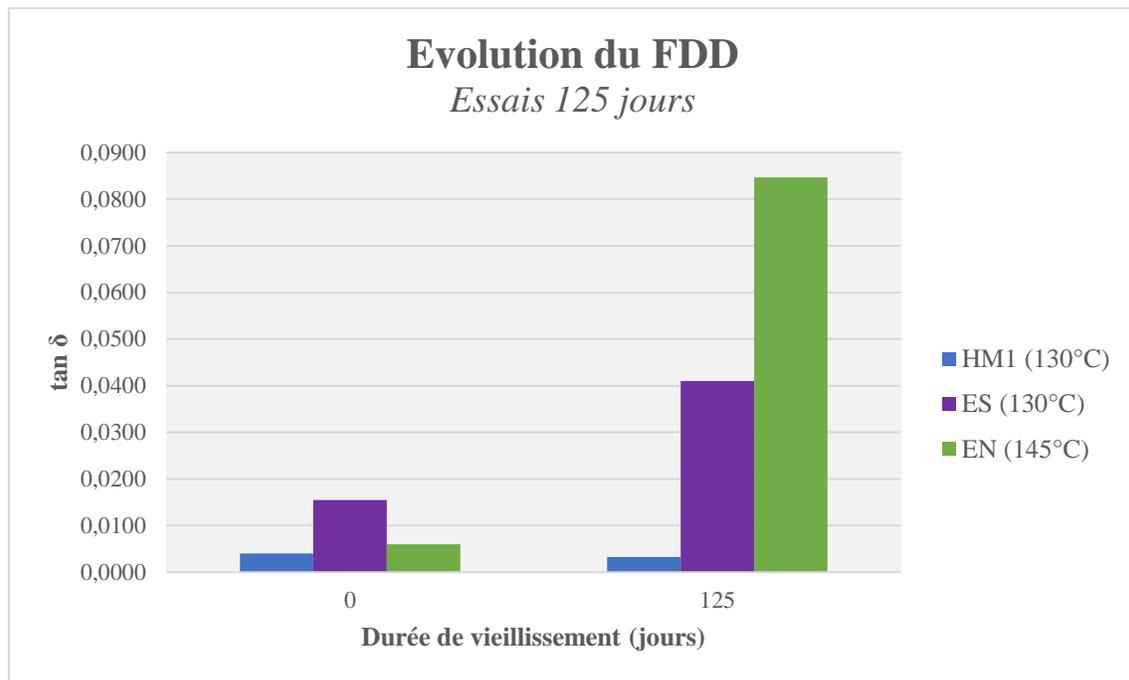


Figure 93 - Evolution du facteur de dissipation diélectrique des esters pour les essais réalisés sur 125 jours

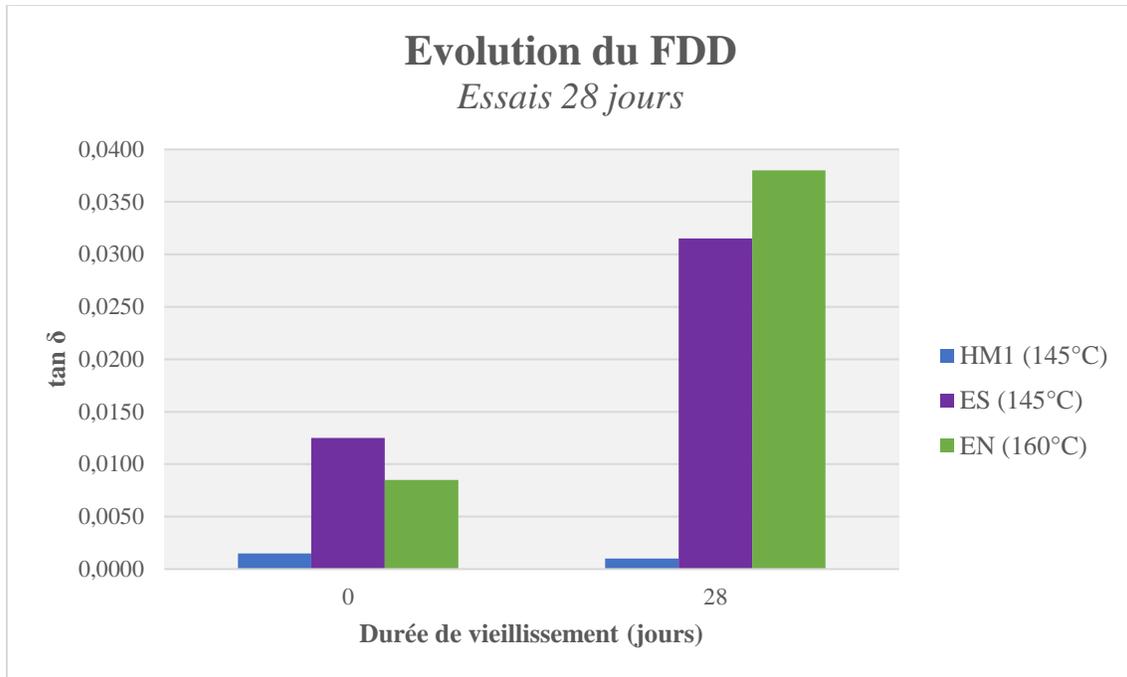


Figure 94 - Evolution du facteur de dissipation diélectrique des esters pour les essais réalisés sur 28 jours

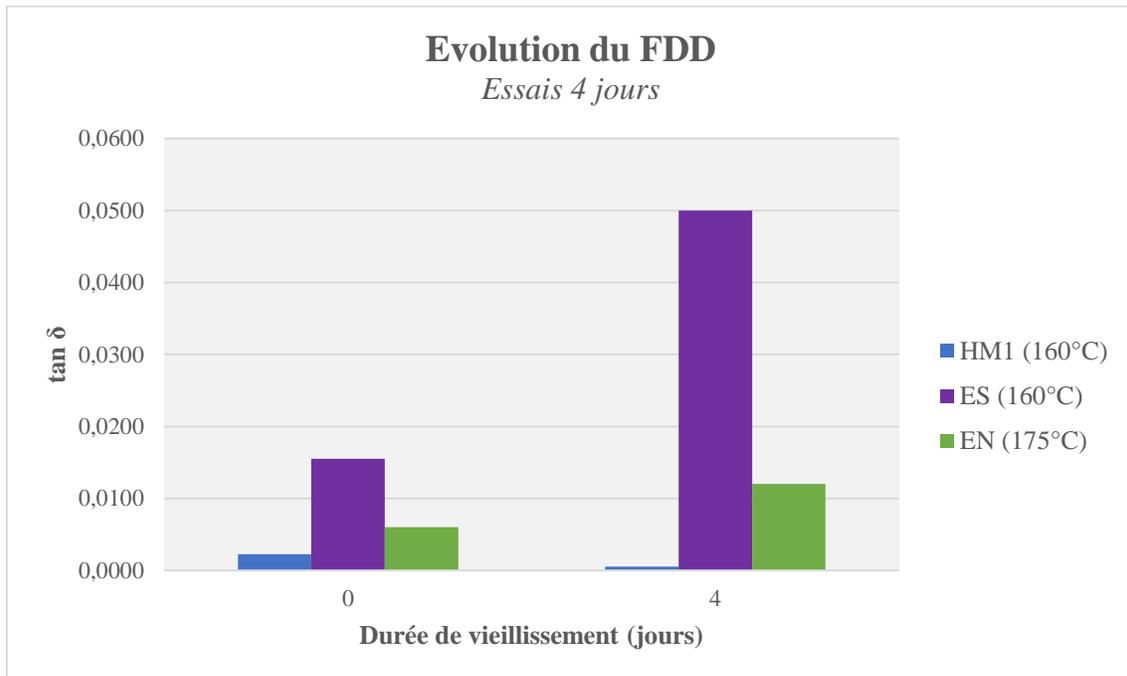


Figure 95 - Evolution du facteur de dissipation diélectrique des esters pour les essais réalisés sur 4 jours

En comparaison avec le système de référence HM1, les systèmes esters présentent un facteur de dissipation diélectrique plus élevé et ce même avant essai à $t=0$. Ceci s'explique par la structure chimique des esters qui est différente de celle des huiles minérales. En effet, la présence de

groupements esters induit une plus grande polarisation des molécules qui constituent les huiles esters, ayant pour conséquence une valeur plus élevée de facteur de dissipation diélectrique.

Après essais, une augmentation du facteur de dissipation diélectrique est observée pour l'ensemble des essais réalisés sur les systèmes esters. Cette augmentation est très probablement due à la génération d'acides par hydrolyse des esters. Il est intéressant de souligner que le facteur de dissipation varie plus fortement pour les essais sur 125 jours que pour les essais sur 28 jours, eux-mêmes présentant une variation plus forte que les essais sur 4 jours. Ainsi, si les résultats des mesures d'acidité venaient à montrer une variation similaire, cela confirmerait la contribution des acides à la valeur du facteur de dissipation diélectrique comme établi dans les travaux de S. Abdi et al [112].

d. Acidité

L'évolution de l'acidité pour les systèmes huiles minérales (HM1 et HM2) ainsi que les hydrocarbures biodégradables (HB1 et HB2) est présentée Figure 96 pour les essais sur 125 jours, Figure 97 pour les essais sur 28 jours et Figure 98 pour les essais sur 4 jours.

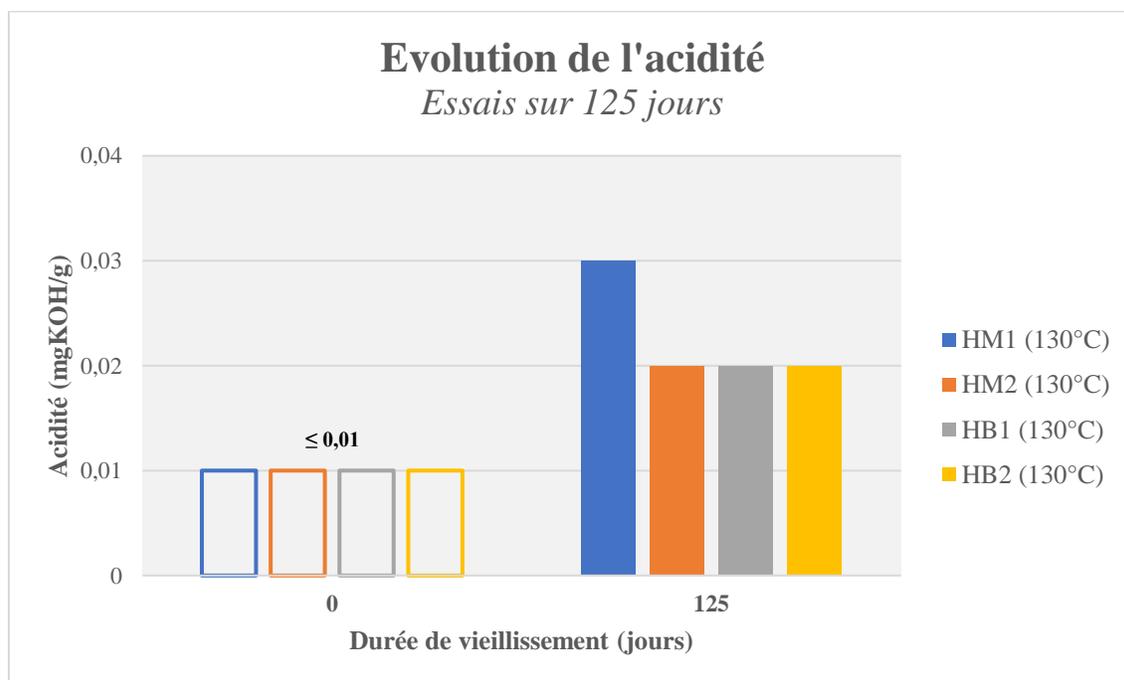


Figure 96 - Evolution de l'acidité des huiles minérales et des hydrocarbures biodégradables pour les essais réalisés sur 125 jours

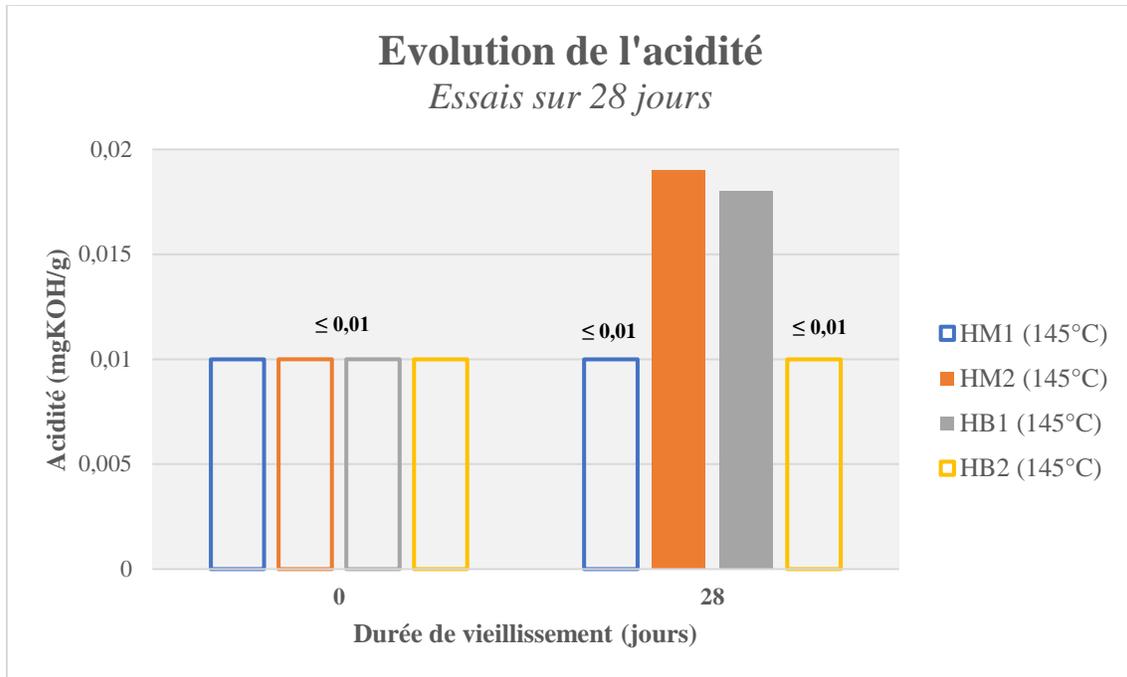


Figure 97 - Evolution de l'acidité des huiles minérales et des hydrocarbures biodégradables pour les essais réalisés sur 28 jours

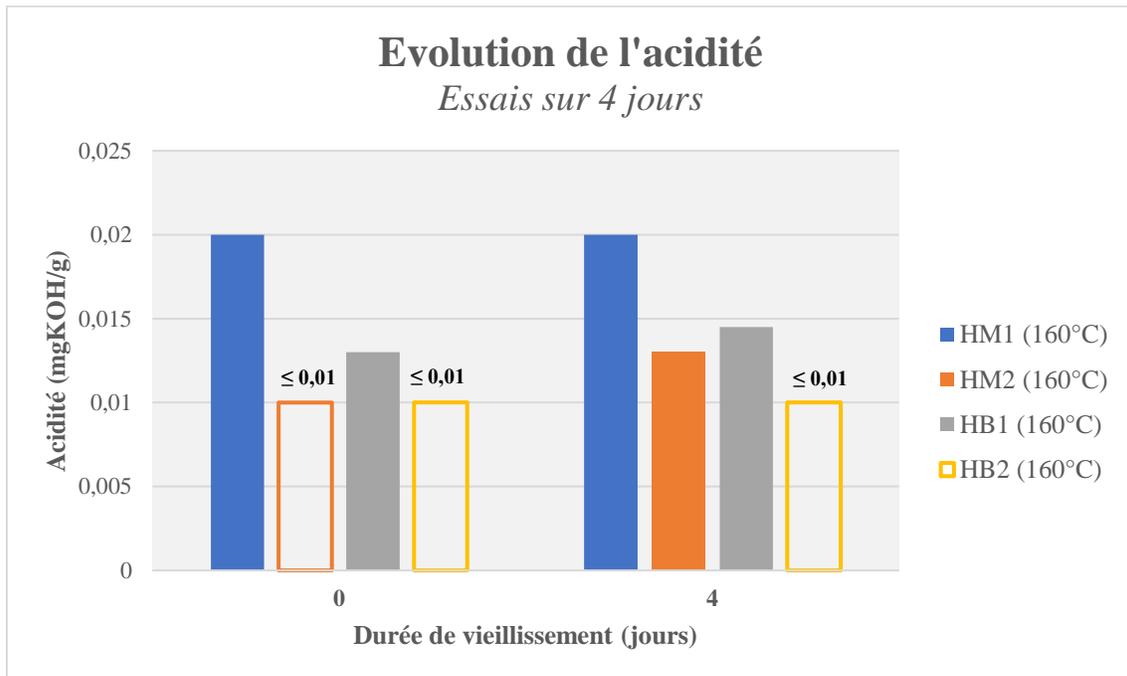


Figure 98 - Evolution de l'acidité des huiles minérales et des hydrocarbures biodégradables pour les essais réalisés sur 4 jours

Une augmentation claire de l'acidité est observée après vieillissement pour les essais réalisés sur 125 jours. Les valeurs obtenues sont toutefois faibles et bien inférieures à la valeur limite de 0,10 mgKOH/g donnée par la norme CEI 60422 [18] pour une huile minérale en service en bonne condition. Pour les autres essais aucune variation claire n'est observée et l'ensemble des valeurs mesurées sont très inférieures à la valeur limite d'une huile en bonne condition également. Ces observations vont dans le sens de phénomènes d'oxydation très limités du fait des conditions d'essai en milieu scellé sous vide limitant l'accès à l'oxygène et en présence de cuivre émaillé inhibant la catalyse de cette réaction par le cuivre.

L'évolution de l'acidité pour les systèmes esters (ES & EN) est donnée Figure 99 pour les essais à 125 jours, Figure 100 pour les essais à 28 jours et Figure 101 pour les essais à 4 jours.

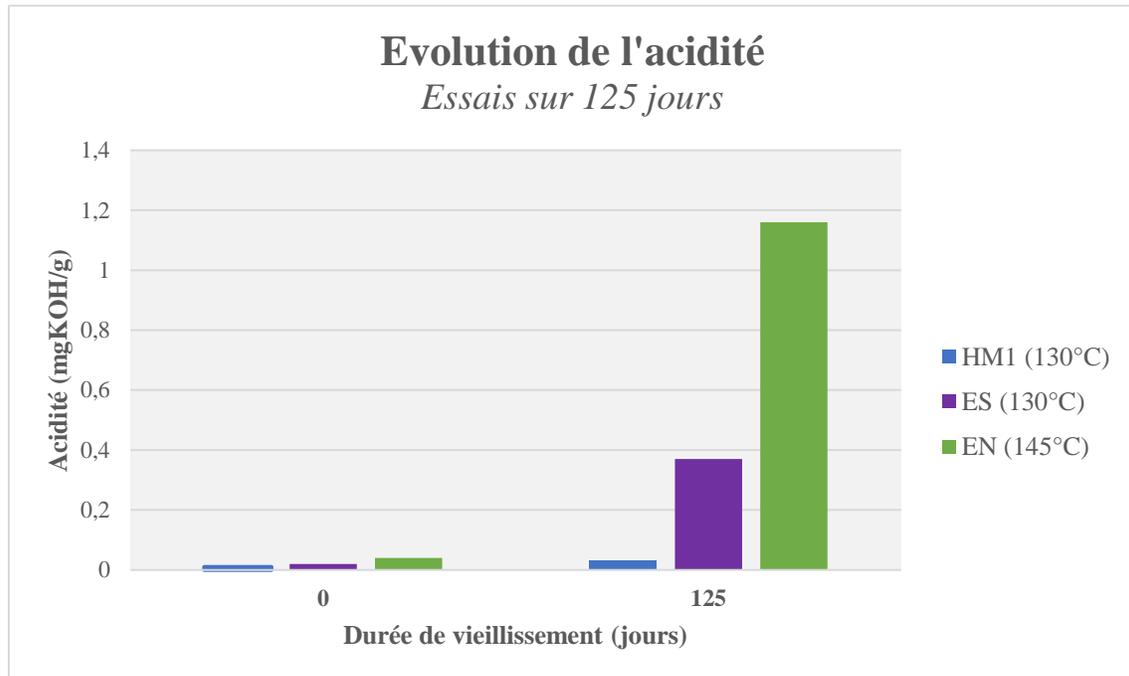


Figure 99 - Evolution de l'acidité des esters pour les essais réalisés sur 125 jours

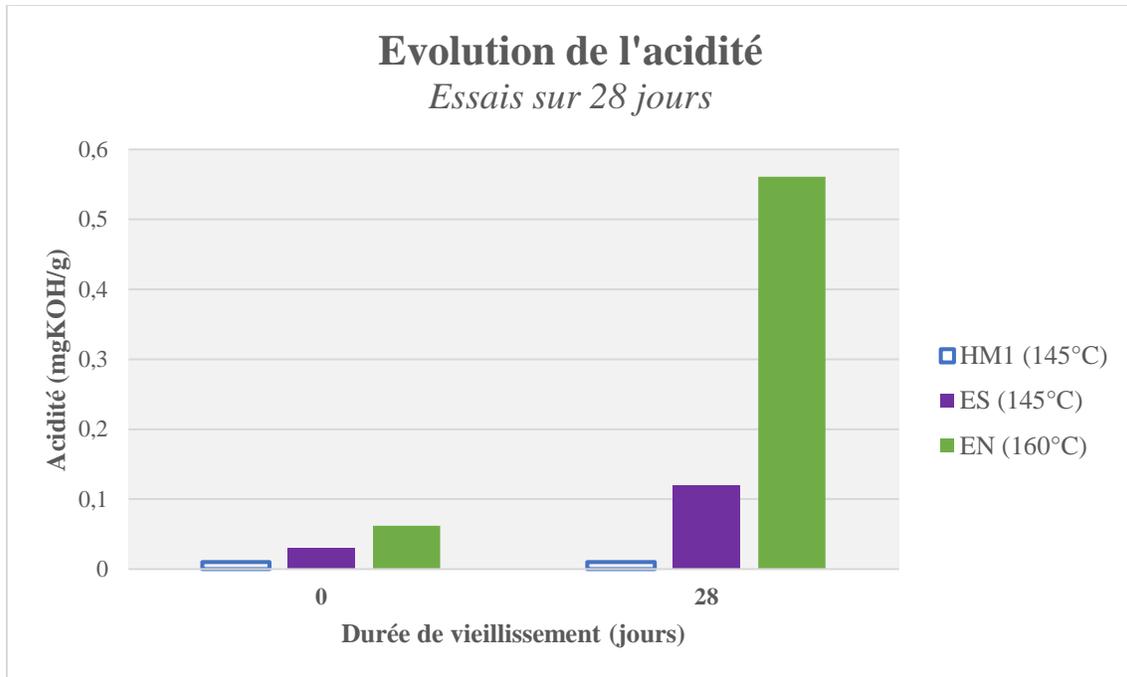


Figure 100 - Evolution de l'acidité des esters pour les essais réalisés sur 28 jours

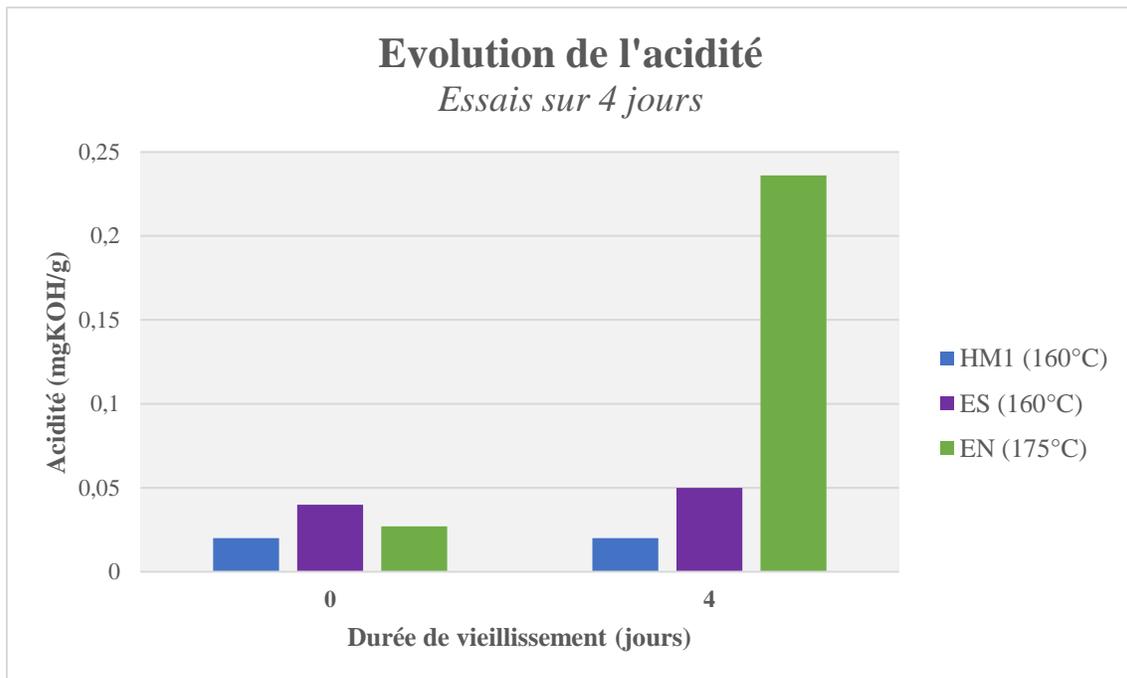


Figure 101 - Evolution de l'acidité des esters pour les essais réalisés sur 4 jours

En comparaison avec le système de référence HM1, les systèmes esters présentent un facteur de dissipation diélectrique plus élevé et ce même avant essai à $t=0$. Cela s'explique de nouveau par la structure chimique des esters.

Pour l'ensemble des essais réalisés, il y a une augmentation de l'acidité après l'essai de vieillissement. Cette observation confirme le phénomène d'hydrolyse de l'ester par action de l'humidité. Il est également à noter qu'une acidité plus élevée est mesurée pour les essais sur 125 jours en comparaison avec les essais sur 28 jours, eux-mêmes présentant une valeur d'acidité plus forte que pour les essais sur 4 jours. Plusieurs éléments sont à souligner du fait de ces observations :

- L'augmentation de l'acidité est cohérente avec les mesures de teneur en eau après essai qui sont plus faibles ; elle est expliquée par la réaction d'hydrolyse, à savoir la réaction de l'ester avec l'eau pour former des acides. Également, la valeur plus faible de l'acidité observée pour les essais sur 4 jours est cohérente avec la mesure de la teneur en eau qui n'avait pas diminuée après essai.
- L'augmentation de l'acidité est cohérente avec une augmentation du facteur de dissipation diélectrique, qui suit exactement le même sens de variation, à savoir une augmentation plus prononcée pour les essais sur 125 jours suivis des essais à 28 jours et enfin des essais sur 4 jours.

Il est également important de souligner ici que les valeurs importantes d'acidité mesurées pour les esters n'ont pas d'impact, ni sur la dégradation de l'huile, ni sur la dégradation du papier. Cela s'explique par le fait que les acides formés par l'hydrolyse des esters sont des acides à chaînes longues, qui ne contribuent pas au vieillissement de l'isolation à la différence des acides à chaînes courtes formés par oxydation.

e. Analyse des gaz dissous : CH₄, C₂H₄ et C₂H₆

Les évolutions des concentrations en méthane (CH₄), en éthylène (C₂H₄) et en éthane (C₂H₆) ont été mesurées pour les différents essais réalisés sur 125 et 28 jours. Les résultats des essais sur 4 jours à 160°C et 175°C ne seront pas présentés ici car ils n'apportent pas d'éléments utiles à l'étude, la dégradation étant modérée et la période de vieillissement faible.

Les concentrations en CH₄, C₂H₄ et C₂H₆ après essai pour les systèmes à 125 jours de vieillissement sont données Figure 102 pour les systèmes HM1, HM2, HB1, HB2, ES et Figure 103 pour le système EN.

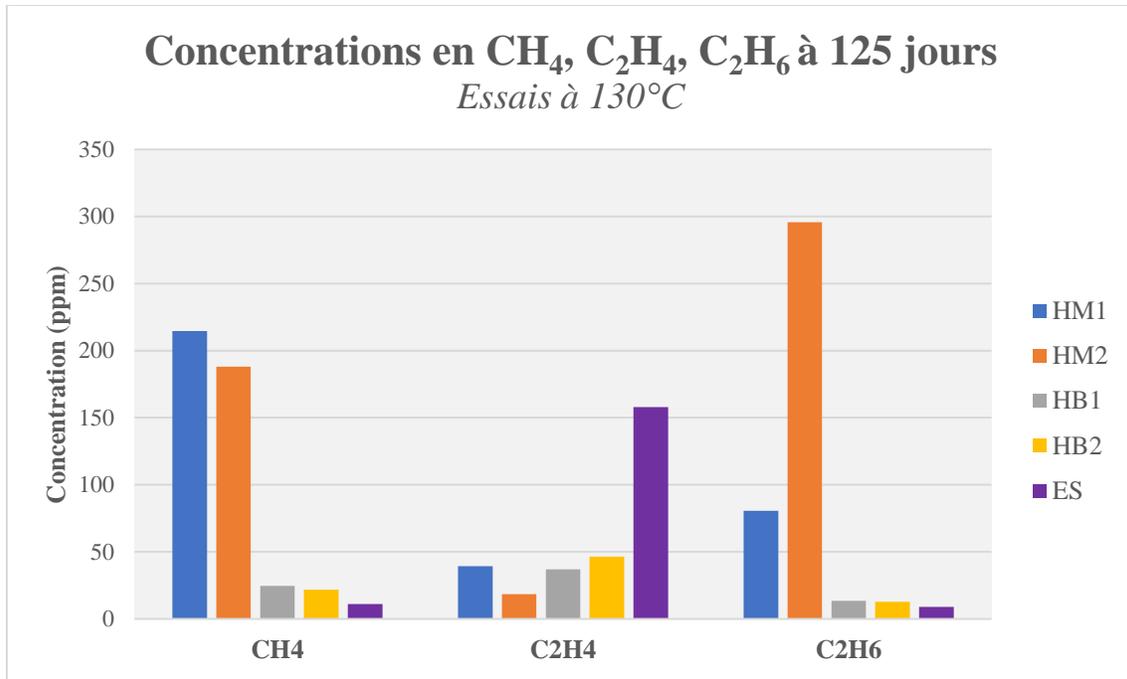


Figure 102 - Concentrations en CH₄, C₂H₄ et C₂H₆ des huiles minérales et des hydrocarbures biodégradables vieillis pendant 125 jours

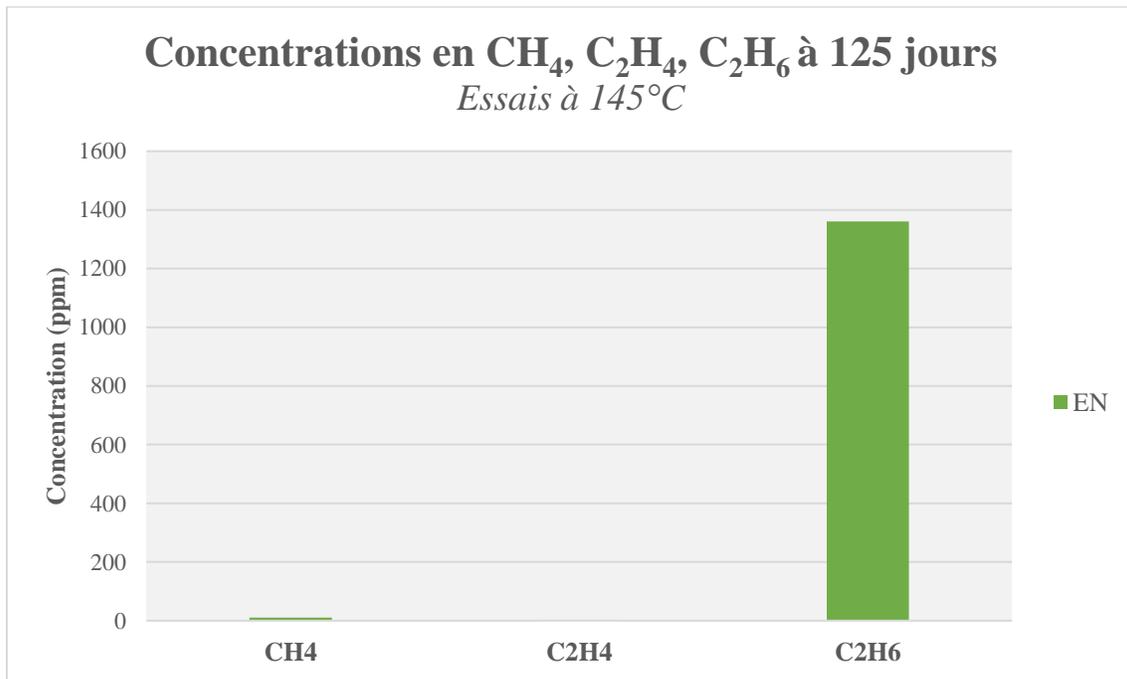


Figure 103 - Concentrations en CH₄, C₂H₄ et C₂H₆ des esters vieillis pendant 125 jours

Les concentrations en CH_4 , C_2H_4 et C_2H_6 après essai pour les systèmes à 28 jours de vieillissement sont présentées Figure 104 pour les systèmes HM1, HM2, HB1, HB2, ES et Figure 105 pour le système EN.

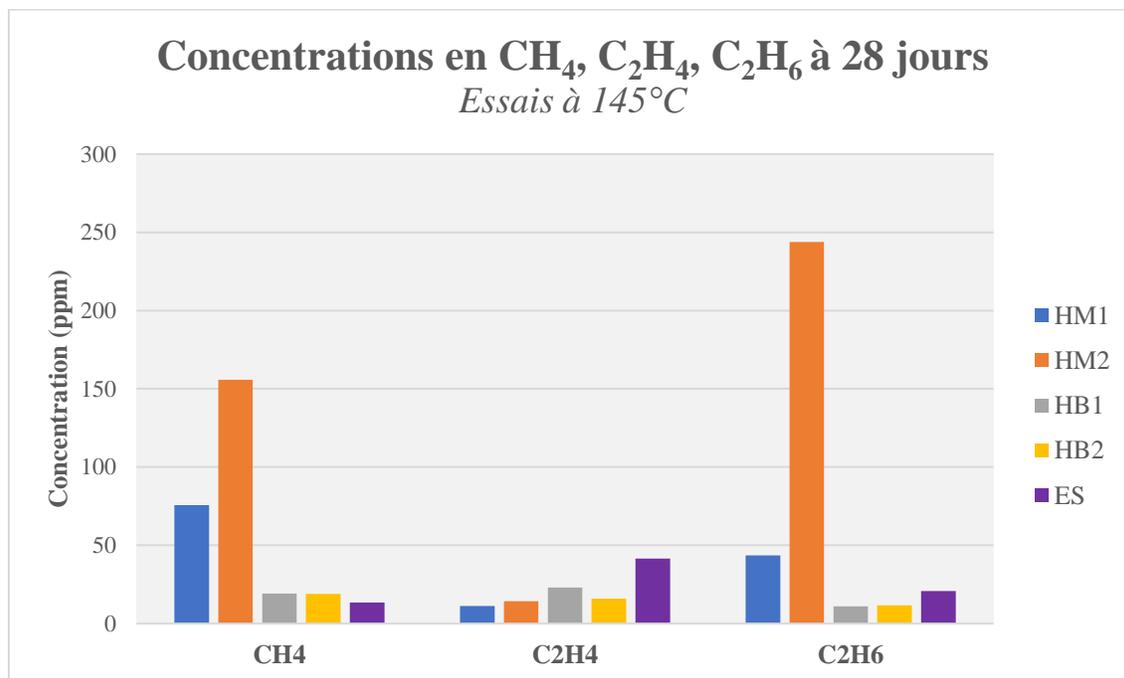


Figure 104 - Concentrations en CH_4 , C_2H_4 et C_2H_6 des huiles minérales et des hydrocarbures biodégradables vieillis pendant 28 jours

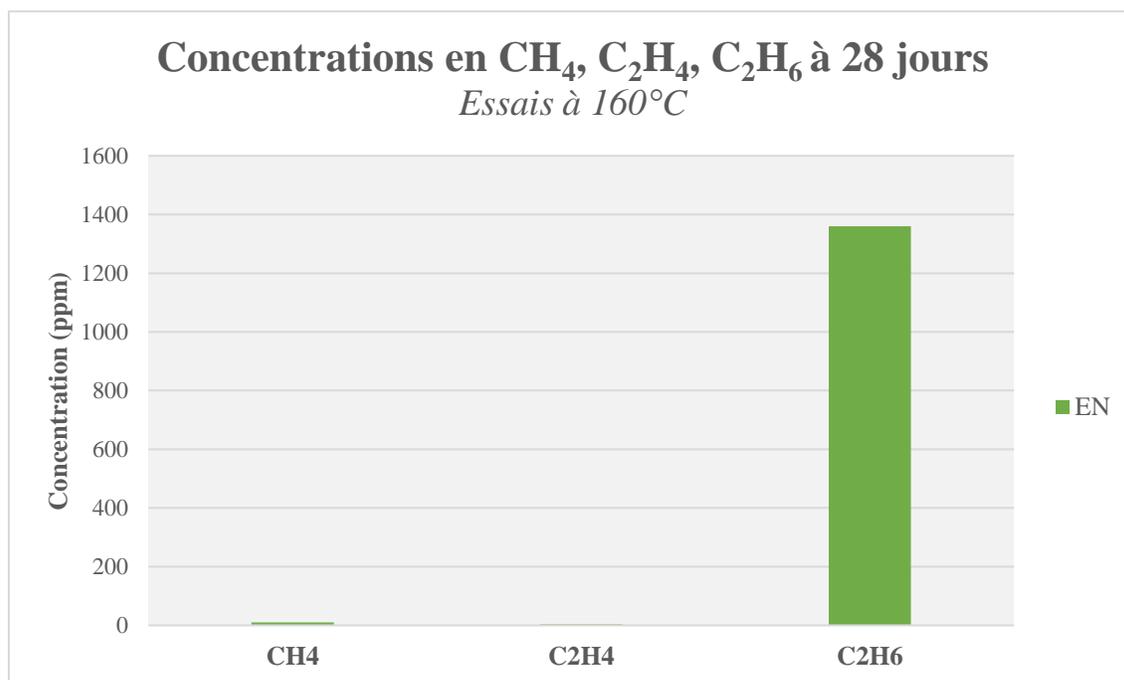


Figure 105 - Concentrations en CH_4 , C_2H_4 et C_2H_6 des esters vieillis pendant 28 jours

Les essais de vieillissement thermique ont conduit pour l'ensemble des configurations testées à la formation de méthane, d'éthane et d'éthylène, ce qui est cohérent avec une dégradation thermique de l'huile. La distribution des gaz formés dépend du type d'huile.

Afin de mieux apprécier les répartitions relatives des différents gaz pour l'ensemble des systèmes, les mêmes graphiques ont été représentés en pourcentage relatif par rapport aux trois gaz méthane, éthane et éthylène. Ces proportions sont illustrées Figure 106 pour les essais sur 125 jours et Figure 107 pour les essais sur 28 jours.

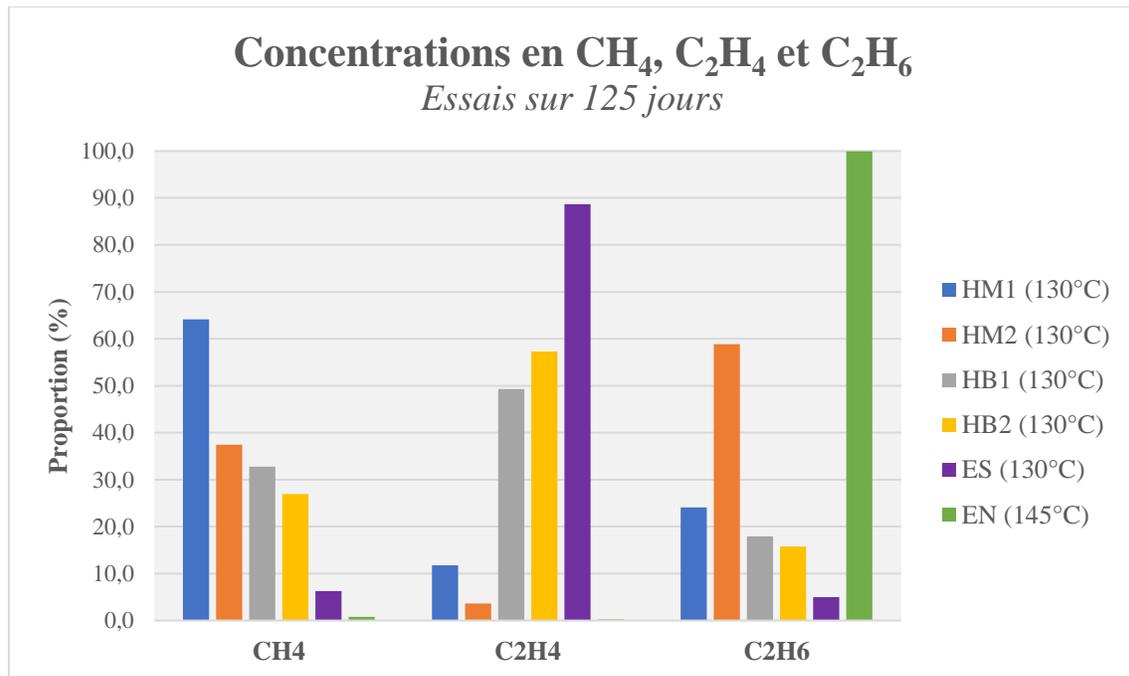


Figure 106 - Proportions en CH₄, C₂H₄ et C₂H₆ pour les essais sur 125 jours

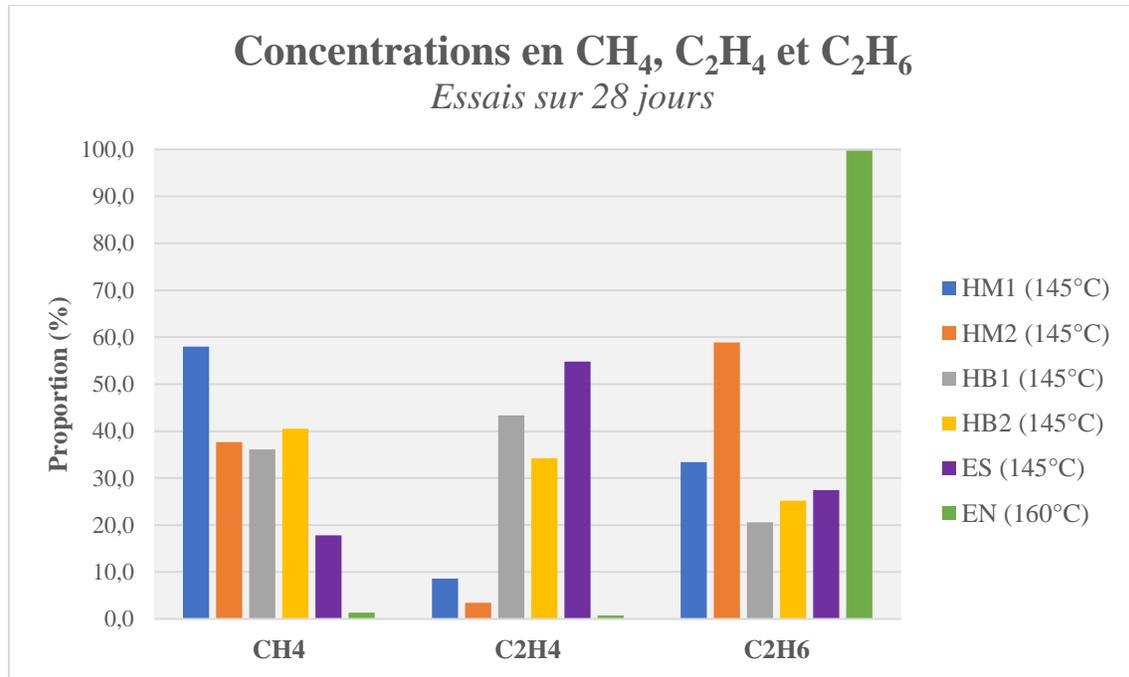


Figure 107 - Proportions en CH₄, C₂H₄ et C₂H₆ pour les essais sur 28 jours

Il apparait très clairement que les proportions en gaz formés dépendent du type d'huile et suivent une répartition similaire aux deux températures testées pour chaque système :

- L'huile HM1 forme majoritairement du CH₄
- L'huile HM2 forme majoritairement du C₂H₆ ainsi qu'une forte quantité de CH₄
- Les huiles HB1 et HB2 forment peu de gaz et dans des quantités comparables pour chacun d'entre eux
- L'huile ES forme majoritairement du C₂H₄
- L'huile EN forme très majoritairement du C₂H₆

Les résultats obtenus pour les systèmes HM1 et HM2 est en accord avec les travaux réalisés par M. Duval et al. [113] traitant du stray gassing des huiles minérales inhibée et non inhibée.

Et les résultats pour les esters sont en accord avec les travaux réalisés par I. Atanasova-Höhlein [114] sur des cas de stray gassing dans les liquides isolants, montrant clairement la formation de C₂H₄ par l'ester synthétique, et la formation de C₂H₆ pour l'ester naturel.

Les plus grandes quantités d'éthane formées par l'ester naturel et l'huile minérale non inhibée s'expliquent par le phénomène d'oxydation qui, bien que limité dans le cadre des conditions expérimentales établies (système scellé et utilisation de cuivre émaillé), peut se produire du fait de la présence d'oxygène dans l'huile initialement et de la température d'essai. La formation d'éthane suite à l'oxydation et la mise en température des acides formés par l'ester naturel est illustré dans la Figure 108 comme indiqué dans la norme IEEE C57.155 [10].

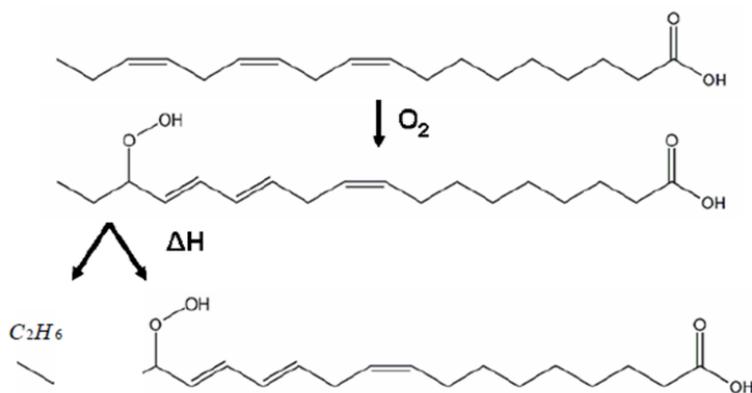


Figure 108 - Formation d'éthane à partir de l'oxydation et de la mise en température d'acides gras

Il est par ailleurs intéressant de souligner que les hydrocarbures biodégradables testés forment peu de gaz, dans des proportions similaires entre HB1 et HB2, et dans des proportions différentes des autres liquides testés.

3.3.4. Synthèse

Les différentes analyses menées sur le papier et sur l'huile décrites précédemment permettent d'analyser le comportement des différents systèmes d'isolation sous contrainte thermique.

a. Huiles minérales : HM1 & HM2

➤ Dégradation du papier

Du point de vue de la dégradation de l'isolation papier, les deux systèmes HM1 et HM2 sont équivalents. En effet, les durées de vies calculées aux différentes températures sont globalement similaires.

Les courbes de vieillissement donnent des valeurs d'indice thermique proches de 99-100°C pour ces systèmes en combinaison avec le papier kraft.

Des travaux menés par H. P. Gasser and al. [79] sur le vieillissement de cartons sont arrivés à la même conclusion, à savoir que la présence d'inhibiteur ou non dans l'huile minérale n'a pas d'influence sur le vieillissement du carton, le carton étant, comme le papier, composé majoritairement de cellulose. Ces observations sont également cohérentes avec le fait que la présence d'inhibiteur, qui est la distinction entre une huile minérale inhibée et non inhibée, permet de prévenir le phénomène d'oxydation qui, dans le cas des essais réalisés, est limité.

➤ **Dégradation de l'huile**

Pour ce qui est de la dégradation de l'huile, les deux systèmes HM1 et HM2 ne sont pas fortement dégradés. En effet, l'ensemble des paramètres de routine étudiés, à savoir la tension de claquage, la teneur en eau et le facteur de dissipation diélectrique, ont été mesurés dans des proportions qui sont en accord avec les valeurs limites pour une huile minérale en service, en bonne condition. Et la faible acidité mesurée confirme que le phénomène d'oxydation est très limité dans ces essais.

Pour ce qui est de la formation de gaz dans l'huile, ils sont caractéristiques d'un défaut thermique, ce qui correspond donc aux essais de vieillissement thermique réalisés. Les proportions en gaz formés diffèrent : l'huile minérale inhibée produit majoritairement du méthane alors que l'huile minérale non inhibée produit du méthane et de l'éthane en proportions comparables.

b. Hydrocarbures biodégradables : HB1 & HB2

➤ **Dégradation du papier**

En ce qui concerne le vieillissement du papier, les systèmes HB1 et HB2 présentent globalement un comportement similaire aux huiles minérales de référence. En effet, les durées de vie calculées sont globalement similaires.

Cependant, les essais menés n'ont pas permis d'établir de façon précise les courbes de vieillissement. Ainsi, des essais complémentaires seront nécessaires afin de les établir avec un indice de confiance plus élevé permettant de confirmer les valeurs d'indice thermique de ces liquides en combinaison avec le papier kraft.

➤ Dégradation de l'huile

Pour ce qui est de la dégradation de l'huile, les deux systèmes HB1 et HB2 ne sont pas fortement dégradés. En effet, l'ensemble des paramètres de routine étudiés ont été mesurés dans des proportions correspondant globalement à une huile minérale en service en bonne condition. Et la faible acidité mesurée confirme que le phénomène d'oxydation est très limité dans ces essais.

Pour ce qui des gaz dans l'huile, la formation de méthane, d'éthylène et d'éthane correspond bien aux gaz formés lors d'un défaut thermique. Il est à noter que ces hydrocarbures biodégradables forment des gaz en moindre quantité que les autres systèmes et dans des proportions relatives qui leurs sont propres, à savoir des proportions comparables pour les trois gaz. Cet élément serait à prendre en compte lors de la réalisation de diagnostic avec ce type de liquide.

c. Huiles esters : ES & EN

➤ Dégradation du papier

En ce qui concerne le vieillissement du papier, les systèmes ES et EN présentent une dégradation ralentie du papier en comparaison avec le système de référence à l'huile minérale. Ce comportement est plus marqué pour l'ester naturel que pour l'ester synthétique. Ce ralentissement de la dégradation du papier est expliqué par la meilleure solubilité de l'humidité dans les esters et par la réaction d'hydrolyse des esters qui consomme l'humidité pour produire des acides à longue chaîne. Une autre explication repose sur le phénomène de transestérification de la cellulose qui agirait comme une barrière protectrice envers l'action de l'humidité sur la scission des chaînes de cellulose. Les analyses infrarouges du CHAPITRE 3 : METHODES COMPLEMENTAIRES DE DIAGNOSTIC permettront de discuter ce point.

Les essais réalisés ont permis d'établir la courbe de vieillissement de l'ester naturel en combinaison avec le papier kraft, avec un indice thermique calculé de 120°C qui est de 21°C supérieur à celui de l'huile minérale, ce qui est conforme à la littérature sur le sujet présentée en CHAPITRE 1 : ETAT DE L'ART. En ce qui concerne l'ester synthétique, des essais complémentaires sont à réaliser afin d'établir une courbe de vieillissement avec un meilleur intervalle de confiance.

➤ Dégradation de l'huile

Pour ce qui est de la dégradation de l'huile, les deux systèmes ES et EN ne sont pas fortement dégradés. Les valeurs de tension de claquage mesurées sont conformes à une huile isolante en service en bonne condition et sont comparables à celles obtenues pour le système de référence. Pour ce qui est des autres analyses de routine, la structure chimique différente des esters ainsi des leurs interactions avec l'humidité permettent d'expliquer les valeurs de teneur en eau, de facteur de dissipation diélectrique et d'acidité plus élevées. Ces caractéristiques ne dégradent pas les performances globales du système et engendrent même une diminution de la dégradation du papier. Toutefois, les valeurs plus élevées de facteur de dissipation diélectrique sont un élément important à prendre en compte pour l'utilisation dans les transformateurs de mesure car elles sont supérieures au cahier des charges actuellement imposé pour les huiles minérales.

Pour ce qui est de la formation de gaz, les mêmes gaz caractéristiques d'un échauffement thermique sont formés dans les esters et les huiles minérales. La distinction se fait sur les quantités et les proportions de ces derniers. L'ester synthétique forme majoritairement de l'éthylène et l'ester naturel très majoritairement de l'éthane. Ces éléments sont à prendre en compte pour le diagnostic avec ce type de liquide en service.

4. Etude de l'imprégnation

4.1. Méthodologie

4.1.1. Principe de l'Imprégnation capillaire

Le phénomène d'imprégnation capillaire correspond à l'élévation du liquide isolant dans les cavités du papier par effet capillaire. Ce phénomène est illustré en Figure 109, où le liquide a parcouru une hauteur h dans un capillaire de rayon r . La vitesse d'imprégnation capillaire, correspondant à la hauteur parcourue en fonction du temps, peut être exprimée selon l'équation (4) présentée dans le CHAPITRE 1 : ETAT DE L'ART. L'imprégnation capillaire étant l'un des facteurs importants influant sur l'imprégnation finale de l'isolation papier, l'étude de ce phénomène pour les différents liquides sélectionnés est un élément d'appréciation de la vitesse finale d'imprégnation.

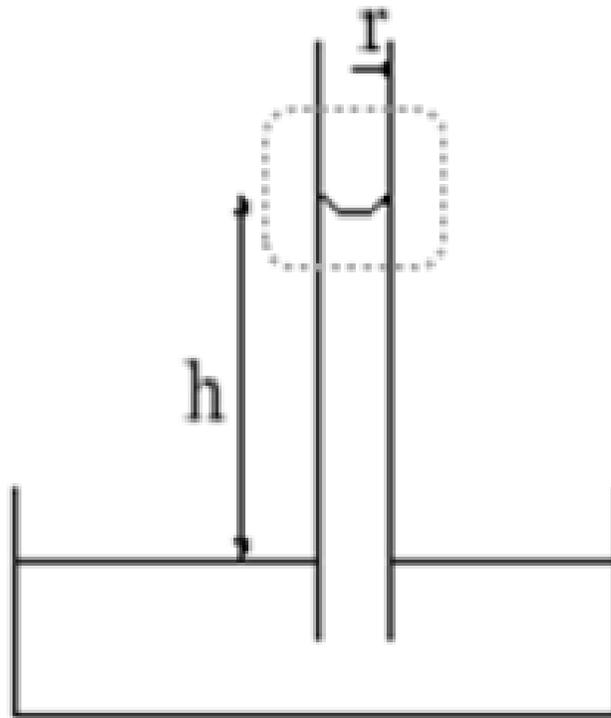


Figure 109 - Illustration de l'effet capillaire [115]

L'étude de l'effet capillaire consiste à tremper des bandelettes de papier dans les différents liquides et à suivre l'évolution de la hauteur du liquide en fonction du temps.

4.1.2. Conditions d'essais et mise en place

L'étude de l'imprégnation capillaire est réalisée à 20°C pour l'ensemble des liquides, ce qui correspond à la température à laquelle l'imprégnation est effectuée en usine sur les transformateurs de mesure.

Les essais sont réalisés sur des bandelettes de papier Kraft de 0,115 mm d'épaisseur, 15 mm de largeur et 300 mm de hauteur. Ces bandelettes sont attachées le long d'une règle graduée afin de faciliter la lecture de la hauteur d'imprégnation. Le tout est ensuite introduit dans un bécher contenant le liquide isolant à étudier (Figure 110). La hauteur de liquide est de 2 cm. La surface du liquide constitue le point de départ considéré pour la mesure de la hauteur d'imprégnation.

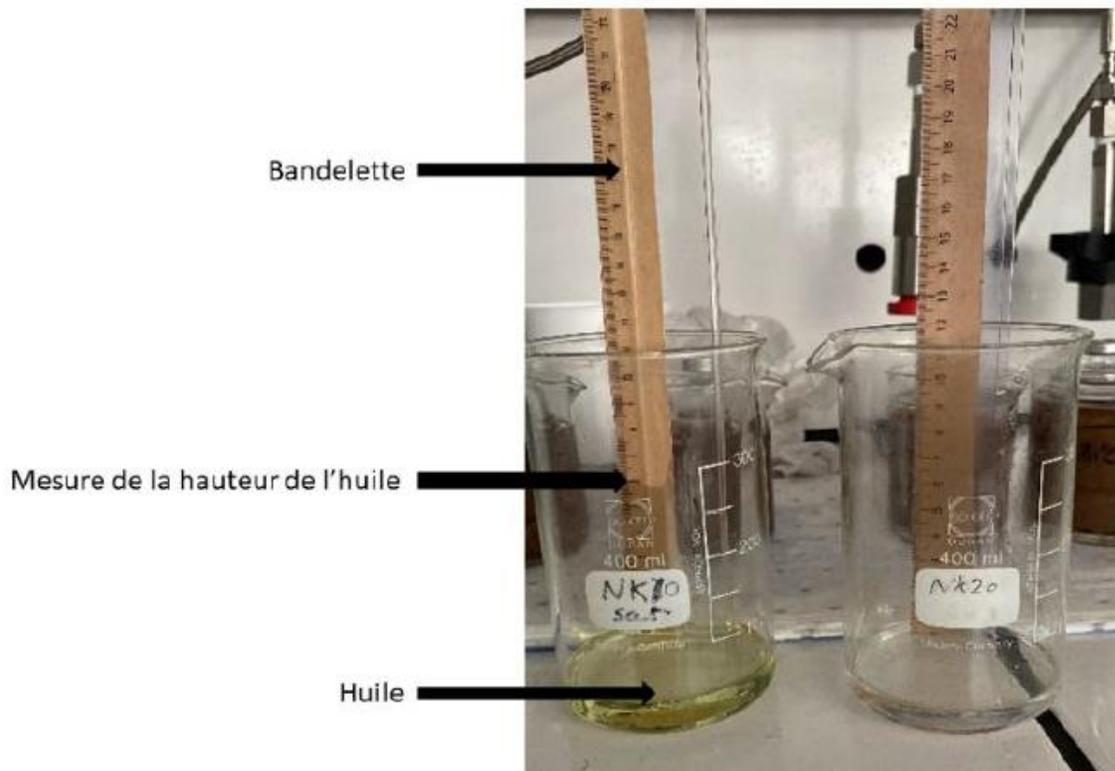


Figure 110 - Essais d'imprégnation capillaire

Après des essais préliminaires, la période de mesure s'étale sur deux heures. La périodicité des mesures a été définie de la façon suivante :

- De 0 à 1500 s : toutes les 60 secondes
- De 1500 à 4500 s : toutes les 300 secondes
- De 4500 à 7200 s : toutes les 600 secondes

4.2. Résultats

4.2.1. Imprégnation capillaire

Les résultats obtenus pour l'étude de la capillarité pour les différents liquides sont présentés en Figure 111 pour le suivi en fonction du temps et Figure 112 pour la linéarisation selon l'équation (6) en fonction de la racine carrée du temps.

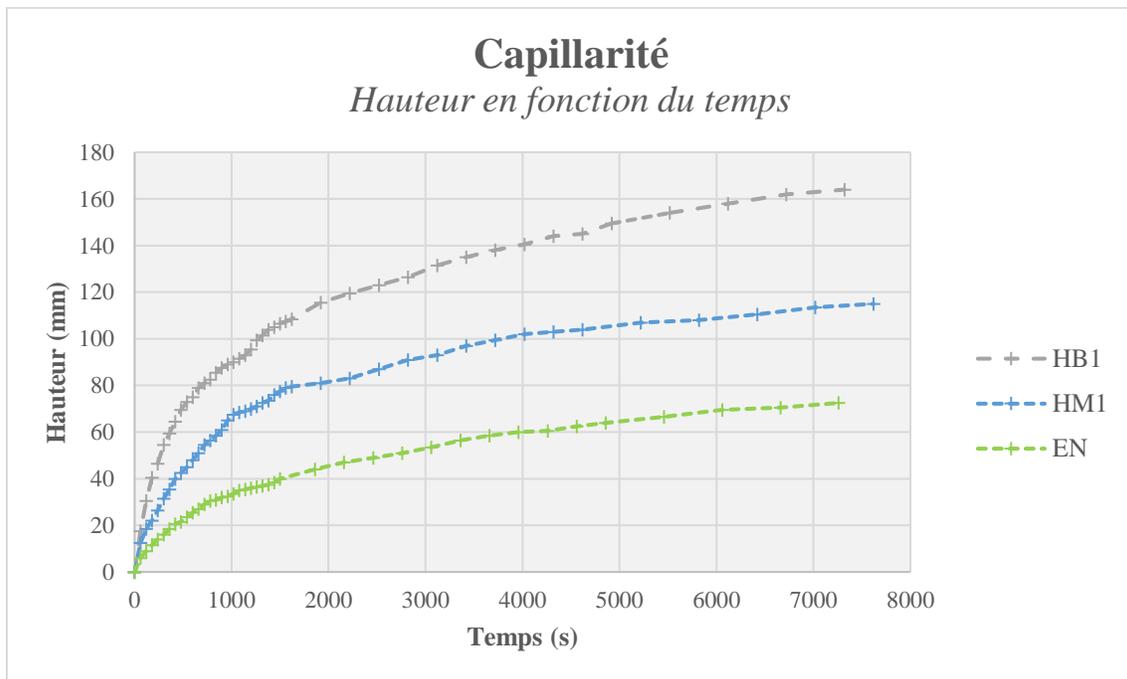


Figure 111 – Etude de l'imprégnation capillaire en fonction du temps

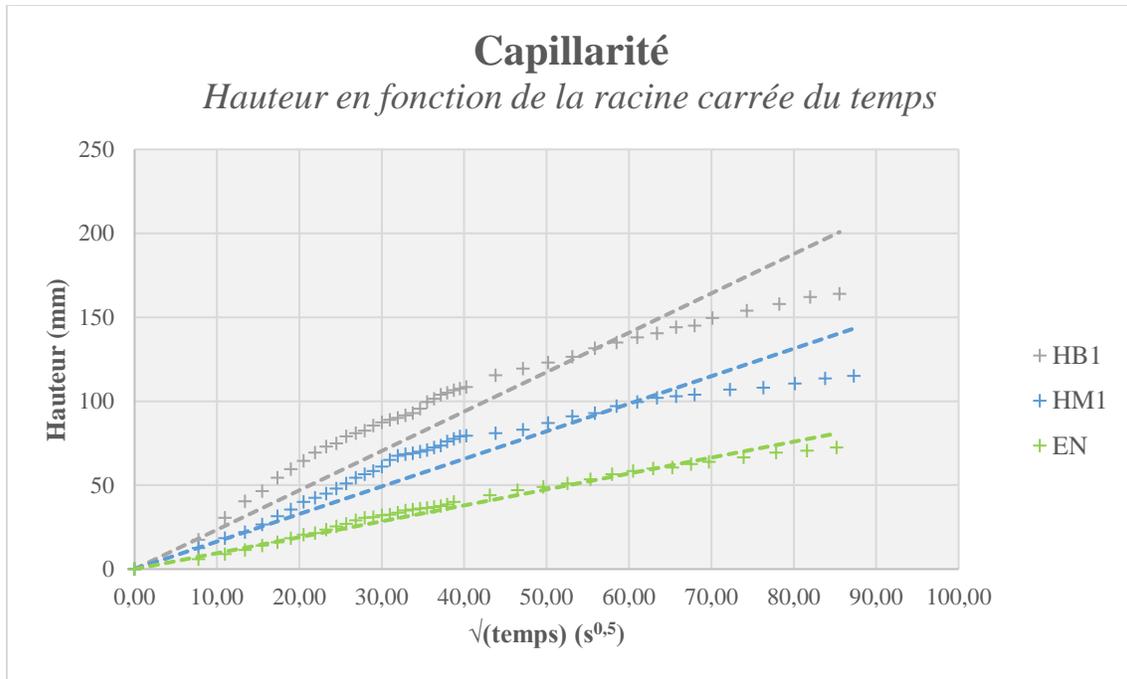


Figure 112 - Etude de l'imprégnation capillaire en fonction de la racine carrée du temps

L'étude de l'imprégnation capillaire en fonction du temps montre que plus la viscosité du liquide est faible, plus l'imprégnation par capillarité est rapide et inversement. Les résultats obtenus à partir de la Figure 112 pour le calcul du coefficient λ sont présentés Tableau 41.

Tableau 41 - Calcul des pentes pour l'étude de l'imprégnation capillaire

Huile	λ (mm.s ²)	R ²
HB1	2,35	0,978
HM1	1,64	0,977
EN	0,95	0,995

Ainsi, il est clairement établi qu'à 20°C, le coefficient λ est plus faible pour l'huile HB1 et plus élevé pour l'huile EN en comparaison à l'huile de référence HM1.

Afin d'estimer la valeur du coefficient λ pour les liquides non testés, selon l'équation (6), la relation suivante a été tracée :

$$\lambda = a * \frac{1}{\sqrt{\eta}} \tag{19}$$

Avec : $a = \sqrt{\frac{rT\cos\theta}{2}}$ selon l'équation (6)

Le résultat obtenu pour le tracé de l'équation (19) à partir des données obtenues des liquides HB1, HM1 et EN est représenté Figure 113.

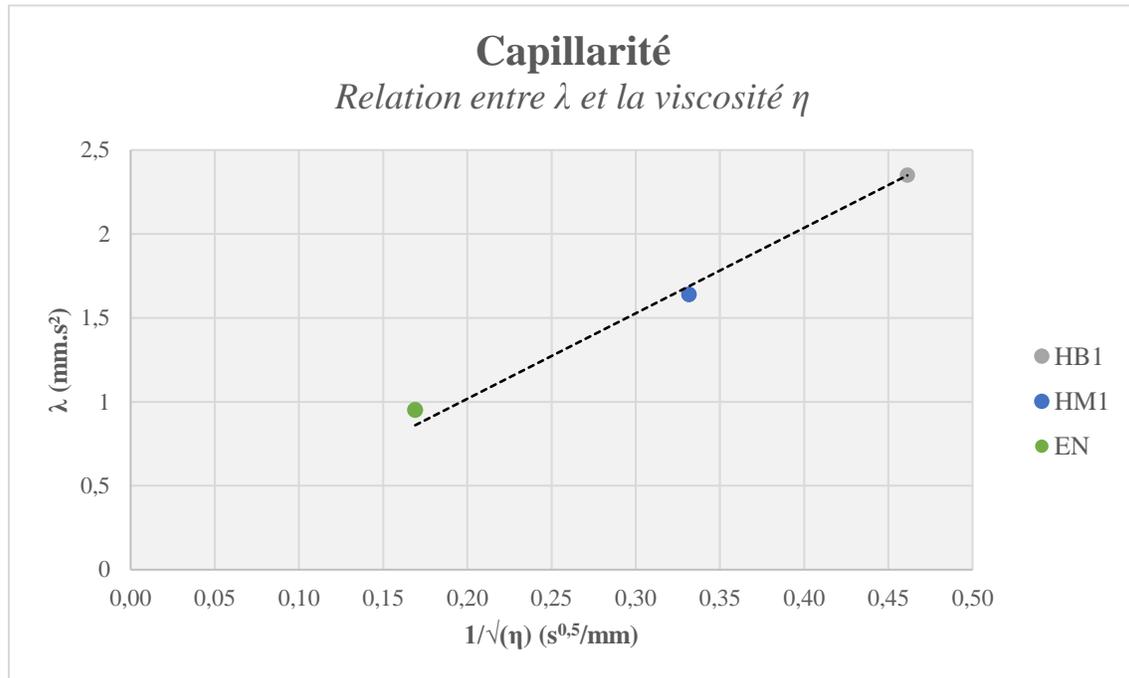


Figure 113 - Relation entre le coefficient et la viscosité des différents liquides testés

La corrélation observée est très forte avec un R² de 0,999. La valeur établie pour le coefficient a de l'équation (19) est de 5,09. Ainsi, les valeurs du coefficient λ ont pu être calculés pour l'ensemble des liquides de l'étude ; les résultats sont compilés Tableau 42.

Tableau 42 - Calcul des coefficients λ pour les différents systèmes

Système	Viscosité (mm ² /s)	λ (mm.s ²)
HM1	9,1	1,69
HM2	10,0	1,61
HB1	4,7	2,35
HB2	7,4	1,87
ES	29,0	0,95
EN	35,0	0,86

Une variation de la valeur du coefficient λ pour les systèmes HM1 et ES est observée entre la valeur calculée et la valeur obtenue lors des essais, avec une différence respectivement de 0,05 et de 0,09. Plus de points de mesures seraient à réaliser afin de déterminer si ces variations ne sont pas simplement d'ordre statistique. Une autre explication pourrait être l'influence des paramètres tension de surface T, angle de contact θ et rayon du capillaire r sur la valeur du coefficient a.

La comparaison des différentes valeurs de λ montre que les esters mettent plus de temps à imprégner et les hydrocarbures biodégradables permettent une imprégnation plus rapide en comparaison avec l'huile minérale.

4.2.2. Discussion

Les essais et calculs réalisés pour la détermination du coefficient λ confirment l'influence de la viscosité sur l'imprégnation, à savoir que plus un liquide est visqueux et plus le temps d'imprégnation sera long et inversement. Cela n'est pas étonnant puisque la viscosité est un paramètre pris en compte dans le calcul du coefficient λ .

L'idée initiale de cette partie du projet était également de vérifier l'impact de la viscosité des liquides sur le temps d'imprégnation du papier, à l'aide de maquettes de papier immergées dans l'huile. Cependant ce travail n'a pas pu être mené à son terme et s'est arrêté à des essais préliminaires en phase d'amélioration.

Toutefois, il serait intéressant de pouvoir réaliser ce type d'essais afin de chercher un lien éventuel entre le temps d'imprégnation et le coefficient λ . En effet, si une telle relation était démontrée pour un design d'appareil donné, cela constituerait un outil très intéressant permettant de pouvoir adapter les conditions d'imprégnation en usine pour tout nouveau liquide à partir de la mesure du coefficient λ à échelle laboratoire.

De plus, des essais de mesure du coefficient λ sur un plus grand nombre d'échantillons avec un panel plus large de liquides permettrait d'affiner la régression linéaire établie. Et si la nouvelle relation établie confirme la relation de proportionnalité entre la viscosité et le coefficient λ avec une faible contribution des autres facteurs (tension de surface, angle de contact, rayon du capillaire), alors une courbe maitresse, permettant une estimation du coefficient λ directement à partir de la valeur de la viscosité sans réaliser de nouveaux essais, pourrait être établie.

5. Conclusion

Les différents essais menés sur la tenue au vieillissement thermique et sur l'imprégnation pour les différents liquides alternatifs amènent aux conclusions suivantes, du point de vue de l'isolation solide :

- L'huile minérale non inhibée HM2 présente en tout point un comportement similaire à celui de l'huile de référence en termes de dégradation de l'isolation papier ainsi que de l'imprégnation.
- L'huile biosourcée HB1 présente un comportement similaire à celui de l'huile de référence en termes de dégradation du papier et sa plus faible viscosité pourrait permettre de réduire le temps d'imprégnation en usine.
- L'huile GTL biodégradable HB2 présente un comportement similaire à celui de l'huile de référence en termes de dégradation du papier et sa viscosité étant comparable à celle de l'huile de référence, aucun impact, positif ou négatif, n'est attendu sur cet aspect.
- L'huile ester synthétique ES présente de meilleures performances en comparaison à l'huile de référence en termes de dégradation du papier et sa viscosité étant plus élevée que celle de l'huile de référence, un impact négatif est attendu sur le temps d'imprégnation en usine si les paramètres actuels sont conservés. Toutefois, une adaptation de la température pourrait permettre d'atténuer, voire supprimer cet inconvénient selon la littérature.
- L'huile ester naturel EN présente de meilleures performances en comparaison de l'huile de référence en termes de dégradation du papier et sa viscosité étant plus élevée que celle de l'huile de référence, un impact négatif est attendu sur le temps d'imprégnation en usine si les paramètres actuels sont conservés. Toutefois, une adaptation de la température pourrait permettre d'atténuer voire supprimer cet inconvénient selon la littérature.

En termes de dégradation de l'huile, les différents liquides testés ne présentent qu'un faible niveau de dégradation et sont donc similaires de ce point de vue. Les caractéristiques différentes des esters sont à prendre en compte mais ne constituent pas un frein majeur à leur utilisation, leurs propriétés diélectriques étant conservées.

Chapitre 2 : liquides isolants alternatifs

Ces différents éléments constituent une base de réflexion pour la sélection d'un liquide isolant alternatif aux huiles minérales actuellement utilisées. Ils sont à mettre en perspectives avec les autres avantages identifiés dans la littérature concernant la biodégradabilité et la sécurité au feu.

Aussi, afin de valider l'utilisation de ces liquides alternatifs dans les transformateurs de mesure, d'autres essais de validation seraient à mener sur la base du cahier des charges établi pour les transformateurs de mesure. Parmi ces essais :

- Compatibilité des matériaux
- Comportement à basse température avec établissement d'une courbe de viscosité entre -50°C et +50°C
- Essais électriques type choc de manœuvre et choc de foudre

CHAPITRE 3 : METHODES COMPLEMENTAIRES DE DIAGNOSTIC

1. Introduction

Durant la vie d'un transformateur de mesure en service, le système d'isolation huile-papier se dégrade au fil du temps. Ce processus se produit de façon naturelle dans des conditions normales d'utilisation. Cependant, l'état de l'art réalisé indique que des défauts indésirés peuvent se produire et entraîner une dégradation anormale du système d'isolation provoquant des défaillances. Dans le pire scénario, il s'agit de défaillances majeures entraînant une explosion de l'appareil voire même un incendie.

Afin de prévenir ces cas de défaillance, l'état du système d'isolation huile-papier peut être suivi en service par une analyse de l'huile (cf. Chapitre 1, §3). En effet, la dégradation entraîne la production de marqueurs dans l'huile qui donnent une indication sur des défauts ayant pu survenir. Les méthodes conventionnelles de routine utilisées actuellement pour les transformateurs de mesure sont les suivantes :

- Teneur en eau
- Tension de claquage
- Facteur de dissipation diélectrique
- Gaz dissous

D'autres analyses de l'huile ont été identifiées comme potentiellement intéressantes à investiguer pour compléter les informations apportées par les marqueurs déjà utilisés :

- Dérivés furaniques (2-FAL)
- Méthanol (MeOH)
- Infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)

Ainsi, le travail d'investigation sur ces autres méthodes de diagnostic vise à étudier la pertinence de ces dernières pour le monitoring en service des transformateurs de mesure.

2. Choix des matériaux et méthodologie

Les matériaux testés sont les mêmes que ceux étudiés et décrits dans le CHAPITRE 2 : LIQUIDES ISOLANTS ALTERNATIFS (Tableau 27), à savoir : l'huile minérale inhibée (HM1), l'huile minérale non inhibée (HM2), l'huile biosourcée (HB1), l'huile GTL biodégradable (HB2), l'ester synthétique (ES) et l'ester naturel (EN).

En ce qui concerne la partie expérimentale, ce sont les mêmes tests de vieillissement que ceux réalisés au CHAPITRE 2 : LIQUIDES ISOLANTS ALTERNATIFS qui sont utilisés pour cette étude. En effet, les essais du chapitre précédent correspondent aux essais de routine effectués pour les transformateurs de mesure afin d'évaluer la dégradation des différents systèmes d'isolation candidats au remplacement des huiles minérales. Dans ce chapitre, les résultats de méthodes complémentaires potentiellement pertinentes sont présentés et discutés.

3. Techniques expérimentales

3.1. Dérivés furaniques : furfural (2-FAL)

La mesure des dérivés furaniques, dont le 2-FAL, est réalisée selon la norme CEI 61198 [116].

L'extraction des dérivés furaniques de l'huile est réalisée en phase solide-liquide selon la méthode B décrite dans la norme.

L'analyse des composés extraits est réalisée par chromatographie en phase liquide à haute performance (HPLC) avec les conditions d'analyse suivantes :

- **Eluant** : 60-80% d'eau dans 20-40% d'acétonitrile
- **Débit** : entre 0,5 et 2,0 mL/min

L'appareil de mesure utilisé est représenté Figure 114.



Figure 114 - Appareil d'analyse en HPLC pour les dérivés furaniques

3.2. Méthanol

La mesure du méthanol est réalisée selon la norme CEI TR 63035 [117] à l'aide d'un extracteur de type Headspace et d'un chromatographe en phase gazeuse (Figure 115).



Figure 115 - Appareil de chromatographie phase gazeuse avec système d'extraction Headspace pour la mesure de méthanol

Les conditions d'essai sont les suivantes :

- **Gaz vecteur** : hélium
- **Débit gaz vecteur** : 1-2 mL/min
- **Température four** : isotherme à 40°C pendant 7 min, puis montée à 75°C avec une rampe de 10°C/min et enfin montée à 300°C avec une rampe de 50°C/min et maintient à 300°C pendant 5 minutes
- **Température HeadSpace** : 90°C

En sortie de la partie chromatographie, les composés sont analysés et quantifiés par détecteur à ionisation de flamme. Le principe de détermination de la concentration est le même que celui décrit par l'équation (15) avec un étalonnage spécifique pour le méthanol.

Les mesures de méthanol n'ont pas été réalisées sur les huiles esters car la méthode utilisée n'était pas étalonnée pour ce type de liquide.

3.3. Infrarouge à transformée de Fourier par réflexion

L'analyse spectroscopie par infrarouge en mode réflexion se fait à l'aide d'un spectromètre infrarouge équipé d'un accessoire dit ATR pour « Attenuated Total Reflectance » (Figure 116).



Figure 116 - Spectromètre infrarouge équipé d'un accessoire ATR

Le principe de fonctionnement de la mesure par réflexion est donné par la Figure 117.

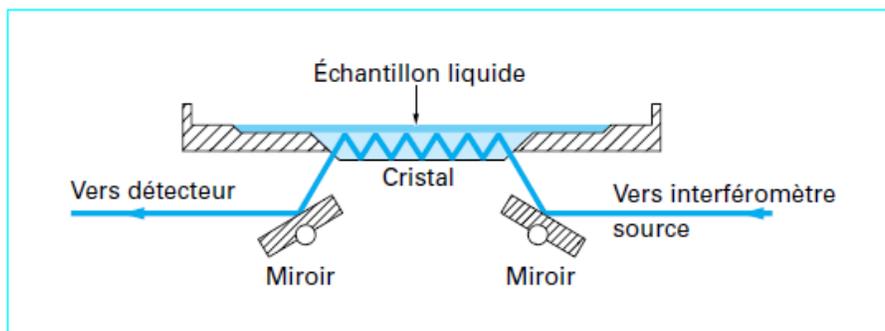


Figure 117 - Accessoire ATR pour spectromètre infrarouge [118]

En éclairant sous un angle approprié un cristal de fort indice ($N > 2,4$), une onde évanescente dont le champ électrique s'atténue exponentiellement (réflexion totale) peut être générée. En plaçant un liquide au contact d'un tel cristal, le champ électrique de l'onde évanescente, bien que ne pénétrant que très peu dans le liquide (sur une distance de l'ordre de la longueur d'onde), peut se coupler avec les modes de vibration de la substance au contact, et donner lieu à une absorption [118]. Cette méthode de mesure permet de détecter et quantifier des composés présents dans l'échantillon à des teneurs de l'ordre du %. Le spectre infrarouge résultant permet d'obtenir la signature spectrale de l'échantillon.

Pour une analyse quantitative, il est possible de procéder à un étalonnage en concentrations des composés à quantifier. En effet, l'absorbance du pic correspondant au composé est liée à sa concentration par la loi de Beer-Lambert [118] :

$$A_i = l * \epsilon_i * C_i \quad (20)$$

Où :

- A_i - Absorbance d'un pic caractéristique du composé « i »
- l - Epaisseur d'échantillon traversée en mm
- ϵ_i - Coefficient d'extinction molaire du composé « i » en mol/(L.mm)
- C_i - Concentration molaire du composé « i » en mol/L

Pour une analyse qualitative, sur la base de cette même loi, une variation du niveau d'absorbance du pic d'un composé peut être interprétée comme une variation de sa concentration dans l'échantillon.

4. Résultats

Les résultats présentés pour les mesures de dérivés furaniques et de méthanol sont la moyenne des résultats obtenus sur les deux échantillons testés par période de prélèvement. Les résultats en infrarouge sont la moyenne de quatre mesures : deux mesures par échantillon avec deux échantillons par période de prélèvement.

Les évolutions des différents marqueurs du vieillissement du papier sont exprimées en fonction du % de tenue en traction du papier pour faire un lien direct entre la dégradation physique du papier et l'apparition de produits de décomposition.

4.1. Dérivés furaniques : furfural (2-FAL)

Les évolutions de la teneur en furfural (2-FAL) pour les différents systèmes sont donnés Figure 118 pour les essais sur 125 jours, Figure 119 pour les essais sur 28 jours et Figure 120 pour les essais sur 4 jours.

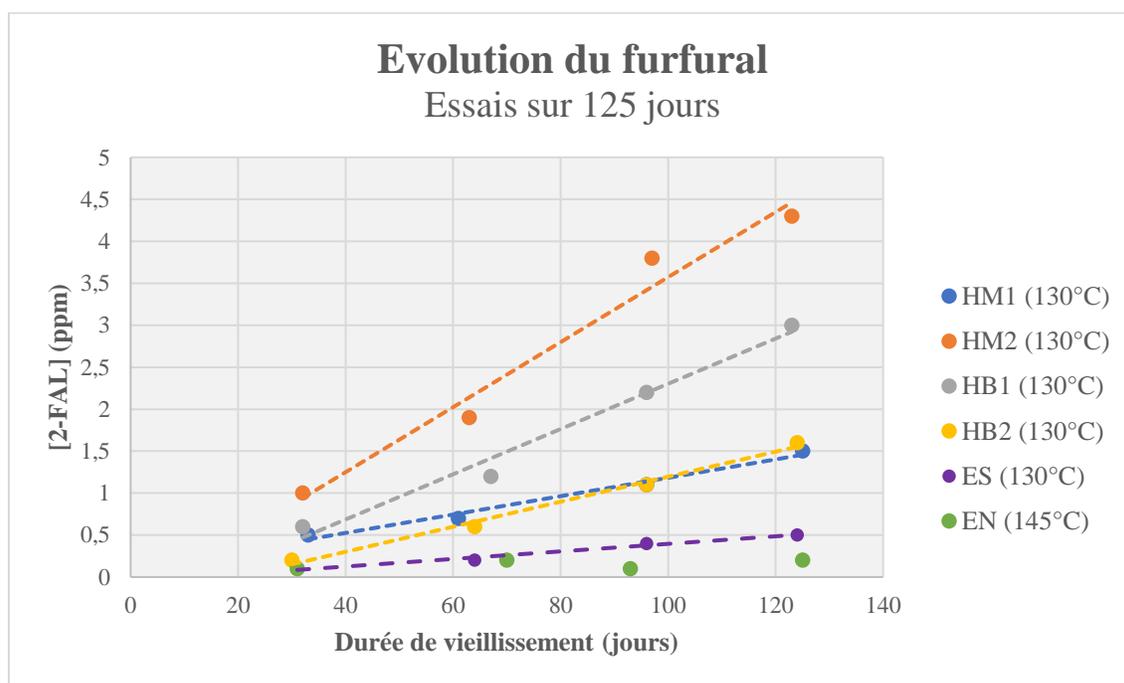


Figure 118 - Evolution de la concentration en 2-FAL en fonction de la durée de vieillissement pour les essais à 125 jours

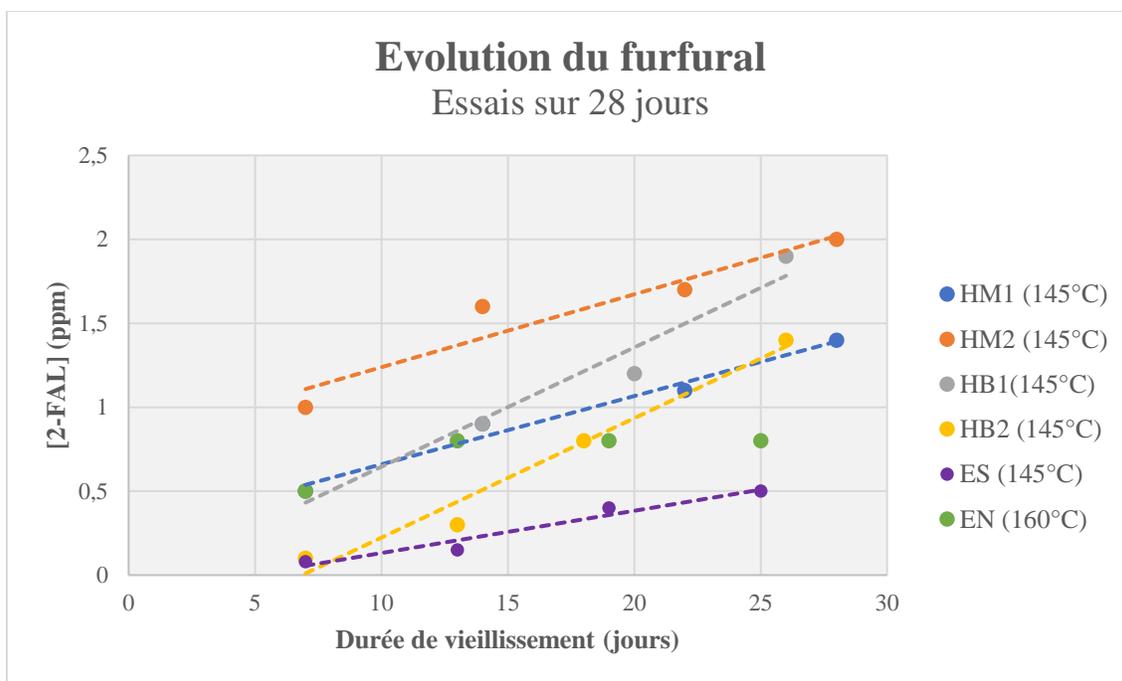


Figure 119 - Evolution de la concentration en 2-FAL en fonction de la durée de vieillissement pour les essais à 28 jours

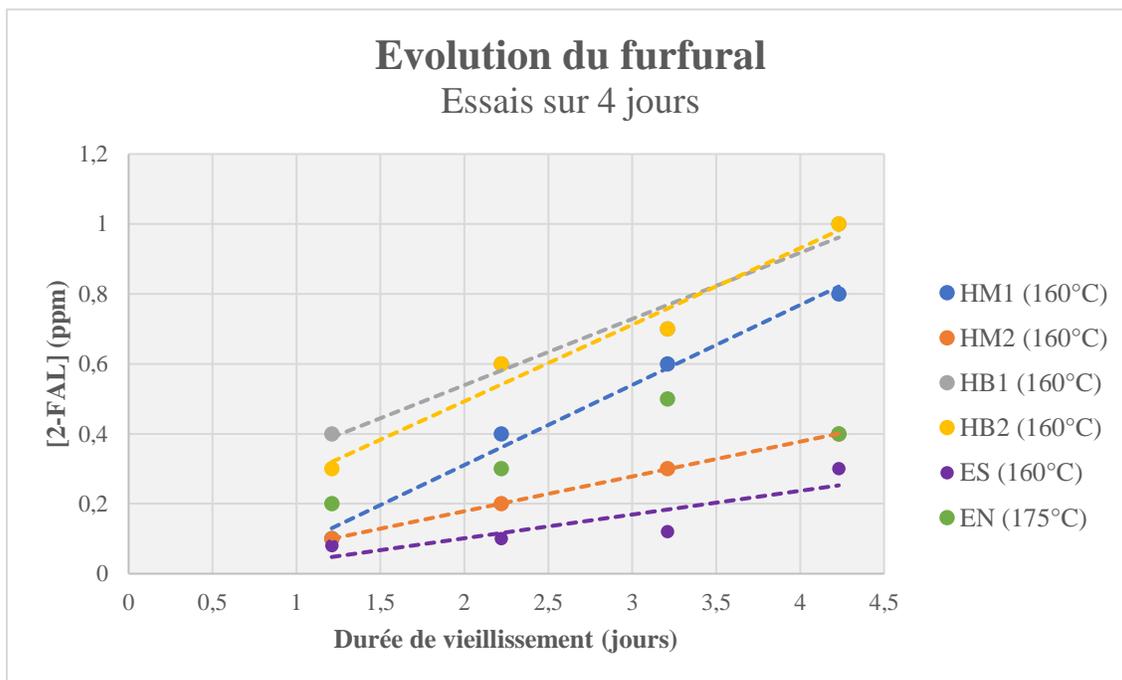


Figure 120 - Evolution de la concentration en 2-FAL en fonction de la durée de vieillissement pour les essais à 4 jours

La concentration en furfural augmente avec le vieillissement du papier pour l'ensemble des configurations testées. Cette augmentation se fait de façon linéaire pour l'ensemble des systèmes à l'exception de l'ester naturel dont la valeur augmente sur les premiers prélèvements puis atteint un plateau ou diminue avec le vieillissement.

Dans l'ensemble des configurations, une quantité moins importante de furfural est mesurée avec l'ester synthétique en comparaison des autres systèmes. En se focalisant sur les essais à 125 jours et 28 jours, les systèmes HM1 et HB1 forment une quantité similaire de furfural avec le vieillissement. Également, une quantité plus importante de furfural est mesurée pour les systèmes HM2 et HB2 en comparaison des systèmes HM1 et HB1.

De plus, la quantité de furfural mesurée semble augmenter avec le temps de vieillissement. Cependant, le furfural étant formé par la dégradation du papier, il apparaît pertinent de représenter l'évolution de la concentration en furfural (2-FAL) en fonction de l'état de dégradation du papier. Ainsi, les évolutions de la teneur en furfural (2-FAL) en fonction du % de la résistance mécanique à la traction initiale pour les différents essais réalisés sont données Figure 121 pour les huiles minérales, Figure 122 pour les hydrocarbures biodégradables et Figure 123 pour les esters.

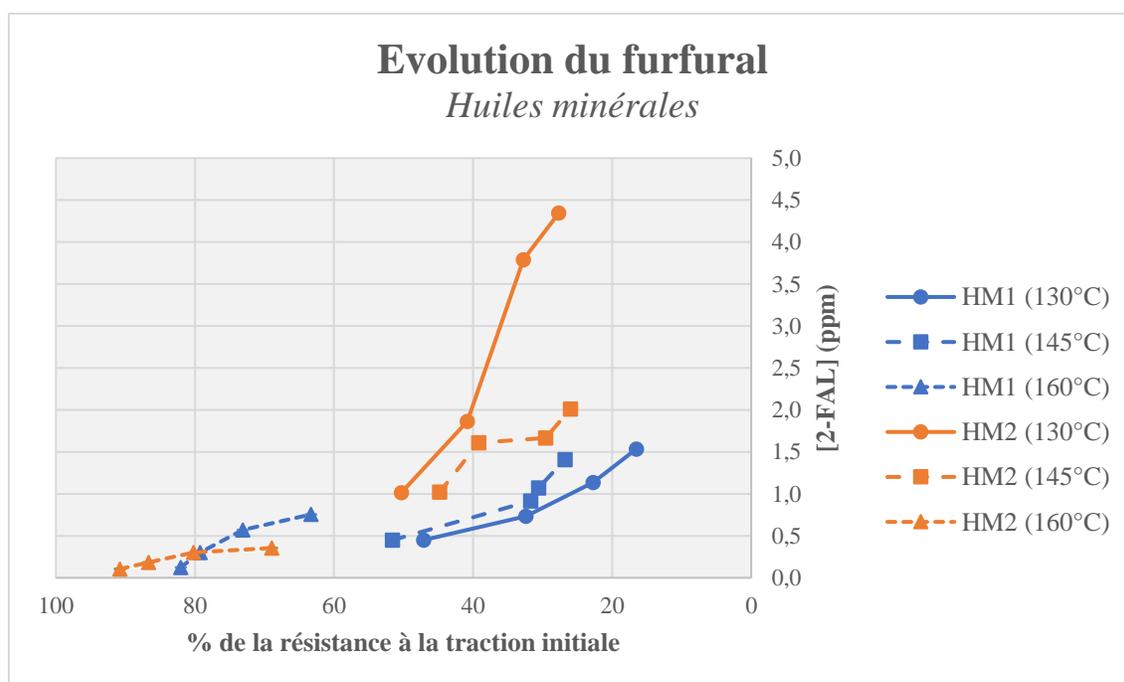


Figure 121 - Evolution de la concentration en 2-FAL en fonction de la dégradation du papier pour les huiles minérales

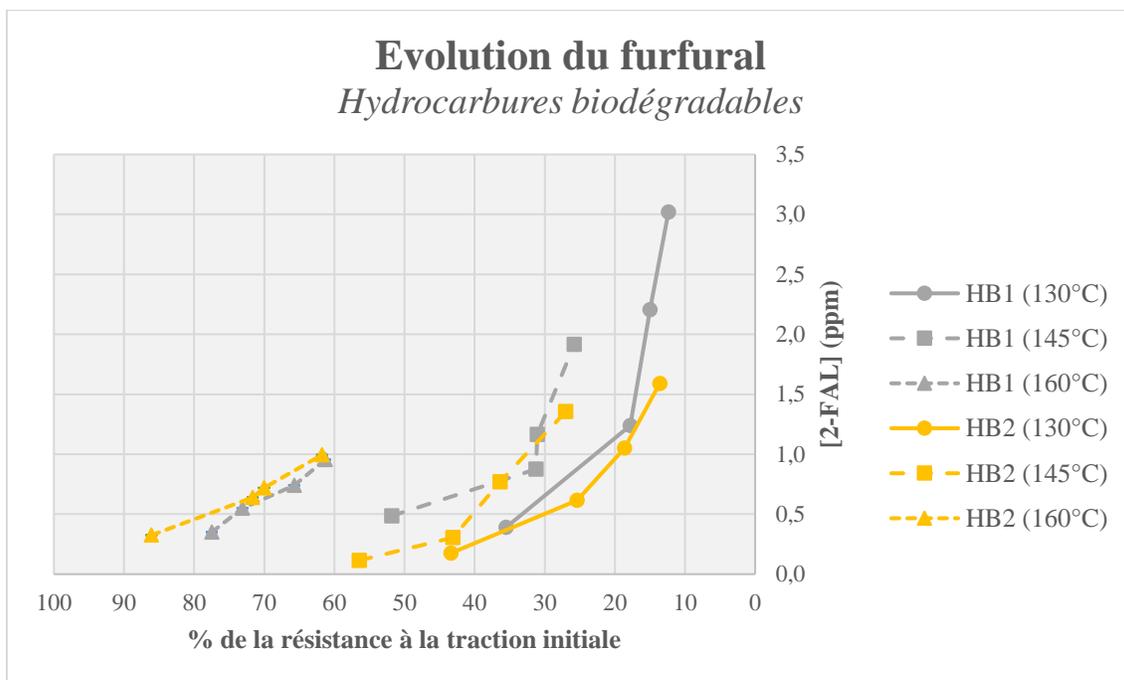


Figure 122 - Evolution de la concentration en 2-FAL en fonction de la dégradation du papier pour les hydrocarbures biodégradables

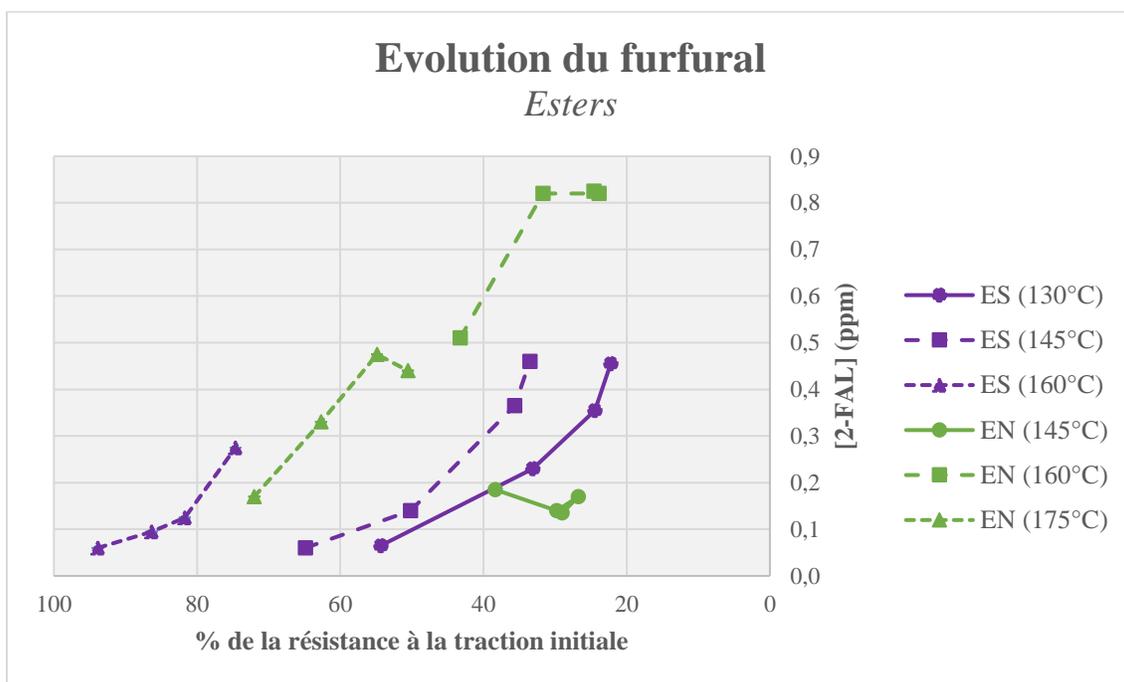


Figure 123 - Evolution de la concentration en 2-FAL en fonction de la dégradation du papier pour les huiles esters

Les essais réalisés montrent que pour l'ensemble des systèmes testés, à l'exception de l'ester naturel (EN) testé à 145°C, il y a une augmentation de la concentration en furfural avec le vieillissement du papier.

Pour les systèmes HM1, HB1, HB2 et ES, la concentration en 2-FAL est d'autant plus importante que la température est élevée pour un même niveau de dégradation de l'isolation papier. Ce phénomène est en accord avec les travaux de J. Hao et al. concernant l'effet de la température sur la production et la diffusion du furfural dans les systèmes d'isolation huile-papier [119].

Les résultats obtenus pour le système HM2 ne permettent pas de mettre en évidence l'influence de la température. En effet, pour un même niveau de dégradation, une quantité plus importante de furfural est formée pour les essais à 130°C en comparaison avec les essais à 145°C. Toutefois, les essais ont montré qu'une quantité plus importante de furfural est formée pour l'huile minérale non inhibée (HM2) en comparaison avec l'huile inhibée (HM1). Cette observation est cohérente avec les travaux de I. A. C. Anghel et al. [120] qui ont mis en avant que la présence d'un inhibiteur ralentit la production de furfural.

Pour le système à l'ester naturel, les essais à 145°C montrent une tendance d'évolution de la concentration en 2-FAL à la baisse, de même que pour l'état final de dégradation des essais à 160°C et 175°C où la valeur stagne ou décroît. Ce comportement peut s'expliquer par la réaction du 2-FAL avec les acides gras formés par l'ester naturel [121], entraînant une diminution de la concentration en 2-FAL.

Ainsi, les résultats de la concentration en furfural obtenus pour les systèmes HM2 et EN ne sont pas traités plus en détails dans la suite de ce manuscrit.

Globalement une tendance de formation exponentielle du furfural est observée avec le vieillissement du papier. Une observation similaire est soulignée dans les travaux de C. Perrier et al. portant sur les marqueurs de vieillissement du papier [49]. Ainsi, la concentration en furfural suivrait une équation de la forme :

$$[2 - \text{FAL}] = a * \exp(b * \% R_T) \quad (21)$$

L'aspect intéressant pour le diagnostic est de pouvoir estimer le niveau de dégradation du papier en fonction de la concentration mesurée à travers l'huile en dérivés furaniques. Ainsi, en passant l'équation (21) au logarithme népérien, on obtient l'équation (22) :

$$\%R_T = A * \ln[2 - FAL] + B \quad (22)$$

Avec : $A = \frac{1}{b}$ et $B = \frac{-\ln(a)}{b}$ selon l'équation (21)

Les résultats obtenus pour la détermination des coefficients de l'équation (22) sont représentés Figure 124 pour les hydrocarbures biodégradables et Figure 125 pour l'ester synthétique en comparaison au système de référence HM1.

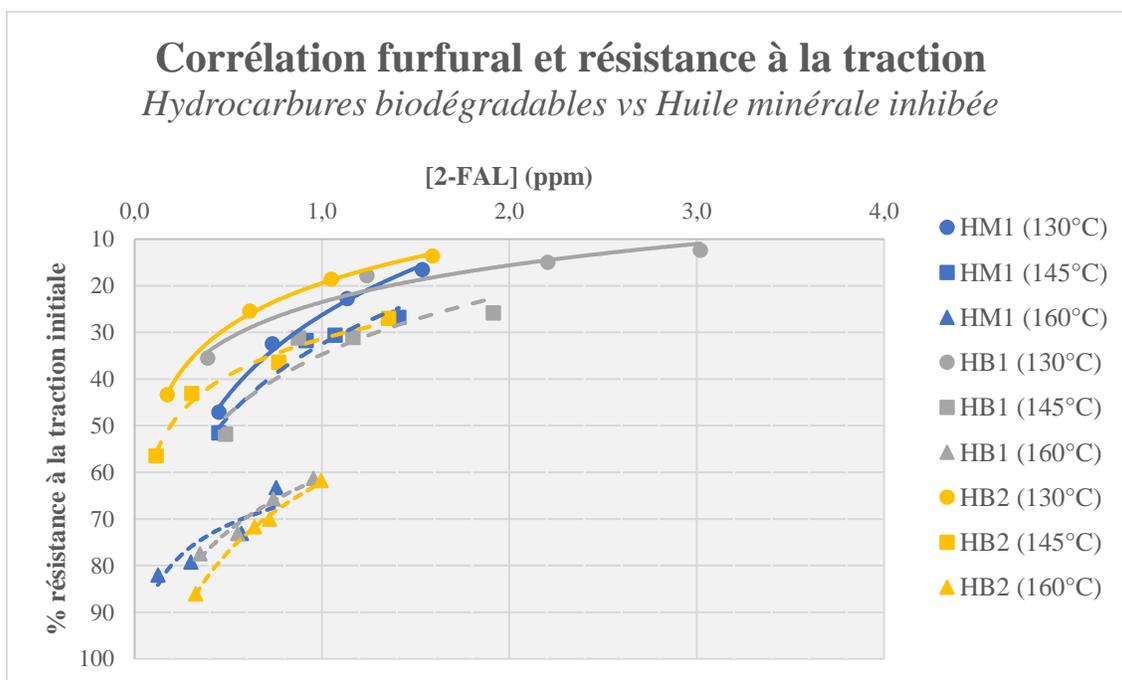


Figure 124 - Corrélation du % de résistance à la traction avec la concentration en furfural pour les hydrocarbures biodégradables en comparaison du système de référence

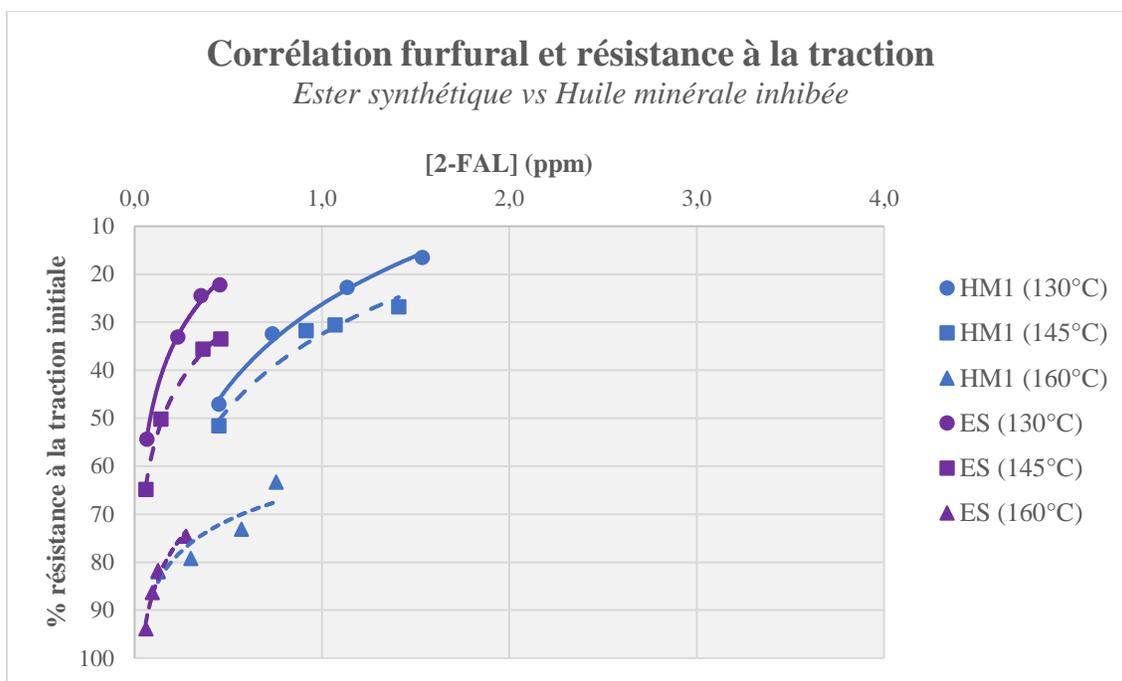


Figure 125 - Corrélation du % de résistance à la traction avec la concentration en furfural pour l'ester synthétique en comparaison du système de référence

Les valeurs des coefficients A et B calculés ainsi que la valeur du coefficient de corrélation sont données Tableau 43.

Tableau 43 - Détermination des coefficients A et B pour les systèmes HM1, HB1, HB2 et ES

Systèmes	T° (°C)	A	B	R ²
HM1	130	-24,83	26,27	0,992
	145	-22,47	32,49	0,965
	160	-9,29	64,84	0,800
HB1	130	-11,36	23,49	0,956
	145	-18,53	34,73	0,850
	160	-16,51	61,18	0,963
HB2	130	-13,58	19,43	0,999
	145	-11,33	31,37	0,982
	160	-21,45	62,17	0,997
ES	130	-16,9	8,09	0,997
	145	-15,54	20,56	0,996
	160	-12,46	57,54	0,970

La corrélation entre la concentration en furfural et la résistance à la traction en passant par l'équation (22) est forte selon les coefficients R^2 obtenus (Tableau 43) et dont la plupart sont supérieurs à 0,95.

En ce qui concerne le système de référence HM1, une baisse du coefficient R^2 à 0,80 est observée pour les essais à 160°C dont les niveaux de dégradation sont les plus faibles. Cette tendance pourrait s'expliquer par la plus faible pertinence de l'utilisation du furfural comme marqueur de vieillissement du papier aux faibles niveaux de dégradation de la cellulose décrite dans la littérature [49].

Il est intéressant de souligner que le coefficient de corrélation R^2 reste très élevé même pour les faibles niveaux de dégradation du papier, pour l'ensemble des liquides alternatifs (HB1, HB2 et ES), indiquant ainsi une possible utilisation du furfural également aux faibles niveaux de dégradation de la cellulose. Toutefois, la température d'essai de 160°C est très élevée en comparaison aux températures d'utilisation en service des transformateurs de courant ; elle est de l'ordre de 40°C en moyenne. Ainsi, cette observation est à nuancer en prenant en considération l'influence de la température sur la formation de furfural [119].

Pour ce qui est de la concentration en furfural mesurée pour les différents essais, aucune tendance claire n'est observée en ce qui concerne les hydrocarbures biodégradables en comparaison au système de référence à l'huile minérale inhibée. En effet, en fonction du niveau de dégradation et de la température, les concentrations mesurées peuvent être inférieures, supérieures ou égales aux concentrations mesurées avec le système de référence. Ainsi, ces variations seraient à attribuer aux incertitudes de mesure, à la fois du furfural et de la résistance à la traction, et il pourrait être conclu que les tendances de formation du furfural des hydrocarbures biodégradables sont comparables à celles du système de référence. Cette observation est cohérente avec la proximité de structure chimique entre les hydrocarbures biodégradables et les huiles minérales qui sont elles-mêmes des hydrocarbures.

En ce qui concerne le système à l'ester synthétique, il est à noter que la quantité de furfural mesurée dans l'huile est inférieure à celle mesurée pour le système de référence dans l'ensemble des configurations testées. Ce comportement a déjà été observé dans les travaux de K. Bandara [121]. Cela pourrait s'expliquer par la dégradation du furfural par l'humidité qui est plus importante dans l'ester synthétique que dans l'huile minérale [121].

4.2. Méthanol

Les évolutions de la concentration en méthanol avec la durée de vieillissement sont données Figure 126 pour les essais sur 125 jours, Figure 127 pour les essais sur 28 jours et Figure 128 pour les essais sur 4 jours.

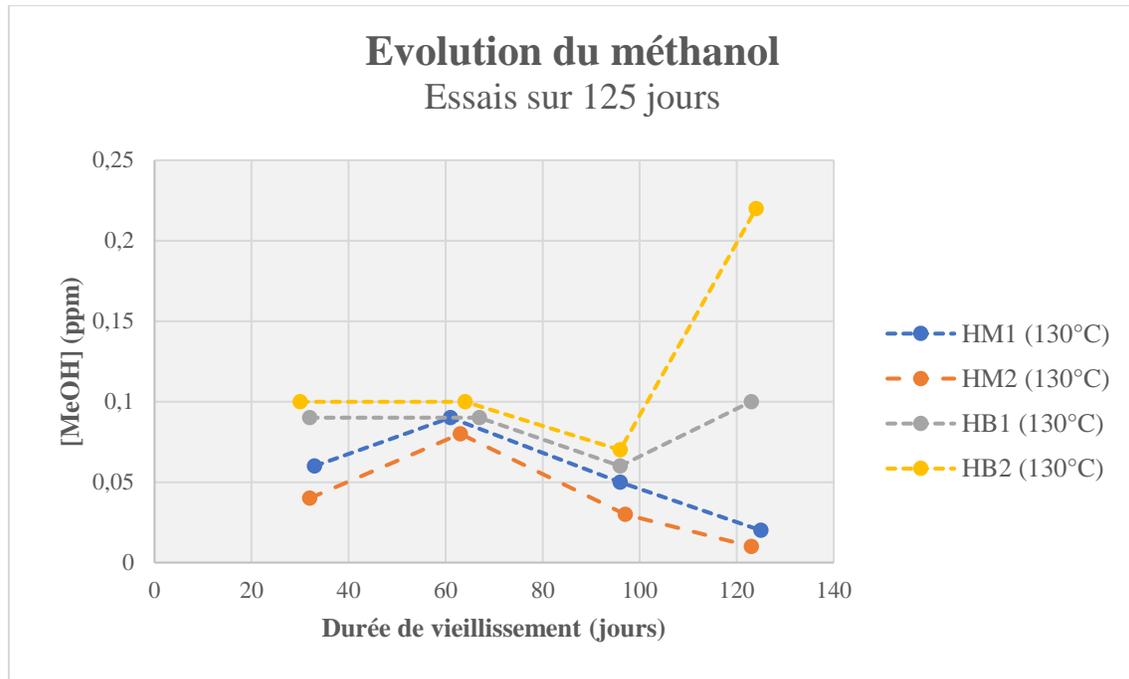


Figure 126 - Evolution de la concentration en méthanol en fonction de la durée de vieillissement pour les essais sur 125 jours

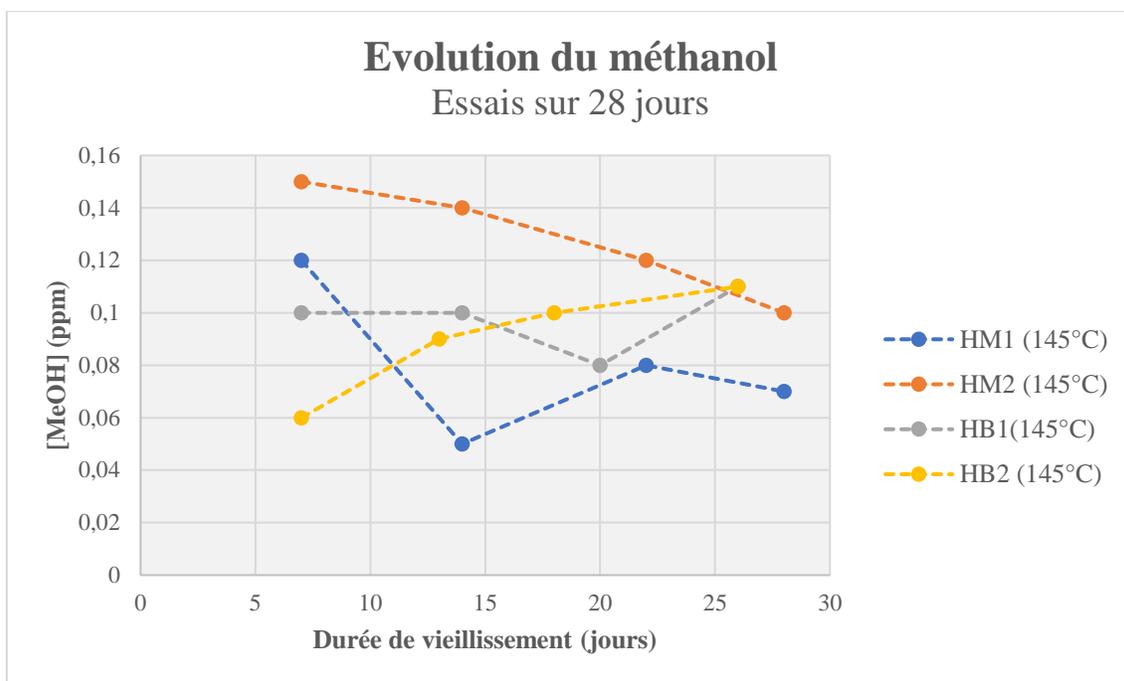


Figure 127 - Evolution de la concentration en méthanol en fonction de la durée de vieillissement pour les essais sur 28 jours

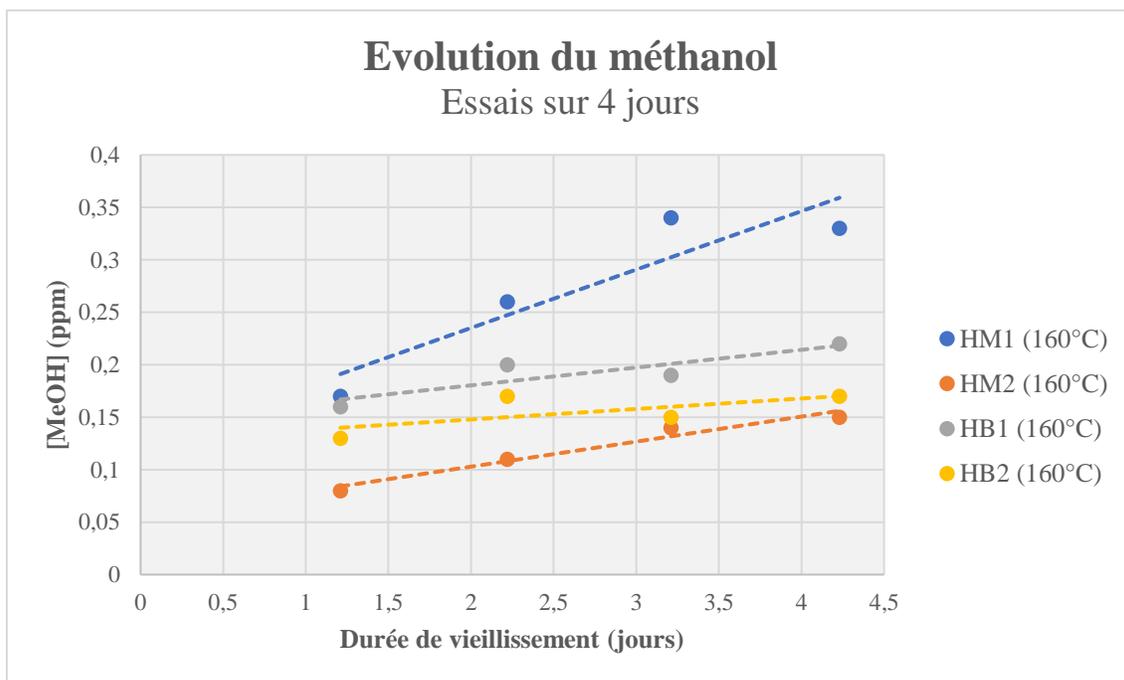


Figure 128 - Evolution de la concentration en méthanol en fonction de la durée de vieillissement pour les essais sur 4 jours

L'évolution de la concentration en méthanol ne suit aucune tendance claire pour les essais à 125 jours et à 28 jours. Pour les essais à 4 jours, de même que pour le furfural, une tendance linéaire de formation du méthanol est observée. D'après la littérature, le méthanol est un marqueur pertinent uniquement aux stades précoces de dégradation du papier. Ainsi, il apparaît approprié de représenter l'évolution de la concentration en méthanol en fonction de l'état de dégradation du papier. Ainsi, les évolutions de la concentration en méthanol est donnée Figure 129 pour les huiles minérales et Figure 130 pour les hydrocarbures biodégradables.

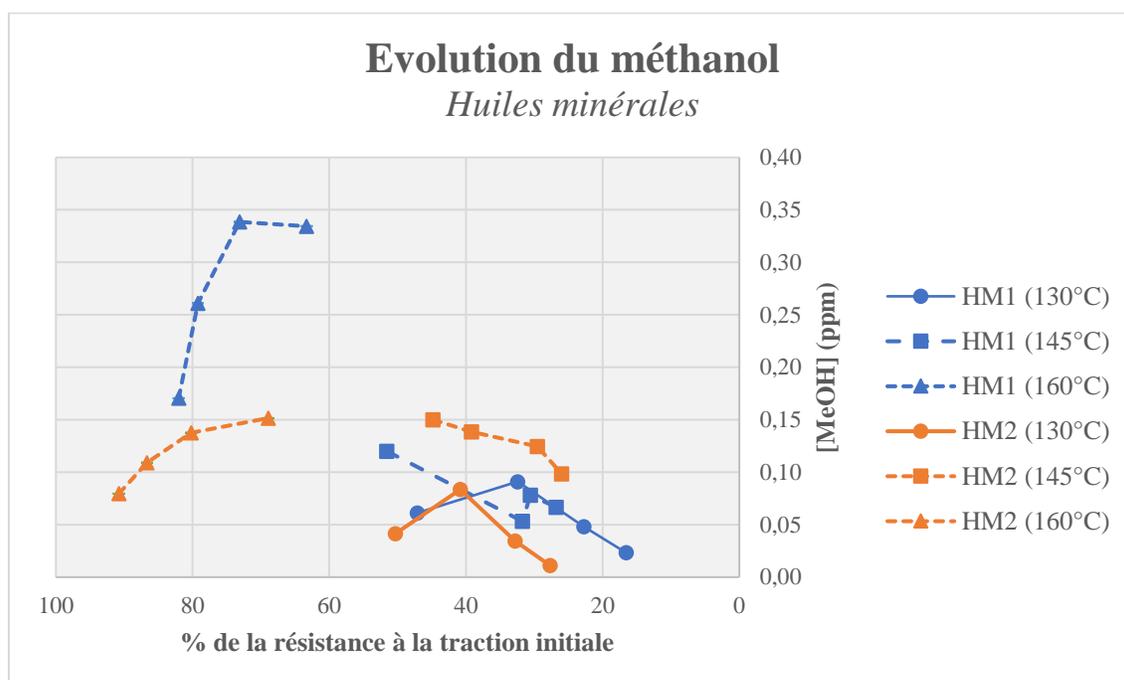


Figure 129 - Evolution de la concentration en méthanol en fonction de la dégradation du papier pour les huiles minérales

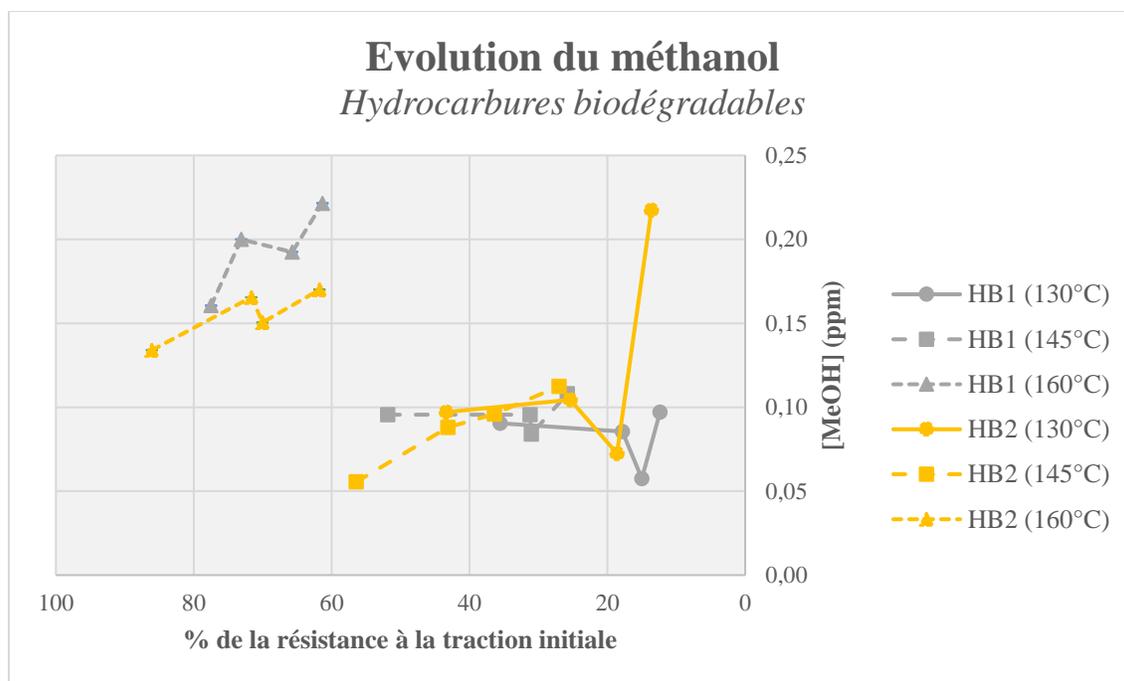


Figure 130 - Evolution de la concentration en méthanol en fonction de la dégradation du papier pour les autres hydrocarbures

Dans l'ensemble des essais réalisés à 130°C et 145°C pour des durées respectives de 3000h et 600h, on observe que l'évolution de méthanol ne suit aucune tendance claire. En effet, pour les huiles minérales, la concentration diminue avec la dégradation, et dans le cas des autres hydrocarbures, la concentration augmente puis diminue puis augmente fortement.

Ces observations sont cohérentes avec la littérature [42,49], à savoir que le méthanol est un marqueur pertinent uniquement pour les stades peu avancés de dégradation. Et effectivement, des pourcentages de résistance à la traction initiale inférieurs à 50% correspondent bien à des stades très avancés de dégradation. Pour rappel, le critère de fin de vie établi pour ces systèmes d'isolation était de 50% de la résistance à la traction initiale. Une cause probable de ce comportement pourrait être la réaction du méthanol avec l'acidité formée aux stades avancés de dégradation par une réaction d'estérification [42].

Pour ce qui est des essais réalisés à 160°C pour une durée de 96h, la dégradation de l'isolation est moins importante et plus progressive. Ainsi, on observe que la concentration augmente avec le vieillissement. Et l'augmentation de cette concentration se fait avec une tendance logarithmique. Cette observation est également cohérente avec les travaux de C. Perrier et al. [49]. Ainsi, la concentration en méthanol suivrait une équation de la forme :

$$[MeOH] = a' * \ln(\%R_T) + b' \quad (23)$$

L'aspect intéressant pour le diagnostic est de pouvoir estimer le niveau de dégradation du papier en fonction de la concentration mesurée à travers l'huile en méthanol. Ainsi, en passant l'équation (23) à l'exponentielle, on obtient l'équation (24) :

$$\%R_T = A' * \exp(B' * [MeOH]) \quad (24)$$

Avec : $A' = \exp\left(\frac{-b'}{a'}\right)$ et $B' = \frac{1}{a'}$ selon l'équation (23)

Les résultats obtenus pour la détermination des coefficients de l'équation (24) sont représentés Figure 131

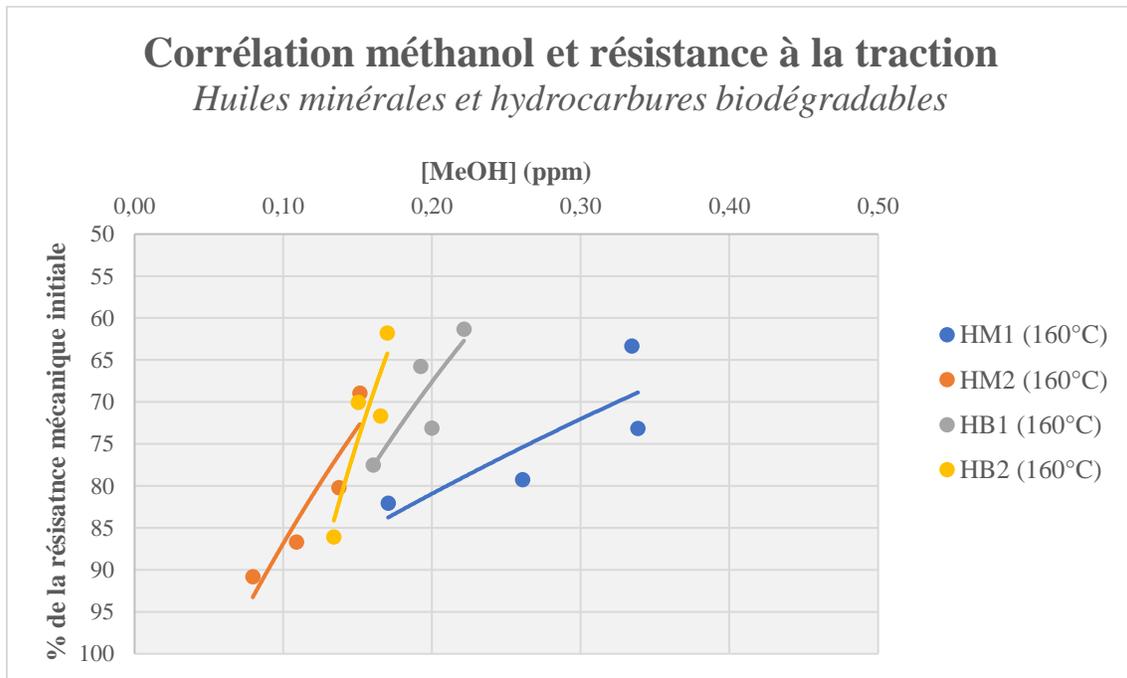


Figure 131 - Corrélation entre concentration en méthanol et résistance à la traction pour les systèmes HM1, HM2, HB1 et HB2

Les valeurs des coefficients A' et B' calculés ainsi que les valeurs du coefficient de corrélation sont données Tableau 44.

Tableau 44 - Détermination des coefficients A' et B' pour les systèmes HM1, HM2, HB1 et HB2

Systèmes	T° (°C)	A'	B'	R ²
HM1	160	102,17	-1,17	0,66
HM2		122,89	-3,47	0,85
HB1		136,13	-3,50	0,71
HB2		230,05	-7,51	0,82

La corrélation entre la concentration en méthanol et la résistance à la traction en passant par l'équation (24) est bonne pour les systèmes HM2 et HB2, et semble un peu plus faible pour les systèmes HM1 et HB1.

Cependant, les concentrations en méthanol mesurées sont faibles ; elles sont dues au ratio papier:huile utilisé pour les essais de vieillissement thermique. En effet, la quantité de papier étant très inférieure en comparaison à la quantité d'huile (ratio 1:100) par rapport au ratio utilisé dans un transformateur de mesure (ratio 1 :4), la quantité de méthanol formée par le papier est faible. Ainsi, l'impact de l'incertitude de mesure est plus fort et pourrait expliquer la corrélation plus modérée du méthanol avec la résistance à la traction du papier en comparaison des résultats obtenus avec le furfural.

Cependant, le ratio 1:100 entre le papier et l'huile peut être représentatif de certains transformateurs de puissance. Les travaux sur le méthanol présentés dans la brochure CIGRE n°779 [122] proposent un modèle et des valeurs limites pour l'utilisation du méthanol pour les transformateurs de puissance en service (Tableau 45).

Tableau 45 – Corrélation méthanol et dégradation du papier des transformateurs de puissance [122]

[MeOH] (ppm)	Degré de polymérisation calculé	Condition du papier
0 – 0,05	1000 – 700	Bonne condition
0,05 – 0,20	700 – 450	Dégradation modérée
0,20 – 1,4	450 – 250	Dégradation sévère
> 1,4	< 250	Fin de vie

La dégradation du papier est suivie dans l'étude de la Brochure CIGRE à travers le degré de polymérisation (DP) et non la tenue mécanique du papier. Le niveau de dégradation maximal obtenu dans les essais présentés Figure 131 est de 60% de la tenue en traction initiale du papier. A l'aide de la Figure 18, on peut estimer à quelle valeur de DP correspond 60% de la tenue mécanique initiale du papier. En effet, sur le graphe de corrélation tenue mécanique et DP (Figure 18 c)) la valeur de tenue mécanique initiale vaut 100 Nm/g. Ainsi, 60% de cette valeur correspond à 60 Nm/g, ce qui correspond à un DP d'environ 400. Ainsi, cela situerait le niveau de dégradation de nos essais à « dégradation modérée » d'après le Figure 45. Il est intéressant de constater que ce niveau de « dégradation modérée » correspond à une concentration en méthanol inférieure à 0,20 ppm. Les résultats obtenus pour les huiles HM2, HB1 et HB2 semblent donc en accord avec ce modèle. Les concentrations mesurées pour l'huile HM1 vont jusqu'à 0,35ppm pour un niveau de dégradation modéré également. Toutefois, il est aussi mentionné dans la brochure CIGRE que le modèle proposé nécessiterait plus de données pour être validé et/ou être plus précis.

Ces observations confirment que les concentrations mesurées sont cohérentes par rapport au ratio 1:100 entre le papier et l'huile utilisé pour les essais.

4.3. Infrarouge à transformée de Fourier – Par réflexion

4.3.1. Dégradation de l'huile

Les spectres infrarouges (IR) pour chaque liquide avant et après vieillissement pour les essais à 125 jours (3000h) et 28 jours (600h) sont présentés Figure 132 à Figure 137. Les résultats des essais sur les huiles à 4 jours (96h) n'ont pas été analysés mais comme il s'agit de la configuration la moins dégradée, il n'est pas attendu un comportement différent en comparaison des deux autres configurations testées.

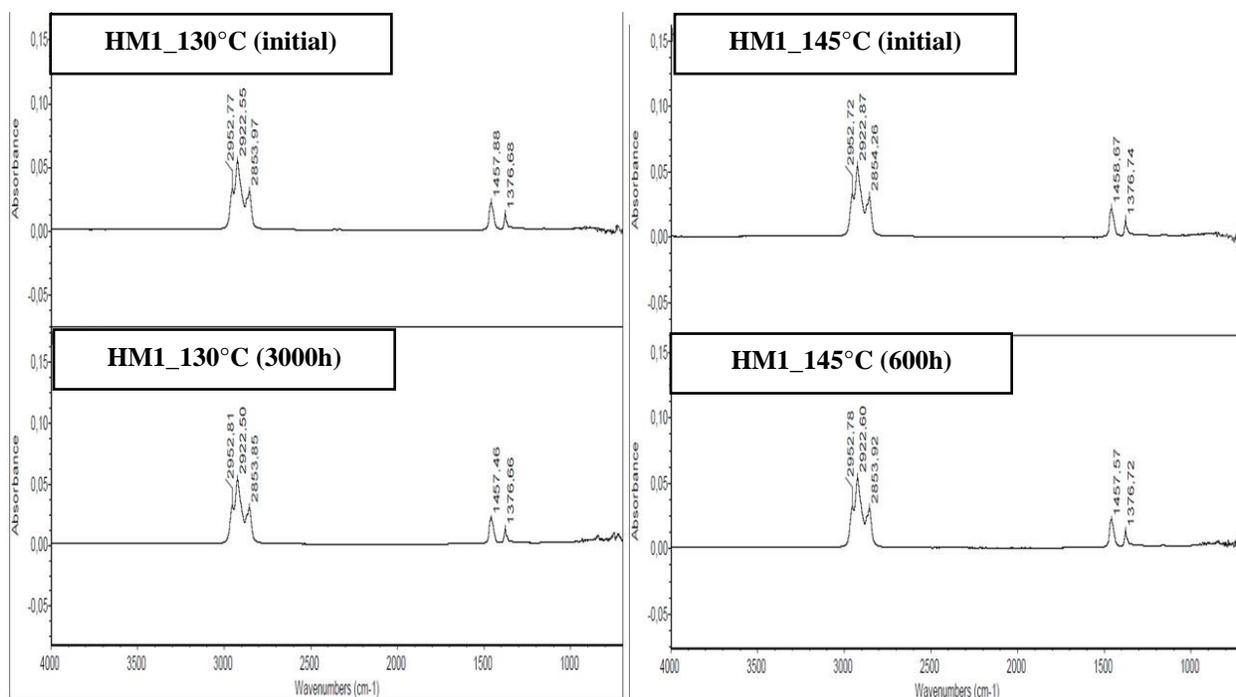


Figure 132 - Spectres IR de l'huile HM1 avant et après vieillissement

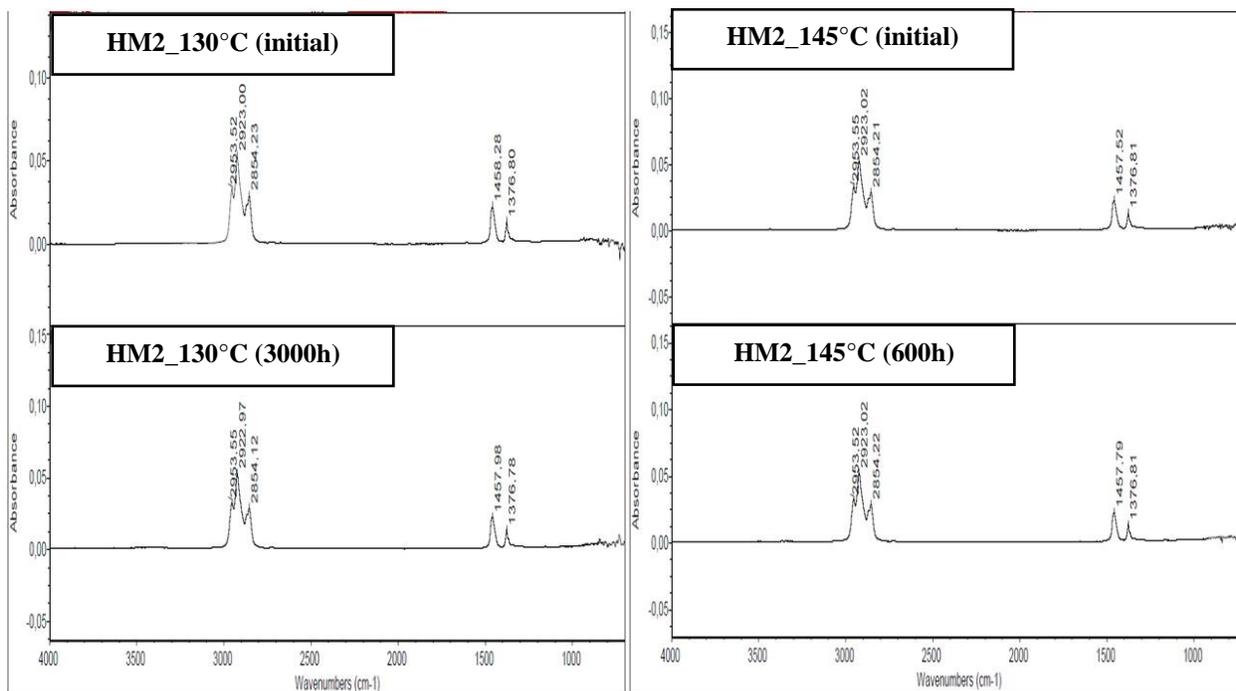


Figure 133 - Spectres IR de l'huile HM2 avant et après vieillissement

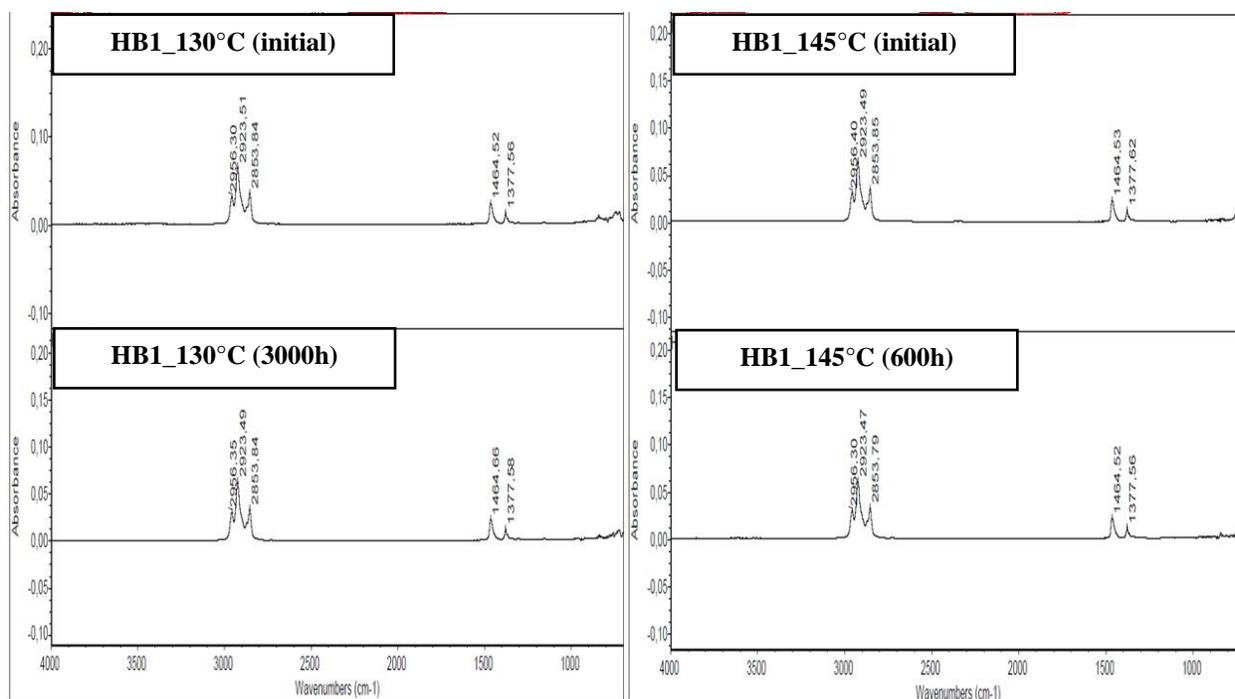


Figure 134 - Spectres IR de l'huile HB1 avant et après vieillissement

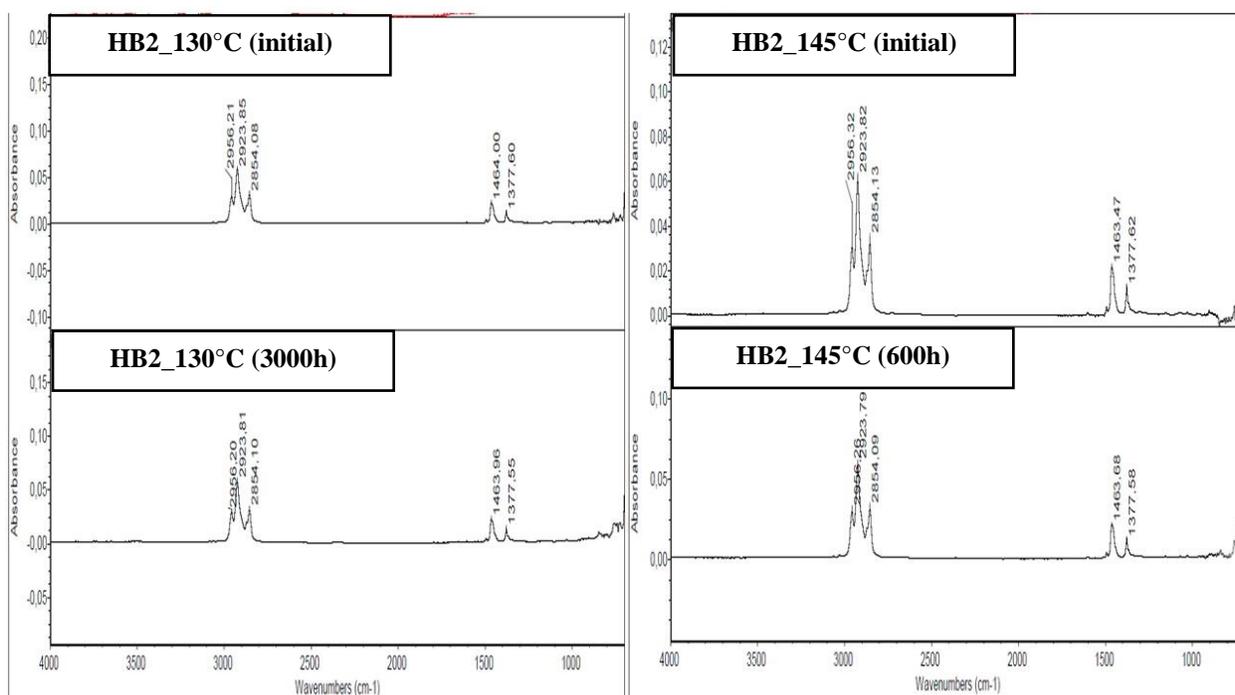


Figure 135 - Spectres IR de l'huile HB2 avant et après vieillissement

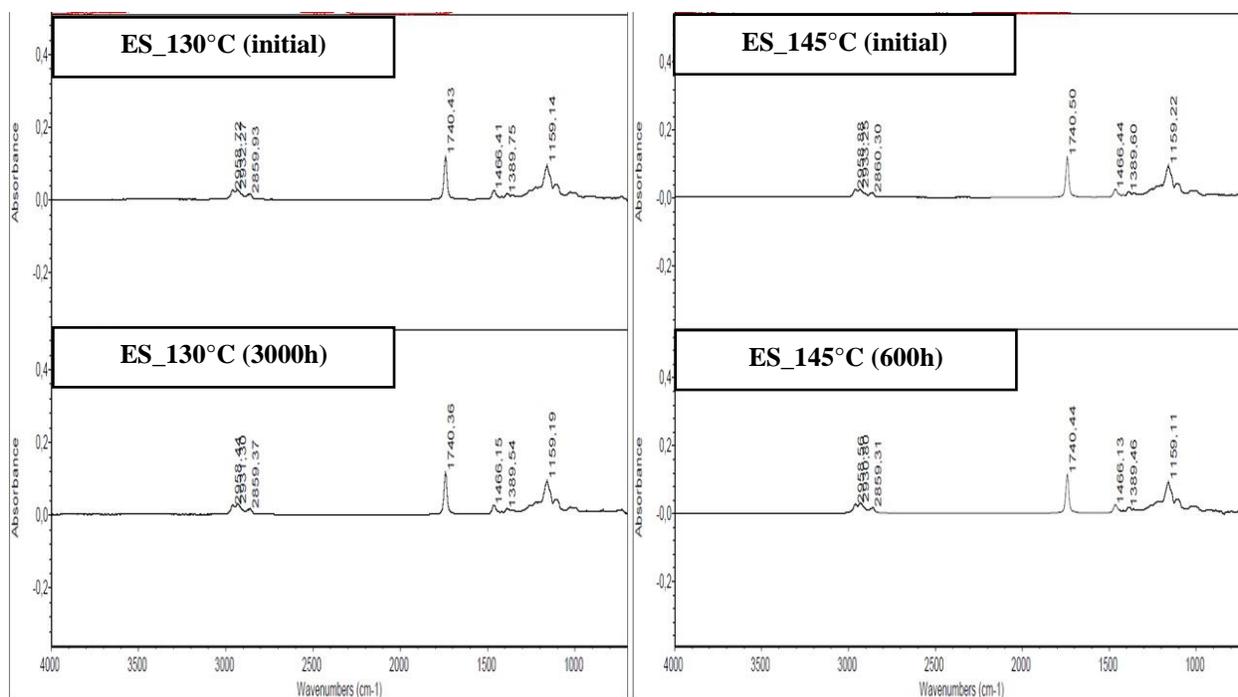


Figure 136 - Spectres IR de l'huile ES avant et après vieillissement

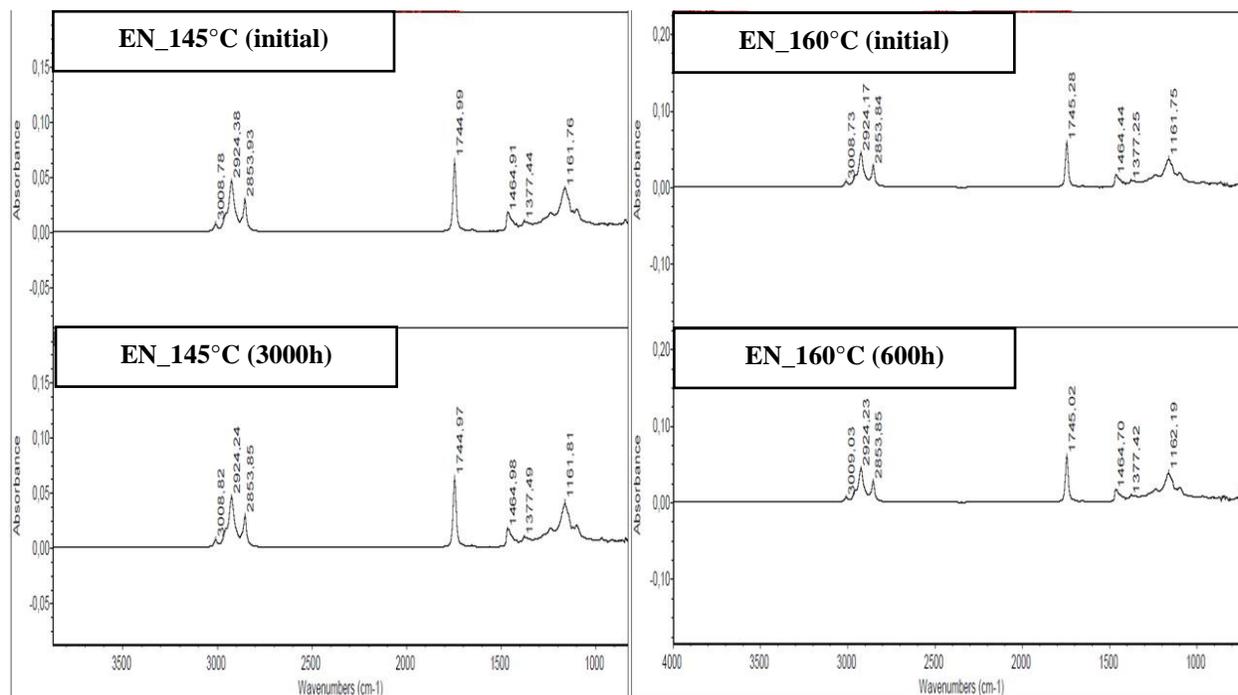


Figure 137 - Spectres IR de l'huile EN avant et après vieillissement

Les pics des différents spectres IR correspondent à la structure chimique des huiles [118]. Pour ce qui est des huiles minérales et des hydrocarbures biodégradables, les correspondances sont les suivantes : massif de pics entre 3000 et 2850 cm^{-1} ainsi que le pic vers 1377 cm^{-1} pour les groupements $-\text{CH}_3$ et le pic vers 1465 cm^{-1} pour les groupements $-\text{CH}_2$. Pour les esters, les pics précédents se trouvent également, avec les pics spécifiques aux esters qui s'ajoutent, à savoir : le pic vers 1750 cm^{-1} pour la liaison $\text{C}=\text{O}$ et le pic vers 1160 cm^{-1} pour les groupements $\text{C}-\text{OR}$. Enfin, l'ester naturel présente en plus un pic à 3009 cm^{-1} correspondant au groupement $-\text{CH}$.

Dans l'ensemble des configurations testées, aucune variation significative du spectre IR n'est observable entre avant et après le vieillissement. Toutefois, les analyses menées dans le Chapitre 2 indiquent que l'huile n'a pas été véritablement dégradée par les essais menés. Ainsi, l'observation semble cohérente avec les autres analyses.

L'absence d'apparition de pic de $\text{C}=\text{O}$ vers 1750 cm^{-1} pour les huiles minérales ainsi que les hydrocarbures biodégradables confirme que l'oxydation est un phénomène minoritaire, s'il a lieu, dans les conditions d'essai définies. De plus, la variation d'acidité très marquée pour les esters n'induit pas de variations nettes du pic de $\text{C}=\text{O}$ des spectres infrarouges des esters.

4.3.2. Dégradation du papier

Les analyses infrarouges sur papier permettent, d'après la littérature [52], de suivre la scission des chaînes cellulosiques par hydrolyse en mesurant l'intensité des pics des groupements $-\text{OH}$ du papier se situant dans la zone 3000-3700 cm^{-1} du spectre infrarouge.

De plus, l'évolution du pic à 1750 cm^{-1} permet de suivre le phénomène de transestérification [25] du papier qui se produit selon le mécanisme décrit Figure 40.

Ainsi, les spectres IR des essais réalisés sur 28 jours ont été mesurés sur papier pour les systèmes HM1, ES et EN. Le spectre de l'huile HM1 sert de référence, et les spectres des huiles ES et EN sont effectués afin d'analyser le phénomène de transestérification de la cellulose, pouvant expliquer le ralentissement de la dégradation du papier lors des essais de vieillissement thermique.

Les résultats obtenus sont présentés Figure 138 pour l'huile HM1, Figure 139 pour l'ester synthétique et Figure 140 pour l'ester naturel.

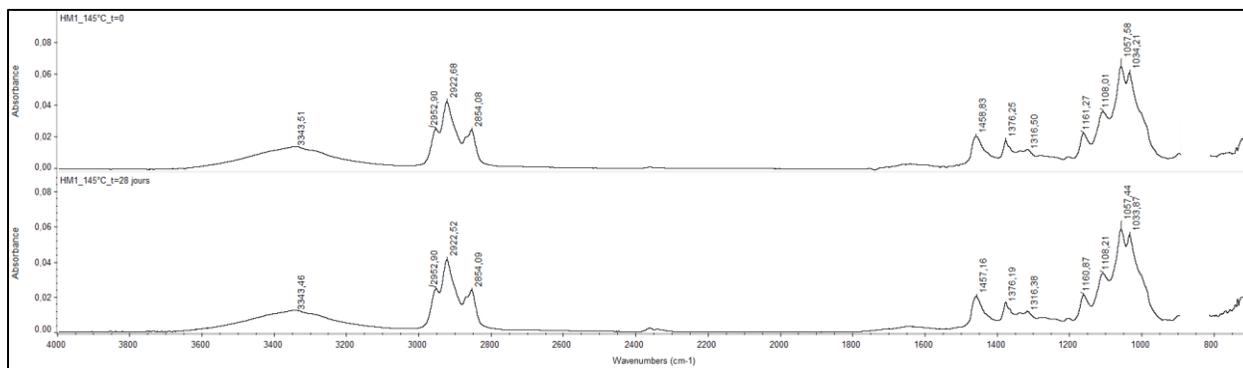


Figure 138 - Spectres IR du papier imprégné à l'huile minérale HM1 avant et après vieillissement à 145°C pendant 28 jours

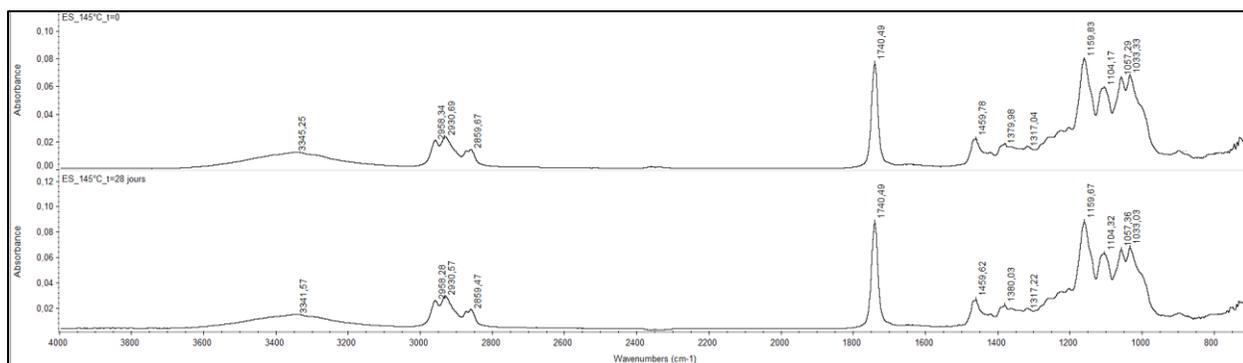


Figure 139 - Spectres IR du papier imprégné à l'ester synthétique ES avant et après vieillissement à 145°C pendant 28 jours

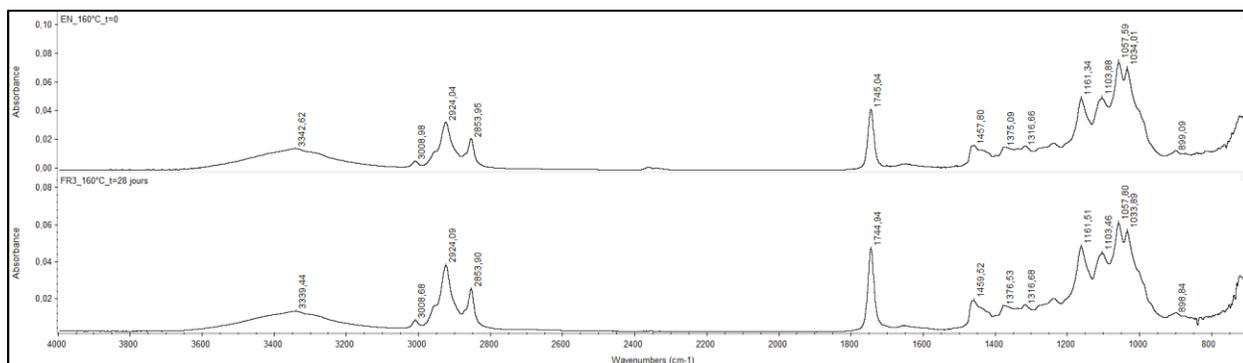


Figure 140 - Spectres IR du papier imprégné à l'ester naturel EN avant et après vieillissement à 160°C pendant 28 jours

Les différents spectres IR des papiers imprégnés sont la somme des pics du papier et des pics de l'huile utilisée pour l'imprégnation. Ainsi, les pics associés au papier kraft sont les suivants : un pic large vers 3340 cm^{-1} pour les groupements -OH, un pic vers 1316 cm^{-1} pour les liaisons C-O, un pic vers 1160 cm^{-1} pour les groupements C-OR, un massif de pics vers 1103, 1058 et 1034 cm^{-1} pour les liaisons C-O.

La comparaison des spectres avant et après essai indique qu'il n'y a pas de nouveaux pics formés du fait du vieillissement thermique appliqué. L'évolution de la dégradation du papier imprégné peut s'évaluer en suivant les variations de l'absorbance des pics d'intérêt dans le spectre IR.

L'évolution de l'absorbance du pic vers 3340 cm^{-1} correspondant aux groupement -OH du papier est représentée Figure 141.

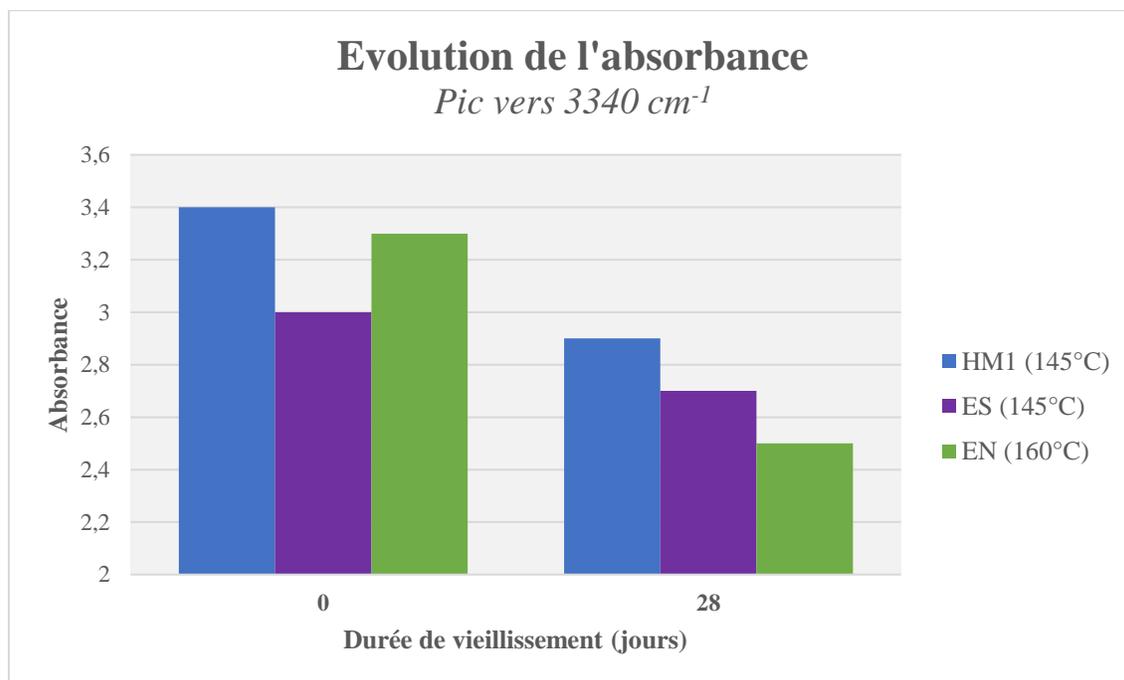


Figure 141 - Evolution de l'absorbance du pic vers 3340 cm^{-1} après 28 jours de vieillissement pour les systèmes HMI, ES et EN

L'absorbance du pic vers 3340 cm^{-1} diminue après l'essai de vieillissement thermique. Ce comportement est cohérent avec la dégradation du papier, induisant une baisse des propriétés mécaniques et donc de la longueur des chaînes de cellulose contenant les groupements -OH.

L'évolution du massif du pic vers 1750 cm^{-1} correspondant à la liaison C=O est représentée Figure 142.

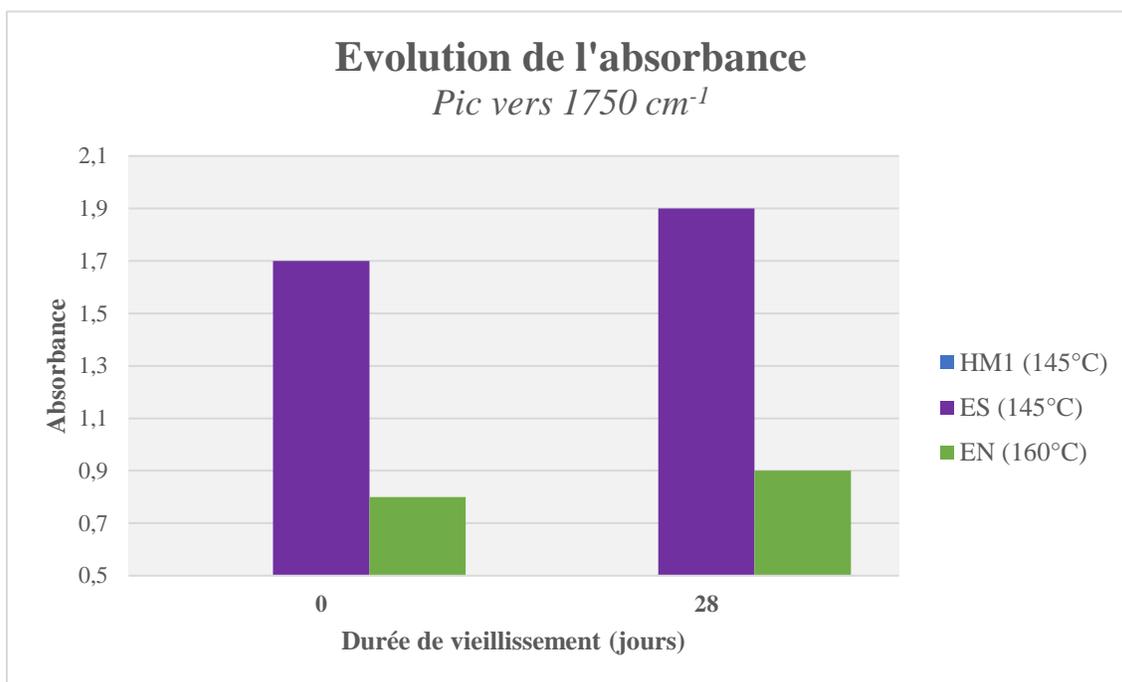


Figure 142 - Evolution de l'absorbance du pic vers 1750 cm^{-1} après 28 jours de vieillissement pour les systèmes HMI, ES et EN

Aucun pic n'est observé à 1750 cm^{-1} dans le cas du système de référence à l'huile minérale inhibée. Cela tend à confirmer une fois de plus que le phénomène d'oxydation est très limité dans les conditions d'essai.

En ce qui concerne les esters, une augmentation du pic vers 1750 cm^{-1} est mesurée après les essais de vieillissement. L'augmentation observée est plus importante pour l'ester synthétique que pour l'ester naturel. Sur la base des spectres réalisés sur l'huile seule, dont l'absorbance de ce pic est restée constante, il en résulte que cette augmentation n'est pas attribuable à l'augmentation de l'acidité après essai. En accord avec la littérature [25], cette augmentation de pic pourrait être attribuée au phénomène de transestérification de la cellulose par l'ester, expliquant en partie la diminution de la vitesse de dégradation de la cellulose. Cependant, l'augmentation d'absorbance observée est de l'ordre de 0,1 à 0,2. Ainsi, il conviendrait de réaliser d'autres essais sur un plus grand nombre d'échantillon afin de s'assurer que l'augmentation est réelle et non attribuable à une variabilité de mesure.

4.4. Synthèse

➤ Furfural

Les essais réalisés ont montré qu'il existe une corrélation forte entre la concentration en furfural et la dégradation des propriétés mécaniques du papier. Exception faite de l'ester naturel dont la forte acidité est très probablement à l'origine de réactions avec le furfural provoquant sa consommation et donc une diminution de la concentration mesurée.

Ces résultats constituent une première étape concluante de l'utilisation de ce marqueur comme outil complémentaire au diagnostic des transformateurs de mesure. Les résultats de l'étude semblent montrer que les huiles biodégradables forment du furfural en quantités similaires aux huiles minérales. Cependant, la littérature mentionne l'influence de la température [123] et du ratio papier-huile [124] sur la production de furfural ainsi que sur l'équilibre de concentration en furfural entre le papier et l'huile. Ainsi, des essais complémentaires en respectant le ratio papier-huile des transformateurs seraient à réaliser à des températures plus proches des conditions de fonctionnement afin de développer des modèles de corrélation qui soient applicables pour des appareils en service.

➤ Méthanol

Les essais réalisés sur 125 et 28 jours ont menés à des états avancés de dégradation qui n'ont fait que confirmer que le méthanol n'est pas applicable à ces stades, probablement à cause de l'instabilité du méthanol en présence d'acidité.

Les essais sur 4 jours, pour lesquels la dégradation a été plus progressive, ont mené à des résultats satisfaisants, même si les corrélations obtenues sont moins importantes que celles observées avec le furfural. Deux causes possibles ont été identifiées : une température trop élevée qui dégrade le méthanol et une quantité de papier faible non représentative de l'application qui conduit à de faibles concentrations en méthanol qui sont donc très sensibles aux variations des résultats.

Ces résultats constituent une première étape encourageante pour l'utilisation du méthanol pour le diagnostic des transformateurs de mesure. Il est intéressant de constater également que ce marqueur semble utilisable également pour les huiles biodégradables. Toutefois, de même que

pour le furfural, des essais complémentaires seraient à réaliser à des températures plus proches des températures de fonctionnement avec un ratio papier-huile représentatif de l'application. Également, les essais seraient à adapter de manière à observer de façon plus fine les premiers stades de dégradation.

➤ **Infrarouge à transformée de Fourier**

Du point de vue de la dégradation de l'huile, aucune observation particulière ne peut être tirée des résultats obtenus. En effet, aucune variation significative des spectres infrarouges n'est observée, ce qui est cohérent avec la faible dégradation de l'huile soulignée par les essais réalisés dans le CHAPITRE 2 : LIQUIDES ISOLANTS ALTERNATIFS. Il peut toutefois être souligné que l'absence d'apparition d'un pic vers 1750 cm^{-1} pour les systèmes à l'huile minérale et aux hydrocarbures biodégradables confirme bien que l'oxydation est un phénomène de dégradation très limité dans les conditions d'essai observées. De plus, il semblerait que la variation de l'acidité des esters ne soit pas non plus visible sur les spectres infrarouges. Cependant, ces essais demeurent intéressants pour la détection des différents types d'huile en établissant une signature chimique.

En ce qui concerne l'étude de la dégradation du papier, une baisse d'absorbance du pic vers 3340 cm^{-1} du groupement -OH est bien cohérente avec une dégradation du papier. Toutefois, cela ne donne pas d'information supplémentaire en comparaison avec les essais mécaniques réalisés. Tout au plus, cela pourrait constituer un élément qualitatif de la dégradation en amont de la réalisation d'autres essais. L'étude du pic vers 1750 cm^{-1} pour les esters a montré une augmentation qui pourrait être le signe d'une transestérification de la cellulose. D'après l'augmentation d'absorbance observée, il semblerait que les esters synthétique et naturel conduisent à une transestérification du papier, entraînant en partie la diminution de la vitesse de dégradation de la cellulose. Toutefois, il convient de vérifier que ces variations relativement faibles sont bien dues à une réaction de transestérification de la cellulose et non à de la variabilité de mesure.

Ainsi, pour l'analyse des liquides, l'utilisation de l'infrarouge semble limitée. Toutefois, les essais réalisés ont conduit à une faible dégradation des liquides, et il conviendrait d'analyser des huiles présentant une dégradation plus importante afin de conclure sur la pertinence de cette analyse pour le diagnostic. Pour ce qui est de l'analyse du papier, l'intérêt majeur porte sur l'étude des esters à travers le suivi du phénomène de transestérification pouvant mener à une meilleure compréhension

de l'amélioration des performances du papier en combinaison avec les esters. En dehors de cet aspect, l'apport de l'analyse du papier par infrarouge au diagnostic semble limité.

5. Conclusion

Les différents essais réalisés ont permis d'apprécier la pertinence de potentielles nouvelles méthodes d'analyse afin d'améliorer le diagnostic des transformateurs de mesure en service.

Pour ce qui est de la dégradation de l'huile, les mesures en infrarouge n'ont pas donné des résultats concluants puisque d'une part, le phénomène d'oxydation est très limité dans les conditions d'essai, et d'autre part, l'huile n'est pas fortement dégradée. Ainsi, il peut être conclu que ces analyses ne semblent pas pertinentes pour le monitoring des transformateurs de service. Tout en soulignant, que des essais complémentaires pourraient être menés sur l'analyse infrarouge avec des huiles plus fortement dégradées afin de pouvoir conclure véritablement.

Pour ce qui est de la dégradation du papier, le furfural et le méthanol ont donné des résultats satisfaisants. Toutefois, le méthanol n'est applicable qu'aux faibles stades de dégradation et la précision de monitoring obtenue est moins élevée que celle du furfural. Il a toutefois été identifié que la haute température d'essai en comparaison aux températures en service pourrait expliquer une corrélation plus faible de la production de méthanol avec la dégradation du papier. Ainsi, il peut être conclu que la mesure du méthanol pourrait être applicable mais qu'elle nécessiterait des essais complémentaires. Pour ce qui est du furfural, à l'exception de l'ester naturel, les résultats obtenus semblent montrer que cette technique d'analyse présente une forte précision pour le suivi de dégradation du papier. Toutefois, cette mesure présente une forte dépendance au ratio papier-huile et à la température qu'il conviendrait d'étudier plus en détails.

CHAPITRE 4 : GELS DE SILICONE

1. Introduction

Les élastomères de silicone, et plus particulièrement sous forme de gels, ont été identifiés comme une potentielle alternative aux matériaux isolants actuellement utilisés pour les transformateurs de mesure afin de réduire le risque d'incendie en cas d'explosion de ces appareils.

Une première question pourrait être de savoir pourquoi la solution gel silicone est retenue alors que la partie précédente concernant les liquides alternatifs a mis de côté la solution huile silicone. En effet, tout comme les huiles, les gels silicones présentent une biodégradabilité plus faible que les huiles minérales. Cependant, le risque de pollution de l'environnement proche du transformateur est lié aux fuites du liquide isolant. Et de ce point de vue, les risques de fuite du gel silicone sont quasi-nulles. Ainsi, la plus faible biodégradabilité du gel silicone n'est pas un élément bloquant dans ce cas précis.

Les gels silicones sont dans un état physique différent des huiles minérales, situé entre l'état liquide et l'état solide. De plus, dans le domaine de l'électrotechnique, l'utilisation majoritaire de ces gels silicones concerne les convertisseurs de puissance, qui sont des boîtiers de taille relativement modeste en comparaison avec les transformateurs de mesure. Un premier élément concerne donc les paramètres à prendre en compte en termes de préparation de ces gels et l'influence de ces derniers pour une production à grande échelle.

Aussi, dans le chapitre 1 (Etat de l'art), nous avons mis en évidence des propriétés considérées comme intéressantes du point de vue de l'isolation des transformateurs de mesure, comme une tenue diélectrique attendue supérieure aux huiles minérales, et de potentiels inconvénients comme une valeur d'expansion thermique légèrement plus élevée. Ainsi, un second élément concerne la caractérisation physico-chimique de ces gels en vue de vérifier les hypothèses évoquées.

L'objectif visé par cet aspect du projet est d'avoir une meilleure compréhension physique du gel silicone et d'identifier les contraintes particulières qui sont à prendre en compte pour une utilisation de ces matériaux pour l'isolation des transformateurs de mesure.

2. Choix des matériaux

Les gels silicones RTV-2 s'obtiennent par le mélange de deux composants appelés Partie A et Partie B. La composition générale de ces élastomères utilisés pour l'isolation électrique comprend les éléments suivants (Tableau 46) [125,126,127] :

Tableau 46 - Composition générale d'un gel silicone à usage électrotechnique

Elément	Composé	Descriptif	Teneur (%massique)
Silicone	PolyDiMéthylSiloxane (PDMS)	Chaînes linéaires de silicone avec groupements secondaires méthyles (CH ₃) comprenant également des groupement alkyles (C=C) et des atomes d'hydrogène (C-H) pour la réticulation	94,950-99,998
Catalyseur	Réactif de Karstedt	Catalyseur de la réaction de polyaddition le plus utilisé dans l'industrie	0,001-0,050
Inhibiteur	Diméthyl fumarate	Inhibiteur possible de la réaction de polyaddition	0,001-5,000

La longueur des chaînes de PDMS fait varier la viscosité des parties A et B, ainsi que celle du gel une fois polymérisé. La teneur en inhibiteur et catalyseur influe sur la durée de vie en pot du mélange (i.e. durée pendant laquelle la viscosité est suffisamment faible pour que le mélange soit travaillé) ainsi que sur le temps de polymérisation des parties A et B.

D'autres éléments peuvent entrer dans la composition du gel silicone. Les parties A et B sont généralement toutes deux transparentes. Ainsi, un colorant peut être ajouté à l'une des parties A ou B afin de jouer le rôle de détrompeur. Aussi, les gels silicones présentent la propriété d'être des fluides incompressibles. Des microsphères peuvent être ajoutées en charges dans la composition afin de rendre le gel compressible.

Parmi les différentes compositions de gels silicones disponibles sur le marché, quatre références (Tableau 47) ont été sélectionnées pour les essais.

Tableau 47 - Caractéristiques principales des gels silicones étudiés

Abbréviation	Couleur	Viscosité Partie A/B (mm ² /s)	Durée de vie en pot à T _{amb}	Type
GSI1	Transparent	450	>24h	Incompressible
GSI2	Transparent	8000-11000	2min	Incompressible
GSI3	Bleu	1000	140min	Incompressible
GSC	Blanc	4000	100min	Compressible

L'ensemble de ces références est représentatif des différences de composition pouvant exister pour une application électrotechnique.

3. Préparation des gels silicones

La préparation des gels silicones RTV-2 se fait en trois étapes distinctes : mélange des parties A et B, puis dégazage et enfin polymérisation du fait de la réaction de polyaddition (Figure 52) qui se produit entre les parties A et B mélangées.

3.1. Mélange

L'étape du mélange permet de mettre en contact les parties A et B de façon homogène. Le premier élément à prendre en compte lors de cette étape est la proportion de parties A et B à introduire afin que la réaction soit optimale. La proportion idéale peut différer selon la composition. Dans le cas des gels sélectionnés pour cette étude, le ratio 50% partie A et 50% partie B est le mélange optimal indiqué sur les fiches techniques de ces produits. Un écart trop important sur les proportions peut avoir pour conséquence, sur le produit final obtenu (Figure 143), de rester à l'état liquide ou au contraire devenir plus caoutchouteux que la texture molle attendue pour un gel.

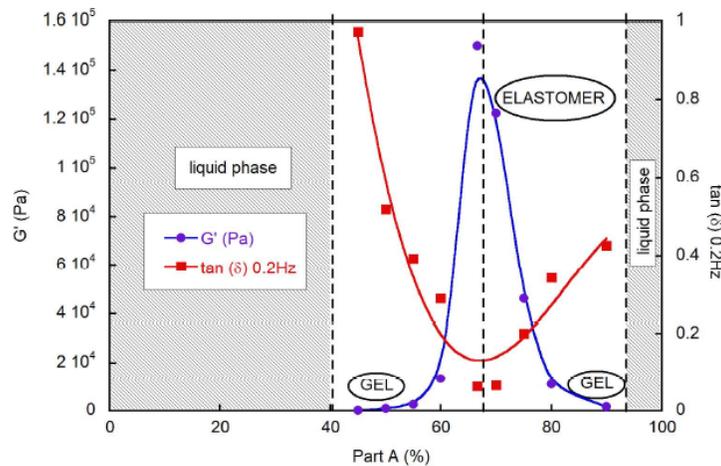


Figure 143 - Impact de la proportion en partie A sur l'état physique du produit silicone obtenu après préparation [128]

Les proportions entre parties A et B sont déterminées par pesée. Le mélange est ensuite réalisé de façon manuelle pendant quelques minutes, le temps que la mixture soit homogène.

Dans le cas particulier du gel GSC, qui contient des microsphères qui le rendent compressible, une étape préalable d'homogénéisation des parties A et B est nécessaire avant de les mélanger entre elles. En effet, comme illustré en Figure 144, la phase contenant les microsphères a tendance à se séparer de la partie PDMS à l'état liquide.

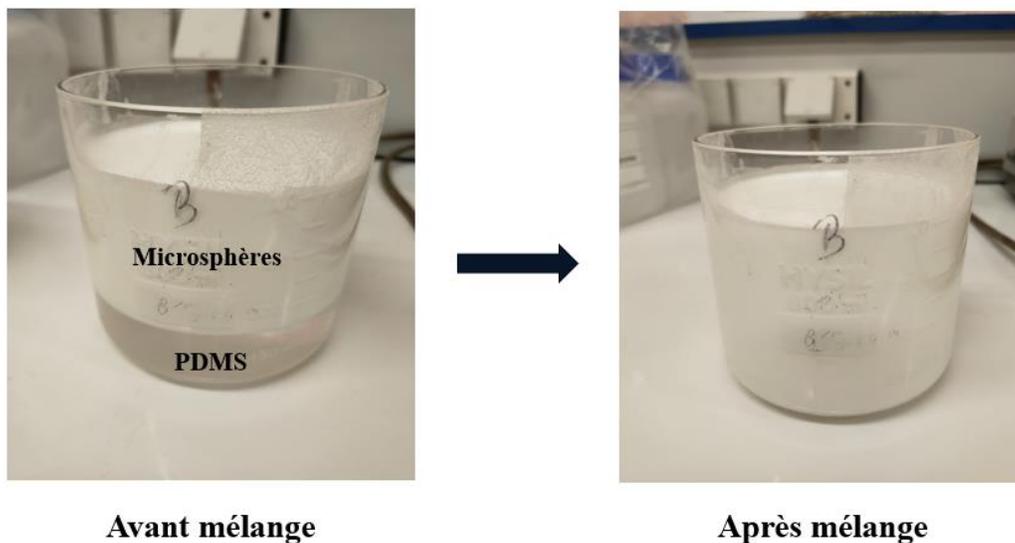


Figure 144 - Partie B du gel GSC avant et après homogénéisation

3.2. Dégazage

Le dégazage est un aspect primordial de la préparation des gels silicones à usage électrotechnique. En effet, c'est lors de cette étape que les bulles d'air qui sont présentes dans la mixture, essentiellement introduites lors du mélange, sont retirées. La présence de bulles d'air pourrait avoir des conséquences très négatives sur les propriétés finales du gel silicone et notamment une baisse significative de la tenue diélectrique.

Le dégazage est une étape réalisée en mettant le mélange des parties A et B sous vide. Cette étape est considérée comme terminée lorsque plus aucune bulle d'air ne s'échappe du mélange. Cette étape réalisée sur le gel GSI2 est illustrée en Figure 145.

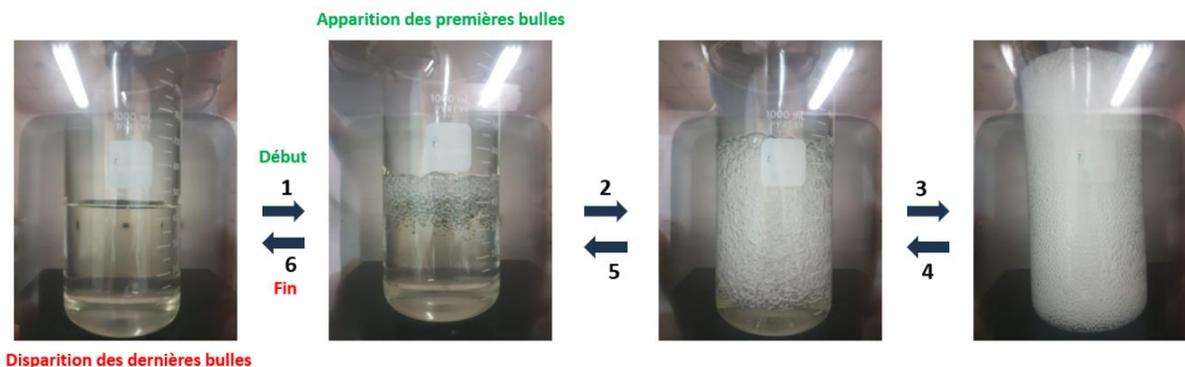


Figure 145 - Etape de dégazage du gel silicone SGI2

Pendant le dégazage, deux éléments sont à prendre en compte : l'expansion du gel lors de l'évacuation des bulles d'air et la non-volatilisation de composés rentrant dans la composition du gel en appliquant un vide trop poussé ou encore en le laissant trop longtemps.

A noter que le phénomène d'expansion du gel avec l'évacuation des bulles semble dépendre de la viscosité initiale des parties A et B. En effet, le dégazage illustré dans la Figure 145 concerne le gel dont les parties A et B sont les plus visqueuses (Tableau 47). Cependant, pour les autres gels étudiés, dont la viscosité est moindre, une telle expansion du volume n'a pas été observée.

3.3. Polymérisation

L'étape de polymérisation constitue la dernière étape de la préparation des gels silicones. La durée de cette étape va dépendre de la composition des parties A et B, de la quantité de gel à préparer ainsi que de la température. Cette durée est forcément supérieure à la durée de vie en pot.

Le sigle RTV pour Room Temperature Vulcanizing implique qu'en théorie, quelles que soient les compositions, l'ensemble des gels peuvent polymériser à température ambiante. Cependant, selon la teneur en inhibiteur et en catalyseur, cette étape peut s'étaler sur des durées estimées trop longues et la polymérisation peut être accélérée par la température.

Un élément important à prendre en compte lors de cette étape est l'expansion thermique du gel. En effet, une température de polymérisation beaucoup plus élevée que la température d'utilisation peut entraîner une déformation du gel par rétractation en revenant à la température d'utilisation. Ce phénomène est illustré Figure 146 lors d'un test sur le gel GSII.

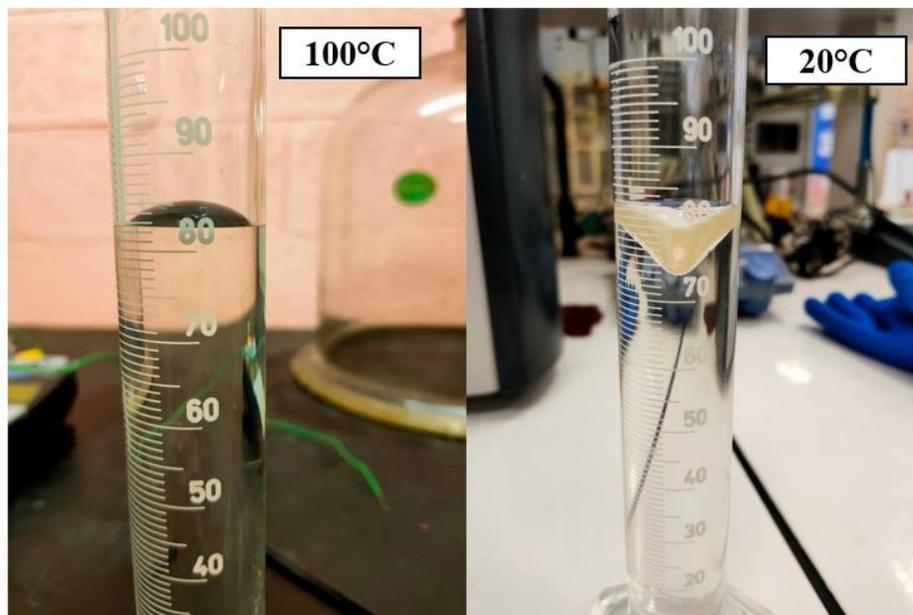


Figure 146 - Phénomène de rétraction sur le gel GSI1 après polymérisation à 100°C et utilisation à 20°C

L'ensemble des essais sur les gels sont réalisés à température ambiante ($\sim 20^{\circ}\text{C}$). Ainsi, en prenant en compte ce phénomène, la température d'accélération de la polymérisation a été réduite et fixée à 60°C pour une durée d'une heure. Cela a conduit à des résultats satisfaisants en termes de préparation, sans phénomène de rétractation important.

A noter que dans le cas du gel GSI2, le temps de polymérisation étant très rapide, la polymérisation a lieu en 15 minutes à température ambiante sans avoir besoin de mettre en température la préparation. Cela est également cohérent avec le temps de vie en pot de ce gel qui est très court (2 minutes).

Les conditions de polymérisation optimales sont à déterminer au cas par cas en fonction de la composition, du volume à polymériser ainsi que de la température d'utilisation finale du gel silicone préparé.

4. Techniques expérimentales

4.1. Tension de claquage

Les essais de tension de claquage sont réalisés dans la même cellule et le même appareillage que ceux utilisés pour les huiles. Ainsi, la description générale de cet essai reste similaire à celle du CHAPITRE 2 : LIQUIDES ISOLANTS ALTERNATIFS.

Une cellule dédiée spécifiquement au gel silicone est utilisée afin de ne pas polluer les mesures sur les huiles et inversement. Le mélange et le dégazage des parties A et B se font d'abord dans un bécher puis le mélange est versé dans la cellule de mesure. Il a été observé que des bulles sont introduites dans le mélange lors du remplissage de la cellule de mesure de la tension de claquage. Ainsi, une étape de dégazage de la cellule après introduction du mélange a été ajoutée à la procédure, comme illustré en Figure 147.

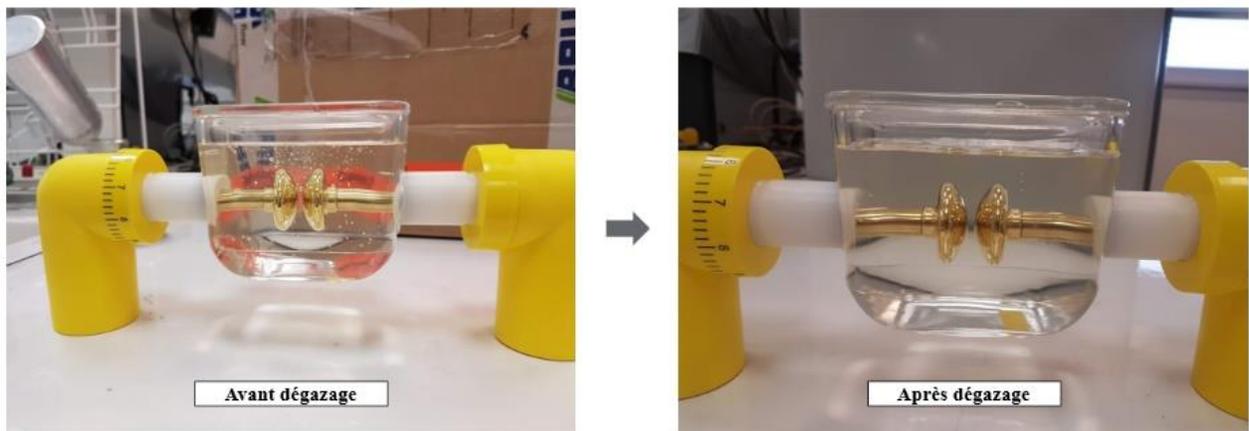


Figure 147 - Etape de dégazage de la cellule de mesure de la tension de claquage

D'autre part, du fait de sa texture très visqueuse, il n'y pas d'agitation du gel lors de l'essai de claquage alors que c'est le cas pour les essais sur les huiles par exemple.

4.2. Expansion thermique

L'expansion thermique est mesurée en préparant 80mL de gel dans une éprouvette graduée de 100mL. Afin de faciliter la lecture de la variation de volume, 10mL d'ester naturel de couleur verte sont ajoutés à la surface du gel. L'essai est illustré dans la Figure 148 ci-après.



Figure 148 - Essai d'expansion thermique sur gel silicone

Les volumes introduits initialement sont déterminés à 20°C, la valeur de référence. Puis les variations de volumes sont mesurées dans la gamme de températures entre -20°C et 120°C. L'expansion thermique du gel est ensuite calculée à l'aide des équations (25) et (26) par rapport à la température de référence, tout en calculant et retranchant au résultat l'expansion thermique de l'huile dont la valeur est connue.

$$\text{Volume gel (T)} = \text{Volume total (T)} - \text{Volume huile (20°C)} * \alpha_{\text{huile}} * (T - 20) \quad (25)$$

$$\% \text{Expansion thermique (T)} = \frac{\text{Volume gel (T)} - \text{Volume gel (20°C)}}{\text{Volume gel (20°C)}} * 100 \quad (26)$$

Où :

- Volume total – Addition des volumes de l'huile et du gel en mL
- Volume gel – Volume du gel seul en mL
- T – Température de l'essai en °C
- α_{huile} – Coefficient d'expansion thermique de l'huile en °C⁻¹ (=7,4*10⁻⁴ pour l'ester naturel)

5. Caractérisation

5.1. Structure chimique

La première partie de la caractérisation concerne la structure chimique des différents gels silicones, une fois polymérisés. Les spectres obtenus en IRTF avec la méthode par réflexion (32 scans, résolution 4cm^{-1}) sont représentés en Figure 149.

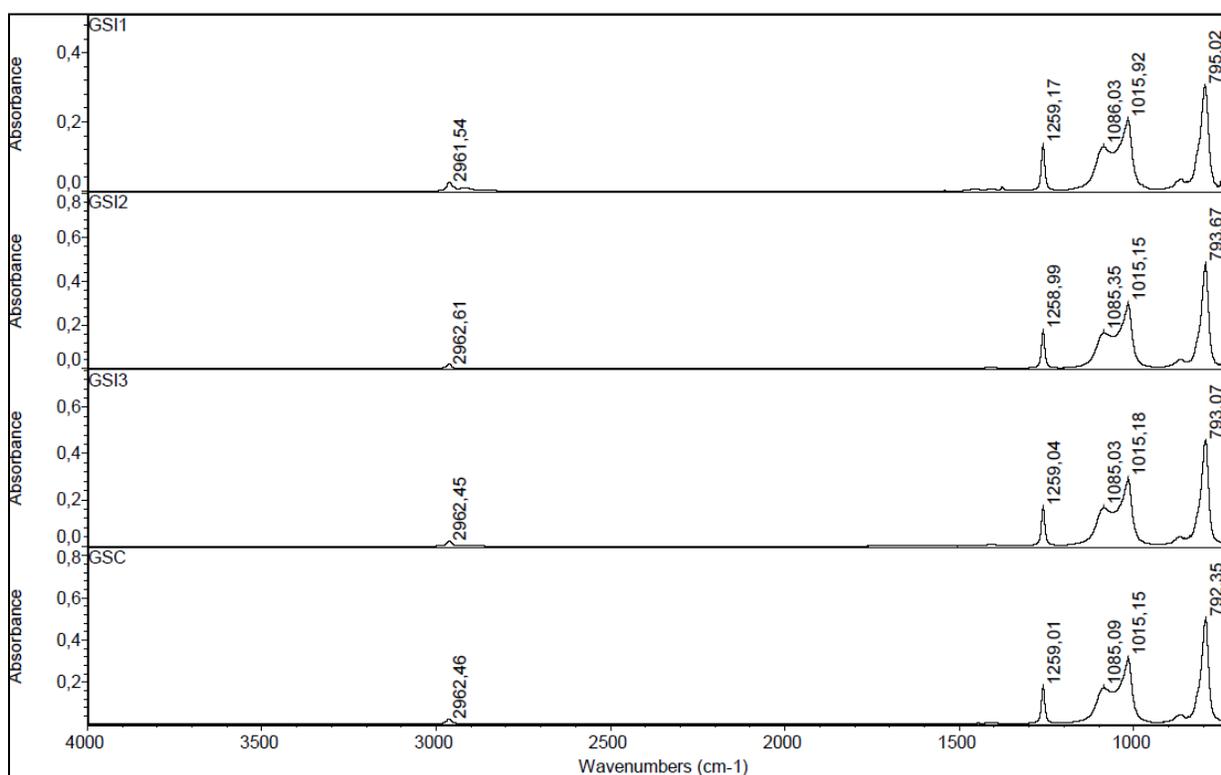


Figure 149 - Spectres IRTF par réflexion des différentes références de gels silicones

Les pics caractéristiques principaux sont les mêmes pour l'ensemble des références, indiquant une structure chimique commune. Ces pics correspondent au squelette de silicone. D'après la littérature [129], les correspondances suivantes peuvent être faites : le pic à 2962 cm^{-1} correspond à un groupement $-\text{CH}_3$, celui à 1258 cm^{-1} correspond à la liaison Si-C, le double pic à 1085 et 1015 cm^{-1} ainsi que le pic à 793 cm^{-1} correspondent aux liaisons Si-O-Si.

A noter que les pics correspondant aux microsphères contenues dans la formulation du gel silicone GSC n'apparaissent pas. La méthode employée n'est peut-être pas assez sensible pour faire apparaître les pics correspondant à la teneur en microsphères.

Pour ce qui est de la structure exacte de ces microsphères, il est difficile d'obtenir des informations précises car il s'agit d'un secret industriel sur la composition. Toutefois, les brevets EP0971369A1 [130] et WO2000017261A1 [131] donnent des éléments de réponse : la sphère peut être composée de poly(chlorure de vinyle) ou polyvinylchloride (PVC), en anglais ou d'acétonitrile (ACN), et le gaz contenu dans les sphères peut être composé d'hydrocarbures volatils comme l'isobutane, l'isopentane ou encore le cyclopentane.

5.2. Tension de claquage

Les résultats des essais de tension de claquage réalisés sur les gels silicones sont donnés en Figure 150 pour un gap inter-électrodes de 2,5mm et

Figure 151 pour un gap de 1mm. Le temps d'attente entre deux répétitions est de 2 minutes, qui sont les conditions d'essai sur l'huile minérale.

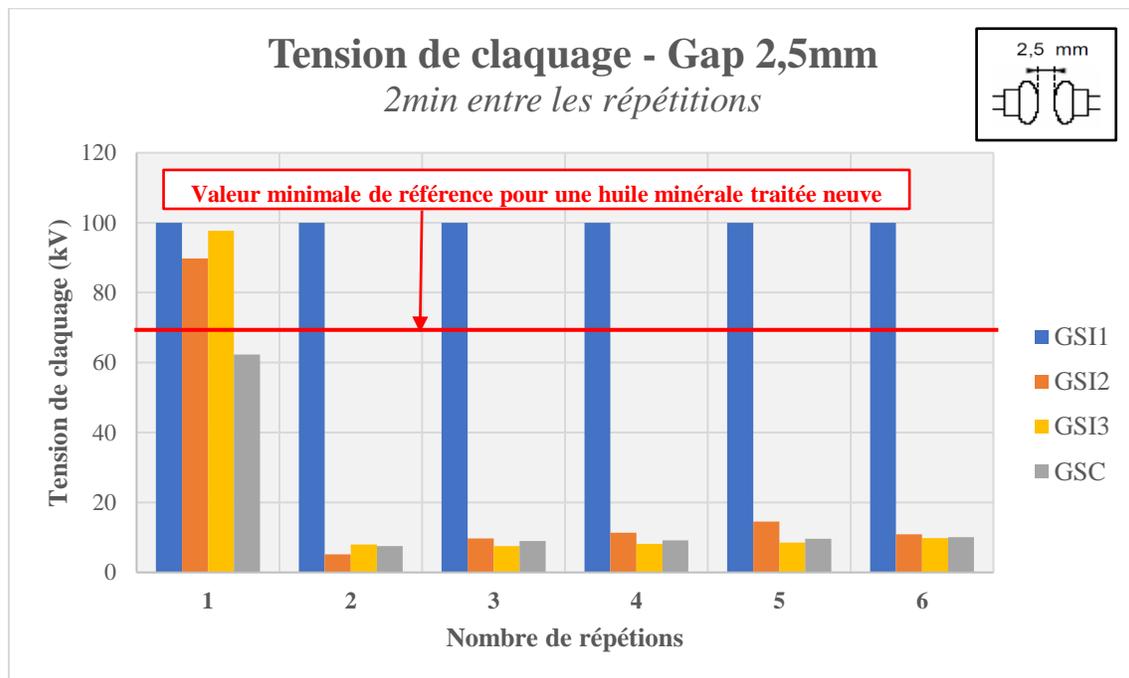


Figure 150 - Essais de claquage sur gels silicones avec un gap de 2,5mm et 2 minutes d'attente entre chaque répétition

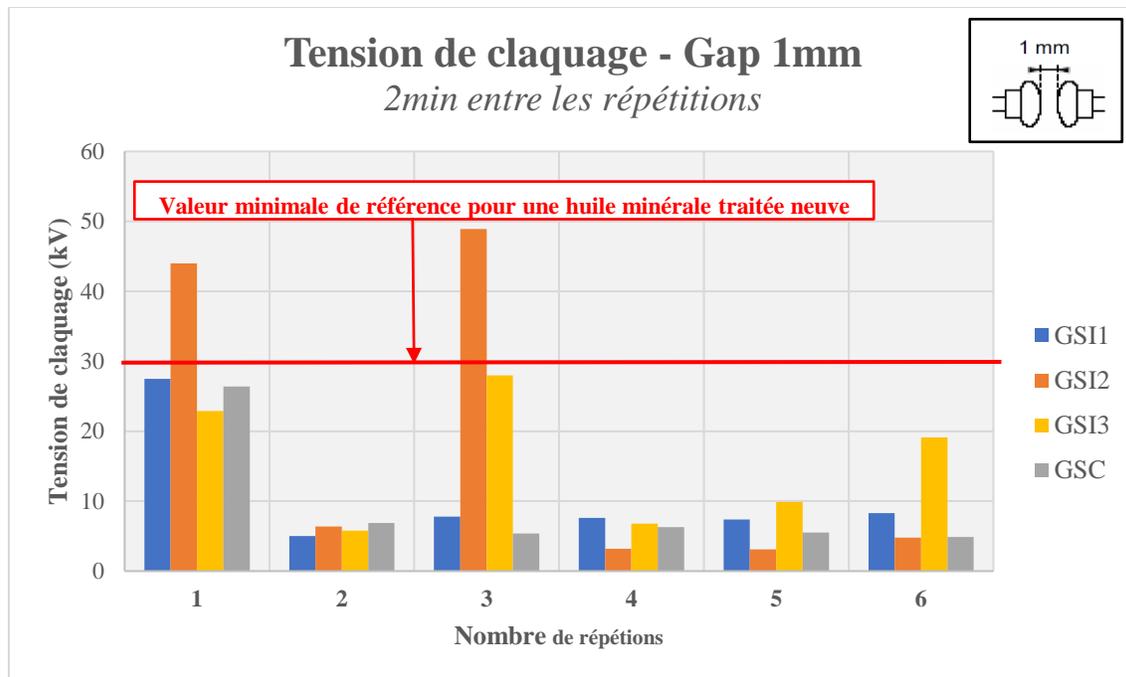


Figure 151 - Essais de claquage sur gels silicones avec un gap de 1mm et 2 minutes d'attente entre chaque répétition

Les valeurs obtenues pour la tension de claquage baissent fortement après le 1^{er} essai. Une observation similaire a été faite par O. AGRI et al. [132]. Cela est dû à l'apparition de bulles de gaz (Figure 152) suite au claquage entre les électrodes. Cependant, il semblerait que ces bulles de gaz ont tendance à disparaître au bout d'un certain temps (Figure 152).

A noter que la valeur de la tension de claquage du gel GSI1 avec un intervalle inter-électrodes (gap) de 2,5mm dépasse la capacité de l'appareil qui est de 100kV, ce qui explique que la valeur ne baisse pas entre les répétitions des essais, comme le claquage n'a pas lieu. Et les valeurs plus élevées avec un intervalle inter-électrodes de 1mm pour les gels GSI2 et GSI3 en 3^{ème} répétition et GSI3 en 6^{ème} répétition sont attribuées à un phénomène statistique.

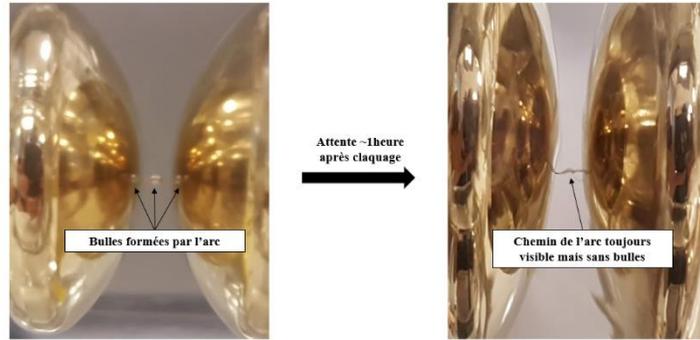


Figure 152 - Apparition de bulles de gaz après claquage et disparition de ces bulles de gaz après repos du gel suite au claquage

Ainsi, sur les mêmes échantillons, les essais de claquage ont été réalisés mais en laissant cette fois-ci un temps d'attente d'au moins 1 heure entre chaque mesure, le temps que les bulles disparaissent. Les résultats de ces essais sont donnés en Figure 153 pour un intervalle inter-électrodes de 2,5mm et en Figure 154 pour un intervalle inter-électrodes de 1mm.

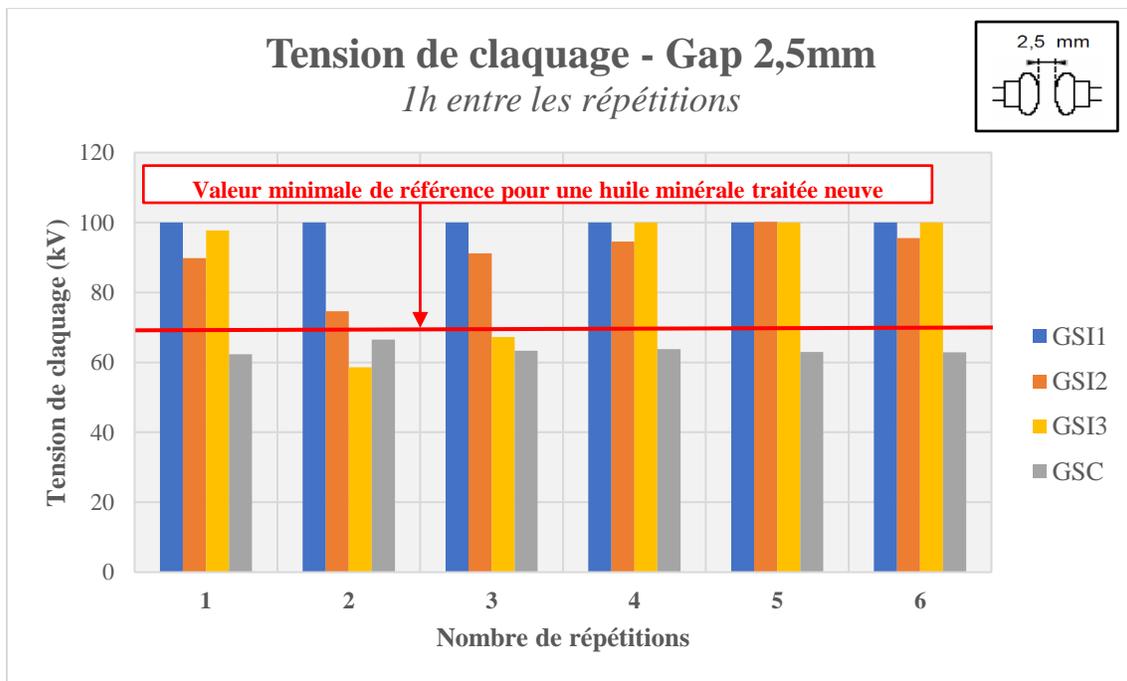


Figure 153 - Essais de claquage sur gels silicones avec un gap de 2,5mm et 1 heure d'attente entre chaque répétition

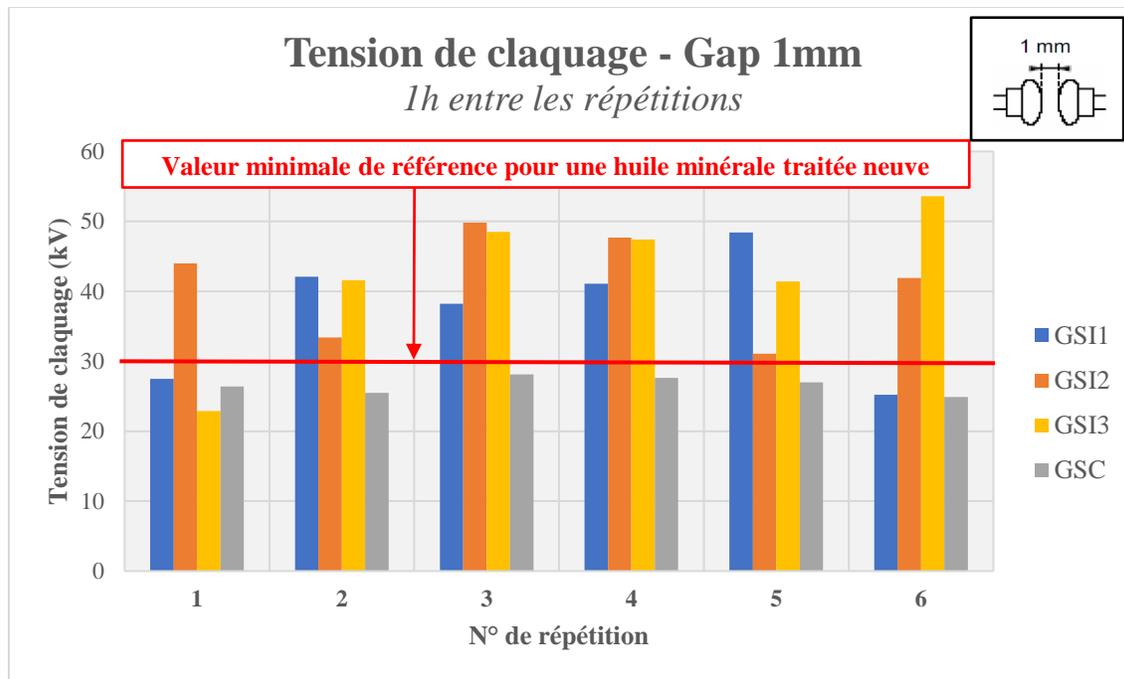


Figure 154 - Essais de claquage sur gels silicones avec un gap de 1mm et 1 heure d'attente entre chaque répétition

Les résultats obtenus en laissant un temps d'attente plus important entre deux répétitions de mesure sont plus élevés que ceux obtenus précédemment pour un temps d'attente de 2 minutes. Cela tend à confirmer les observations faites sur l'apparition et la disparition des bulles de gaz entre les électrodes.

Des calculs de valeurs moyennes et de déviation standard ont été réalisés pour l'ensemble des configurations. Les résultats sont compilés dans le Tableau 48.

Tableau 48 - Résultats des essais de tension de claquage avec un temps d'attente d'une heure entre deux répétitions

Gel	Gap (mm)	Moyenne (kV)	Dév. Standard (kV)	Rigidité diélectrique (kV/mm)
GSI1	1,0	37,1	9,0	37,1
	2,5	>100,0	0*	>40
GSI2	1,0	41,3	7,6	41,3
	2,5	90,9	8,8	36,4
GSI3	1,0	42,6	10,7	42,6
	2,5	87,3	19,1	35,0
GSC	1,0	26,6	1,2	26,6
	2,5	63,6	1,5	25,4

*Valeur de claquage >100kV donc pas de réelles valeurs de mesure pour calculer la déviation standard

Les valeurs obtenues pour l'ensemble des gels silicones incompressibles (GSI1, GSI2 et GSI3) sont supérieures aux valeurs obtenues pour le gel silicone compressible (GSC).

Pour un intervalle inter électrodes (ou gap) de 1mm, la tension de claquage est d'environ 40kV pour un gel incompressible et de 27kV pour un gel compressible. De même, pour un gap de 2,5mm, la tension de claquage vaut plus de 90kV pour un gel incompressible et plus de 60kV pour un gel compressible.

Pour rappel, la valeur minimale requise pour une huile minérale neuve, après traitement utilisée dans un transformateur doit être supérieure à 70kV sur 2,5mm. Ainsi, de ce point de vue, l'ensemble des gels silicones incompressibles testés satisfont et dépassent même largement ce critère. Cependant, cette observation est à nuancer sachant que des huiles traitées peuvent également atteindre plus de 90kV de tension de claquage avec un gap de 2,5mm. Les valeurs de tension de claquage obtenues pour le gel compressible sont légèrement inférieures à cette valeur de 70kV attendue pour les huiles.

Il est intéressant également de souligner la stabilité de la valeur de tension de claquage du gel compressible en comparaison avec les gels incompressibles. En effet, l'écart de déviation standard est d'environ 10kV pour les gels incompressibles alors qu'il ne dépasse pas les 1,5 kV pour les gels compressibles.

5.3. Expansion thermique

Les résultats obtenus pour la mesure de l'expansion thermique des gels silicones, selon la méthode décrite la section des techniques expérimentales, sont donnés en Figure 155.

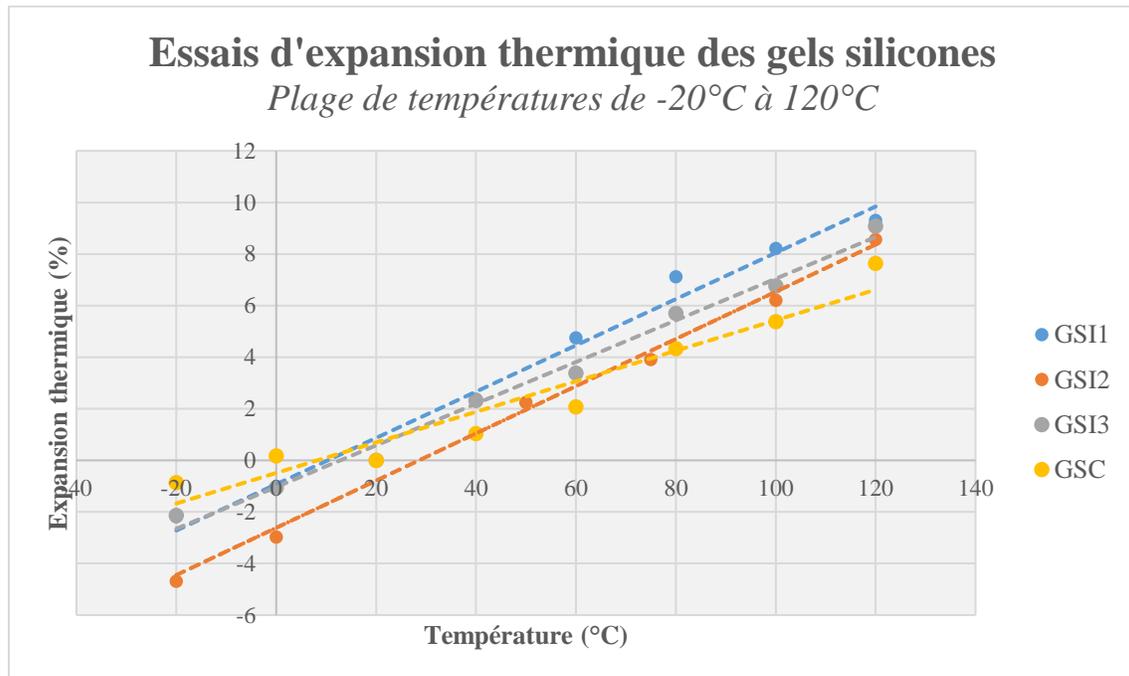


Figure 155 - Essais d'expansion thermique sur les gels silicones

Les régressions linéaires obtenues sont de la forme :

$$\%expansion\ thermique(T) = \alpha * (T - 20) + b \quad (27)$$

Où :

- T – Température de l'essai en °C
- α – Coefficient d'expansion thermique du gel en $\% \cdot ^\circ C^{-1}$
- b – Ordonnée à l'origine de la régression (doit être proche de 0)

Les valeurs des différents termes de l'équation (27) ont été calculées pour les différents gels et sont données dans le Tableau 49.

Tableau 49 - Calculs des coefficients d'expansion thermique des différents gels

Gel	α (%. $^{\circ}\text{C}^{-1}$) . 10^{-2}	b	R ²
GSI1	8,95	0,87	0,98
GSI2	9,14	0,78	0,99
GSI3	8,06	0,28	0,99
GSC	5,91	0,70	0,93

La valeur du coefficient d'expansion thermique des gels silicones incompressibles varie entre 8 et $9.10^{-2} \text{ \%}.\text{C}^{-1}$, confirmant ainsi la valeur attendue, d'après la littérature [83,87]. Le gel silicone compressible présente un coefficient légèrement plus faible d'environ $6.10^{-2} \text{ \%}.\text{C}^{-1}$. Ainsi, ces valeurs sont bien du même ordre de grandeur que l'expansion thermique des huiles minérales dont la valeur typique est de $7,5.10^{-2} \text{ \%}.\text{C}^{-1}$.

Les transformateurs de mesure étant des appareillages fermés, il serait intéressant d'étudier la force exercée par le gel dans le cas des gels incompressibles du fait de cette expansion thermique. Une étude faite par un fournisseur de gel silicone [133] donne des éléments de réponse à ce sujet. Les résultats présentés (Figure 156) concernent la mesure de la pression exercée par différents produits silicones dont un gel en fonction de la température, en partant d'une température de référence de 20°C.

Thermal Expansion Pressure Over Silicone Durometer Ranges

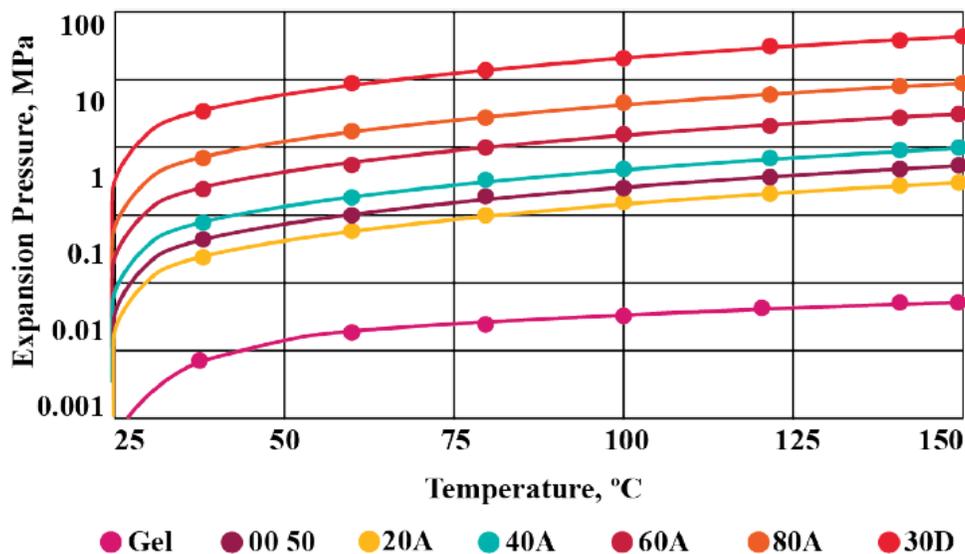


Figure 156 - Evolution de la pression exercée par les produits silicones avec l'expansion due à la température [133]

Ainsi, d'après cette étude, la surpression engendrée en milieu fermé par l'expansion d'un gel incompressible peut atteindre entre 0,01 et 0,1 MPa, soit entre 0,1 et 1 bar. En ce qui concerne le gel compressible, l'utilisation des microsphères permet d'absorber la surpression engendrée par l'expansion, mais cela serait à vérifier en réalisant des essais similaires à ceux présentés en Figure 156.

6. Conclusion

Les différents essais réalisés constituent une première étape dans la compréhension du matériau gel silicone en vue d'une possible utilisation pour l'isolation des transformateurs de mesure.

Du point de vue de la préparation, les éléments suivants ont été soulignés :

- Le respect du ratio approprié entre partie A et partie B est important pour obtenir les propriétés finales souhaitées.
- Le dégazage du mélange peut provoquer une importante expansion du volume, qui est d'autant plus importante que les parties A et B sont visqueuses.
- La température de polymérisation doit être sélectionnée en fonction de l'utilisation avec précaution afin de ne pas induire un phénomène de déformation du gel.

Du point de vue de la caractérisation, les éléments suivants ont été soulignés :

- La structure chimique de base des différents gels silicones utilisés pour une application électrotechnique est la même.
- La tension de claquage des gels ne peut pas être mesurée de la même façon que les huiles car les gaz qui apparaissent entre les électrodes après claquage ne disparaissent pas immédiatement. On est en quelques sortes entre le claquage d'un liquide et le claquage d'un solide.
- Un temps d'attente plus long entre deux répétitions de claquage, fixé à 1 heure pour les essais, permet d'obtenir des valeurs de claquage qui sont du même ordre de grandeur que la valeur initiale, suggérant des propriétés autoréparantes du gel au bout d'un temps donné.
- Les valeurs obtenues pour la tension de claquage sont en accord avec les valeurs attendues pour une utilisation dans un transformateur et sont mêmes supérieures dans le cas des gels silicones incompressibles.

- L'expansion thermique des gels silicones incompressibles peut induire des surpressions pouvant aller jusqu'à 1 bar au sein d'un volume fermé.

Ainsi, les gels incompressibles GSI1 et GSI3 sont intéressants du fait de la faible viscosité de leurs parties A et B, n'induisant pas de soucis particuliers lors de l'étape de dégazage. Également, la valeur de tension de claquage obtenue pour ces gels est bien supérieure à celle attendue pour une utilisation dans un transformateur. Cependant, la surpression créée par l'expansion thermique est un élément à prendre en compte, en envisageant par exemple un dispositif de compensation de la pression, comme cela existe pour les huiles. L'avantage du gel GSI3, en comparaison du gel GSI1, réside dans le colorant détrompeur de couleur bleu, présent dans la composition de la partie B et qui pourrait, notamment à échelle industrielle, éviter des erreurs lors du mélange. Ainsi, outre cette distinction, les gels GSI1 et GSI3 pourraient être des matériaux intéressants sur lesquels les investigations doivent être poussées.

En ce qui concerne le gel GSI2, les propriétés de tension de claquage et d'expansion thermique sont les mêmes que pour les gels GSI1 et GSI3. Cependant, la plus grande viscosité des parties A et B nécessite de prendre un volume plus grand lors de l'étape de dégazage afin de compenser l'expansion en volume du gel. Cet élément est clairement un désavantage en comparaison des deux autres. D'autre part, pour ce gel, la durée de vie en pot est très faible et la polymérisation se fait très rapidement en environ 15 minutes à température ambiante. Ainsi, pour la préparation industrielle d'un transformateur, cette rapidité peut être également un désavantage, avec un gel qui pourrait polymériser avant que le remplissage complet de l'appareil ne soit effectué. Pour ces différentes raisons, le gel GSI2 ne serait pas préconisé pour une utilisation dans un transformateur.

Enfin, le gel compressible GSC nécessite une étape supplémentaire lors du mélange. En effet, les parties A et B nécessitent d'être homogénéisées séparément avant d'être mélangées. Cela constitue un désavantage en comparaison des autres gels testés. Aussi, la valeur de la tension de claquage est plus faible, bien qu'en accord avec les valeurs attendues pour une utilisation dans un transformateur. Ainsi, l'avantage d'une meilleure tenue diélectrique que les huiles ne concerne pas ce type de gels silicones. Cependant, une propriété intéressante de ces gels serait de ne pas induire de surpression lors de l'expansion thermique. Cet élément est à vérifier mais cela constituerait un avantage majeur en comparaison avec les autres gels, car cela impliquerait qu'aucun système de

compensation du volume de gel ne serait nécessaire. Ainsi, le gel GSC constitue également une alternative intéressante sur laquelle il faudra pousser les investigations.

Suite à ces premiers essais, les gels GSI1 et GSI3 incompressibles apparaissent comme les meilleurs candidats avec une meilleure tenue diélectrique que les huiles et une expansion thermique du même ordre de grandeur, bien que légèrement supérieure. Le gel GSI3 est préférable au gel GSI1 dans l'optique d'une industrialisation. En effet, la couleur bleue utilisée comme détrompeur dans la partie B du mélange permet d'éviter d'éventuelles erreurs lors du mélange des deux parties. Toutefois, le gel GSC demeure intéressant dans le cas où la surpression induite par le gel silicone, du fait de l'expansion thermique soit supérieure à celle induite par l'huile minérale, ce point demeurant à étudier.

A la lumière des différents éléments évoqués, d'autres étapes seraient nécessaires dans l'étude des gels silicones pour une application en transformateur parmi lesquelles :

- Températures limites d'utilisation (transitions de phase)
- Comportement à basse température
- Compatibilité avec les matériaux du transformateur
- Etude de la durée de vie sous contrainte thermique et électriques
- Essais diélectriques type choc de manœuvre et choc de foudre

CONCLUSION GENERALE

Ce travail s'est articulé autour de trois thématiques principales : les liquides alternatifs, les méthodes complémentaires de diagnostic et les gels silicones.

➤ **Liquides alternatifs**

Le suivi de l'évolution de la dégradation du papier sous contrainte thermique à travers ses propriétés mécaniques a permis de mettre en évidence une équivalence entre la durée de vie du papier imprégné d'une huile minérale non inhibée ou d'hydrocarbures biodégradables et la durée de vie du papier imprégné d'une huile minérale inhibée. La durée de vie est augmentée avec l'utilisation d'esters du fait du séchage de l'isolation ainsi que de la transestérification du papier.

L'étude de la dégradation de l'huile sous contrainte thermique a permis de montrer que dans les conditions scellées et en présence de cuivre émaillé, les liquides alternatifs étudiés, de même que les huiles minérales, ne sont que faiblement dégradés. La différence de structure chimique des esters induit une acidité et un facteur de dissipation diélectrique à des valeurs plus élevées que l'huile minérale inhibée mais sans que cela ne représente un désavantage en termes de performances diélectriques de ces liquides ou encore du point de vue de la cinétique de dégradation de l'isolation papier.

Ainsi, autant du point de vue de la dégradation du papier que de celui de la dégradation de l'huile, l'ensemble des liquides étudiés permet à minima une utilisation équivalente à celle du système de référence à l'huile minérale inhibée actuellement utilisé.

Le travail mené sur l'étude de l'effet capillaire a permis de confirmer ce qui était pressenti sur la base de la viscosité des différents liquides : dans les mêmes conditions d'imprégnation, les hydrocarbures biodégradables devraient permettre une imprégnation du papier plus rapide en comparaison à l'huile minérale, à la différence des huiles esters dont la plus grande viscosité induit une imprégnation plus lente.

➤ Méthodes complémentaires de diagnostic

L'étude menée sur le furfural (2-FAL) et le méthanol pour le suivi de la dégradation du papier à travers l'analyse de l'huile a permis de montrer le lien entre l'évolution de la concentration de ces marqueurs et la perte de propriétés mécaniques du papier.

Le furfural est le marqueur qui présente la corrélation la plus forte. A l'exception de l'ester naturel dont la forte acidité est probablement la cause de la baisse de la concentration en furfural, le furfural semble applicable pour l'ensemble des liquides alternatifs étudiés afin de déterminer l'état de dégradation du papier. La présente étude montre également la dépendance de la concentration en furfural avec la température.

Le méthanol ne présente une corrélation avec la dégradation du papier qu'aux faibles stades de dégradation du papier. Aux plus forts niveaux de dégradation, la réaction d'estérification du méthanol avec les acides produits par dégradation des huiles implique une baisse du niveau de concentration du méthanol. L'utilisation de ce marqueur semble envisageable pour les hydrocarbures biodégradables, même si les corrélations obtenues sont moins fortes que celles obtenues avec le furfural.

Ces conclusions constituent une voie prometteuse à l'utilisation de ces marqueurs pour le suivi de la dégradation de l'isolation papier dans les transformateurs de mesure. Cependant, la dépendance de ces marqueurs à la température ainsi qu'au ratio papier/huile nécessiterait des essais complémentaires afin d'établir des modèles qui soient utilisables pour les transformateurs en service.

L'étude de la dégradation du papier par infrarouge permet de montrer une dégradation du papier par le suivi de l'intensité de la bande vers 3340 cm^{-1} correspondant aux groupement -OH de la cellulose. Cependant, il s'agit a priori surtout d'une observation qualitative et qui n'apporte pas d'information supplémentaire en comparaison aux tests mécaniques réalisés sur papier. L'étude du spectre infrarouge du papier s'est avérée particulièrement intéressante à travers le suivi de la liaison C=O vers 1750 cm^{-1} . En effet, il a potentiellement permis de mettre en avant le phénomène de trans-esterification de la cellulose par les esters, expliquant ainsi en partie l'augmentation de la durée de vie du papier en utilisant des liquides esters.

L'huile ayant été peu dégradée dans le cadre des essais de vieillissement réalisés, les spectres infrarouges n'ont présenté aucune variation significative. Un apport pour l'étude menée réside en l'absence de liaison C=O vers 1750 cm^{-1} , ce qui démontre bien que le phénomène d'oxydation, s'il a lieu, est très fortement limité en conditions scellées et en présence de cuivre émaillé.

➤ Gels silicones

Le travail mené sur la préparation des gels silicones par polyaddition nous a permis de montrer que les parties du gel non polymérisé doivent présenter idéalement une faible viscosité afin de ne pas induire une expansion du volume trop importante lors du dégazage. Aussi, la température de polymérisation doit être proche de la température finale d'utilisation pour limiter le phénomène de déformation du gel.

Du point de vue des propriétés diélectriques, les gels silicones présentent une tension de claquage qui est conforme au cahier des charges attendu pour les huiles minérales. Le gel silicone compressible présente une plus faible tension de claquage que les gels incompressibles du fait de la présence de microsphères dans sa composition qui le rendent compressible.

De même que pour les huiles minérales, l'expansion thermique des gels silicones est une propriété importante à prendre en compte. Elle est légèrement plus importante dans le cas des gels silicones incompressibles. Il serait notamment intéressant de pouvoir quantifier la pression induite par l'expansion du gel en comparaison à la pression induite par l'expansion de l'huile minérale afin d'envisager des systèmes de compensation adaptés.

Ce travail constitue une approche préliminaire à l'utilisation de gels silicones pour l'isolation des transformateurs de mesure dont il conviendrait de pousser les investigations.

REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [1] J.-P. DUPRAZ, « Transformateurs de mesure : généralité, théorie, fonctionnement », Techniques de l'ingénieur, 1990
- [2] Brochure CIGRE n°394, « State of the art of instrument transformers », CIGRE, 2009
- [3] Brochure CIGRE n°512, « Final report of the 2004-2007 international enquiry on reliability of high voltage equipment - Part 4 - Instrument transformers », CIGRE, 2012
- [4] A. DENAT, « Caractéristiques des diélectriques liquides », Techniques de l'ingénieur, 2018
- [5] F. SCATIGGIO, « Keynote speaker PS2 », CIGRE Paris session, 2022
- [6] J.-P. DUPRAZ, « Transformateurs de mesure : technologie, dimensionnement, essais », Techniques de l'ingénieur, 1990
- [7] L. DE MEY, « Les transformateurs », CoursTechsInfo, <http://www.courstechinfo.be/Hard/Transfo.html>
- [8] « Transformateur électrique », Wikipédia, https://fr.wikipedia.org/wiki/Transformateur_%C3%A9lectrique
- [9] C. PERRIER, « Etude des huiles et des mélanges à base d'huile minérale pour transformateurs de puissance - Recherche d'un mélange optimal », Thèse, 2005
- [10] Norme, « C57.155 - IEEE Guide for interpretation of gases generated in natural ester and synthetic ester-immersed transformers », IEEE, 2014
- [11] M. A. CHEMRAK, « Production des huiles de base », Centre Universitaire de Tissemsilt, 2016-2017
- [12] Nynas AB, « Transformer oil handbook », 2010
- [13] J. S. N'CHO, « Développement de nouvelles méthodes de diagnostic et de régénération des huiles pour transformateurs de puissance », Thèse, 2011
- [14] Electrical Oil Services, « Quelles sont les différences entre les huiles isolantes inhibées et non inhibées ? », 2019, <https://www.electricaloilservices.com/?faqs=en-quoi-different-les-huiles-dielectriques-inhibees-et-non-inhibees&lang=fr>
- [15] SDMyers, « Oxidation inhibitor and reinhibiting oil-filled », <https://www.sdmyers.com/knowledge-vault/oxidation-inhibitor-and-reinhibiting-oil-filled-transformers/>
- [16] Norme, « CEI 60296 - Fluides pour applications électrotechniques - Huiles minérales isolantes pour matériel électrique », 2020
- [17] Shell, « Shell Diala transformer oil handbook », 2016
- [18] Norme, « CEI 60422 - Huiles minérales isolantes dans les matériels électriques - Lignes directrices pour la maintenance et la surveillance », 2013
- [19] Orme Conseil, « Point éclair : définition et mesure », 2019, <https://orme-conseil.com/point-eclair/>

Références bibliographiques

- [20] General Electric, « TS 003 - Mineral insulating oil for instrument transformers », 2015
- [21] « Propriétés et caractéristiques des huiles », Lycée des métiers - Paul Emile Victor,
- [22] Huazheng, « Qu'est-ce que le test de tension d'impulsion de foudre / générateur de tension d'impulsion », 2018, <http://fr.electric-test.com/info/what-is-lightning-impulse-voltage-test-impulse-26384152.html>
- [23] General Electric, « TN 003 - Mineral oil compatibility and thermal stability », 2012
- [24] Brochure CIGRE n°323, « Ageing of cellulose in mineral-oil insulated transformers », CIGRE, 2007
- [25] Brochure CIGRE n°728, « Ageing of liquid impregnated cellulose for power transformers », CIGRE, 2018
- [26] General Electric, « TS 009 - Insulating Kraft Paper for instrument transformers », 2014
- [27] Norme, « CEI 60554-2 - Papiers cellulés à usages électriques - Partie 2 : Méthodes d'essai », 2001
- [28] J. VELANDY, Z. ROMAN, « Training session - Insulation design of oil filled high voltage power apparatus », Formation interne General Electric, 2022
- [29] S. FERHAT, « Vieillissement hydrothermique du papier presspahn », Mémoire
- [30] N. IRAHHAUTEN, « Optimization of the impregnation process of cellulose materials in high voltage power transformers », University of Delft, 2015
- [31] J. DAI, Z.D. WANG, « A comparison of the impregnation of cellulose insulation by ester and mineral oil », IEEE, 2008
- [32] Norme, « CEI 60216-1 - Matériaux isolants électriques - Propriétés d'endurance thermique - Partie 1 - Méthode de vieillissement et évaluation des résultats d'essai », 2013
- [33] Norme, « CEI 60085 - Isolation électrique - Evaluation et désignation thermique », 2007
- [34] Norme « CEI 60076-14 - Transformateurs de puissance immergés dans du liquide utilisant des matériaux isolants haute température », 2013
- [35] D. MARTIN, J. WIJAYA, N. LELEKAKIS, D. SUSANA, N. HEYWARD, « Thermal analysis of two transformers filled with different oils », IEEE Electrical Insulation Magazine, 2014
- [36] Brochure CIGRE n°349, « Moisture equilibrium and moisture migration within transformer insulation systems », CIGRE, 2008
- [37] H. NIE, X. WEI, Y. WANG, Q. CHEN, « A study of electrical aging of the turn-to-turn oil-paper insulation in transformers with a step-stress method », Energies, 2018
- [38] Norme, « CEI 62271-1 - Appareillage à haute tension - Partie 1 - Spécifications communes pour appareillage à courant alternatif », 2003
- [39] T. A. PREVOST, S. XU, D. PLATTS, L. CHEIM, « Furan analysis for liquid power transformers », IEEE Electrical Insulation Magazine, 2012
- [40] Norme, « C57.91 - IEEE Guide for loading mineral oil immersed transformers », IEEE, 2011

Références bibliographiques

- [41] V. VASOVIC, J. LUKIC, D. MIHAJLOVIC, B. PEJOVIC, Z. RADAKOVIC, U. RADOMAN, A. ORLOVIC, « Aging of transformer insulation - Experimental transformers and laboratory models with different moisture contents: Part I - DP and Furans aging profiles », IEEE TDEI, 2019
- [42] S. Y. MATHARAGE, Q. LIU, Z. D. WANG, Ch. KRAUSE, P. W. R. SMITH, P. MAVROMMATIS, « Methanol and furan detections in a gas to liquid hydrocarbon oil for indicating cellulose insulation ageing », IEEE, 2016
- [43] J. JALBERT, R. GILBERT, P. TETREAU, B. MORIN, D. LESSARD-DEZIEL, « Identification of a chemical indicator of the rupture of 1,4- β -glycosidic bonds of cellulose in an oil-impregnated insulating paper system », Springer, 2007
- [44] R. SUNASEE, U. HEMRAZ, « Synthetic strategies for the fabrication of cationic surface-modified cellulose nanocrystals », Fibers, 2018
- [45] J. B. DIGIORGIO, « Dissolved gas analysis of mineral insulating fluids », Northern Technology & Testing,
- [46] JWG D1/A2.47, « 771 - Advances in DGA interpretation », CIGRE, 2019
- [47] Norme, « CEI 60599 - Matériels électriques remplis d'huile minérale en service - Lignes directrices pour l'interprétation de l'analyse des gaz dissous et des gaz libres », 2015
- [48] V. VASOVIC, J. LUKIC, C. PERRIER, M.-L. COULIBALY, « Equilibrium charts for moisture in paper and pressboard insulation in mineral and natural ester transformer oils », IEEE Electrical Insulation Magazine, 2014
- [49] C. PERRIER, M.-L. COULIBALY, M. MARUGAN, « Methanol as new ageing marker of oil-filled transformer insulation », CIRED, 2015
- [50] J. JALBERT, E. M. RODRIGUEZ-CELIS, O. H. ARROYO-FERNANDEZ, S. DUCHESNE, B. MORIN, « Methanol marker for the detection of insulating paper degradation in transformer insulating oil », Energies, 2019
- [51] S. MATHARAGE, « Methanol as a paper ageing indicator for oil-paper insulation systems with alternative insulating liquids », CIGRE Paris session, 2018
- [52] A. MUNAJAD, C. SUBROTO, SUWARNO, « Study of the effect of thermal aging on insulating paper for high voltage transformer composite with natural ester from palm oil using Fourier Transform InfraRed spectroscopy (FTIR) and Energy Dispersive X-ray Spectroscopy (EDS) », Energies, 2017
- [53] Norme, « CEI 60590 - Détermination de la teneur en hydrocarbures aromatiques des huiles isolantes minérales neuves », 1977
- [54] Norme, « IS 13155 - Method of test for carbon type analysis of mineral oils by infra-red spectrophotometry », 1991
- [55] Norme, « CEI 60666 - Détection et dosage d'additifs spécifiques présents dans les huiles minérales isolantes », 2010
- [56] F. R. VAN DE VOORT, D. PINCHUK, « System and method for determining acid content in lubricants », Thermal-Luve Inc., 2010

Références bibliographiques

- [57] Y. HADJADI, I. FOFANA, F.R. VAN DE VOORT, Denis BUSSIERES, « Potential of determining moisture content in mineral insulating oil by fourier transform infrared spectroscopy », IEEE Electrical Insulation Magazine, 2016
- [58] I. L. HOSIER, A.S. VAUGHAN, S. G. SWINGLER, « Studies on the ageing behavior of various synthetic and natural insulation oils », ICDL, 2008
- [59] Brochure CIGRE n°856, « Dielectric performance of insulating liquids for transformers », CIGRE, 2021
- [60] Brochure CIGRE n°436, « Experiences in service with new insulating liquids », CIGRE, 2010
- [61] J. FRIEDEL, « An inhibited transformer oil based on Shell gas-to-liquids (GTL) technology », African Utility Week, 2015
- [62] Shell, « Fiche de données techniques - Shell Diala S5BD »,
- [63] « NYTRO® BIO 300X: The New Bio-based Alternative from Nynas », Transformer Technology, <https://www.transformer-technology.com/community-hub/in-focus/1642-nytro-bio-300x-the-new-bio-based-alternative-from-nynas.html>
- [64] Nynas AB, « Fiche de données techniques - Nytro 4000X », 2017
- [65] Nynas AB, « Fiche de données techniques - Nytro Taurus », 2012
- [66] Shell, « Fiche de données techniques - Shell Diala S4 ZX-I », 2014
- [67] Nynas AB, « Fiche de données techniques - Nytro Bio 300X », 2019
- [68] M&I, « Fiche de données techniques - Midel 7131 », 2010
- [69] Cargill, « Fiche de données techniques - Envirotemp FR3 », 2021
- [70] M&I, « Fiche de données techniques - Midel eN 1204 », 2019
- [71] C. PERRIER, A. BEROUAL, « Experimental investigations on insulating liquids for power transformers: mineral, ester and silicone oils », IEEE Electrical Insulation Magazine, 2009
- [72] Cargill, « S10 – FR3 fluid storage and handling guide », 2020
- [73] Norme, « CEI 61039 - Classification des liquides isolants », CEI, 2008
- [74] M. RYCROFT, « Vegetable oil as insulating fluid for transformers », Energize, 2014
- [75] Norme « OCDE 301 - Test de biodégradabilité ou de biodégradation », 2013
- [76] C. P. MCSHANE, K. J. RAPP, J. L. CORKRAN, G. A. GAUGER, J. LUKSICH, « Aging of paper insulation in natural ester fluid », IEEE Transmission & Distribution Conference, 2001
- [77] O. H. ARROYO FERNANDEZ, I. FOFANA, J. JALBERT, S. GAGNON, E. RODRIGUEZ-CELIS, S. DUCHESNE, M. RYADI, « Aging characterization of electrical insulation papers impregnated with synthetic ester and mineral oil - Correlations between mechanical properties, depolymerization and some chemical markers », IEEE TDEI, 2017

Références bibliographiques

- [78] S. Y. MATHARAGE, Q. LIU, Z. D. WANG, G. WILSON, Ch. KRAUSE, « Aging assessment of synthetic ester impregnated thermally non-upgraded kraft paper through chemical markers in oil », 2017
- [79] H. P. GASSER, C. KRAUSE, M. LASHBROOK, R. MARTIN, « Aging of pressboard in different insulating liquids », IEEE International Conference on Dielectric Liquids, 2011
- [80] S. TENBOHLEN, M. KOCK, « Aging performance and moisture solubility of vegetable oils for power transformers », IEEE Transactions on Power Delivery, 2010
- [81] S. Y. MATHARAGE, Q. LIU, Z. D. WANG, P. W. R. SMITH, P. MAVROMMATIS, P. DYER, « Ageing assessment of a gas to liquid hydrocarbon transformer oil compared with an inhibited mineral oil », 19th International Symposium on High Voltage Engineering, 2015
- [82] A. RITONGA, SUWARNO, « Study of thermally accelerated aging of transformer insulation paper in mineral oil and gas-to-liquid dielectrics using scanning electron microscopy (SEM), thermogravimetric analysis (TGA) and X-ray diffraction (XRD) »
- [83] M. BIRON, « Silicones ou siloxanes - Structure et propriétés », Techniques de l'ingénieur, 2007
- [84] B. LAUBIE, « Dégradation bio-physico-chimique des élastomères silicones - Influence du catalyseur de polycondensation et impacts environnementaux », 2012
- [85] Michel BIRON, « Silicones ou siloxanes - Applications », Techniques de l'ingénieur, 2007
- [86] D. H. NGUYEN, « Etude des propriétés électriques des élastomères silicones utilisés pour l'isolation électrique », Thèse, 2005
- [87] Wacker Chemie AG, « Room Temperature Vulcanizing (RTV) silicones - Material and processing guidelines »
- [88] Shin-Etsu Silicones, « RTV Silicone rubbers for electrical and electronic applications », 2018
- [89] Elkem, « Silicone school »
- [90] Wacker Chemie AG, « Silicone gel solutions »
- [91] S. KARMAKAR, A. DUTTA, H. KALATHIRIPI, « Investigation of the Effect of High Voltage Impulse Stress on Transformer Oil by Infrared Spectroscopy », IEEE, 2019
- [92] Y. LI, K. ZHOU, Z. R. LI, Q.G. ZHANG, « Research on the Electrical Aging Characteristics of oil-impregnated pressboard under partial discharges », IEEE TDEI, 2020
- [93] D. M. ROBALINO VANEGAS, S. M. MAHAJAN, « Effects of Thermal Accelerated Ageing on a Medium Voltage Oil-Immersed Current Transformer », IEEE, 2008
- [94] A. A. ABDELMALIK, J. C. FOTHERGILL, S. J. DODD, « Aging of Kraft Paper Insulation in Natural Ester Dielectric Fluid », IEEE ICSD, 2013
- [95] Norme, « 98 - IEEE Standard for Preparation of Test Procedures for the Thermal Evaluation of Solid Electrical Insulating Materials », 1984
- [96] Norme, « C57.100 - IEEE Standard Test Procedure for Thermal Evaluation of Insulation Systems for Liquid-Immersed Distribution and Power Transformers », IEEE, 2011

Références bibliographiques

- [97] Norme, « CEI ST 62332-2 - Systèmes d'Isolation Electrique (SIE) - Evaluation thermique de composants liquides et solides combinés - Partie 2 : Essai simplifié », 2014
- [98] T. MUNSTER, T. KINKELDEY, P. WERLE, K. HAMEL, J. PREUSEL, « Investigation of the accelerated aging behaviour of an oil-paper insulation using different weight ratios », ISH, 2019
- [99] Y. ZHOU, W. CHEN, D. YANG, R. ZHANG, « Raman spectrum characteristics and aging diagnosis of oil-paper insulation with different oil-paper ratios », IEEE TDEI, 2020
- [100] I. FOFANA, A. BOUAICHA, M. FARZANEH, « Characterization of aging transformer oil-pressboard insulation using some modern diagnostic techniques », European Transactions on Electrical Power, 2011
- [101] D. FENG, L. YANG, L. ZHOU, R. LIAO, X. CHEN, « Effect of oil-paper-pressboard mass ratio on furfural content in transformer oil », IEEE TDEI, 2019
- [102] Norme, « BS ISO 1924-2 - Paper and board - Determination of tensile properties - Part 2: Constant rate of elongation method (20 mm/min) », 2008
- [103] Norme, « CEI 60156 - Isolants liquides - Détermination de la tension de claquage à fréquence industrielle - Méthode d'essai », 2018
- [104] Norme, « CEI 60814 - Isolants liquides - Cartons et papiers imprégnés d'huile - Détermination de la teneur en eau par titrage coulométrique de Karl Fischer automatique », 1997
- [105] Norme, « CEI 60247 - Liquides isolants - Mesure de la permittivité relative, du facteur de dissipation diélectrique ($\tan \delta$) et de la résistivité en courant continu », 2004
- [106] Norme, « CEI 60567 - Matériels électriques immergés- Echantillonnage de gaz et analyse des gaz libres et dissous - Lignes directrices », 2011
- [107] Norme, « CEI 62021-2 - Liquides isolants - Détermination de l'acidité - Partie 2 : Titration colorimétrique », 2007
- [108] Norme, « CEI 62975 - Esters naturels - Lignes directrices pour la maintenance et l'utilisation dans les matériels électriques », 2021
- [109] Norme, « CEI 61203 - Esters organiques de synthèse à usages électriques - Guide de maintenance des esters pour transformateurs dans les matériels », 1992
- [110] B. GREAVES, T. PREVOST, E. CASSERLY, J. ACOSTA, A. HOLDEN, « Influence of slope on thermal index calculations during accelerated aging tests », IEEE Electrical Insulation Conference, 2021
- [111] S. MOORE, K. RAPP, R. BALDYGA, « Transformer Insulation Dry Out as a Result of Retrofilling with Natural Ester Fluid », IEEE, 2012
- [112] S. ABDI, N. HARID, L. SAFIDDINE, A. BOUBAKEUR, A. HADDAD, « The correlation of transformer oil electrical properties with water content using a regression approach », Energies, 2021
- [113] M. DUVAL, T. HEIZMANN, « Identification of stray gassing of inhibited and uninhibited mineral oils in transformers », Energies, 2020
- [114] I. ATANASOVA-HOHLEIN, « Stray gassing cases of insulating liquids in HV equipment », TDEI, 2015

Références bibliographiques

- [115] M. F. PUCCI, « Elaboration de composites bio-sourcés par procédés d'élaboration directe - Etude et modification des interfaces lors de l'imprégnation », Thèse, 2016
- [116] Norme, « CEI 61198 - Mineral insulating oils - Methods for the determination of 2-furfural and related compounds », 1993
- [117] Norme, « CEI TR 63025 - Insulating liquids - Quantitative determination of methanol and ethanol in insulating liquids », 2021
- [118] M. DALIBART, L. SERVANT, « Spectroscopie dans l'infrarouge », Techniques de l'ingénieur, 2000
- [119] J. HAO, D. FENG, R. LIAO, L. YANG, Y. LIN, « Effect of temperature on the production and diffusion behaviour of furfural in oil-paper insulation systems », IET Generation, Transmission & Distribution, 2018
- [120] I. A. C. ANGHEL, E. GATMAN, « Transformer lifetime management by analyzing the content of furan and gas dissolved in oil », EDP Sciences, 2019
- [121] K. M. K. S. BANDARA, « Condition monitoring of biodegradable oil filled transformer », University of Queensland, 2016
- [122] Brochure CIGRE n°779, « Field experience with transformer solid insulation ageing markers », CIGRE 2019
- [123] D. FENG, L. YANG, L. ZHOU, R. LIAO, « Influential factors and correction method of furfural content in transformer oil », IEEE, 2019
- [124] J. LIU, Z. CAO, X. FAN, H. ZHANG, C. GENG, Y. ZHANG, « Influence of oil-pressboard mass ratio on the equilibrium characteristics of furfural under oil replacement conditions », Polymers, 2020
- [125] H. ENAMI, « Silicone gel composition », Dow Corning, 2015
- [126] L. N. LEWIS, J. STEIN, Y. GAO, R. E. COLBORN, G. HUTCHINS, « Platinum catalysts used in the silicone industry », Platinum Metals Revue, 1997
- [127] R. Yu. LUKIN, A. M. KUCHKAEV, A. V. SUKHOV, G. E. BEKMUKHAMEDOV, D. G. YAKHVAROV, « Platinum-catalyzed hydrosilylation in polymer chemistry », Polymers, 2020
- [128] L.M. SALVATIERRA, L. I. KOVALEVSKI, P. L. DAMMIG QUINA, I. M. IRURZUN, E. E. MOLA, S. J. DODD, L. A. DISSADO, « Self-healing during electrical treeing: A feature of the two-phase liquid-solid nature of silicone gels », IEEE TDEI, 2016
- [129] J. HOFMANN, « IR spectroscopic method for determination of silicone cross-linking »
- [130] L. DE RIDDER, J. MOLLIE, « Compressible silicone composition for electrical application », Dow Corning, 2000
- [131] K. SPITLER, R. ARCHEY, C. HOLSINGER, L. VESCIO, « Preblend and expansion of polymeric microspheres », Bayer Corporation, 2000
- [132] O. AGRI, J.-L. AUGÉ, E. VAGNON, F. BURET, « Insulating liquids, an alternative to silicone gel for power electronic devices », Electrical Insulation Conference, 2019
- [133] K. LARSON, « Silicone pressure testing: thermal expansion and solvent swelling », Dow Corning, 2019

AUTORISATION DE SOUTENANCE

Vu les dispositions de l'arrêté du 25 mai 2016 modifié par l'arrêté du 26 août 2022,

Vu la demande du directeur de thèse

Monsieur A. BEROUAL

et les rapports de

M. S. AGNEL

Professeur - Institut d'Electronique du Sud (IES) - GEM - Université de Montpellier - CC079
place E. Bataillon - 34095 Montpellier cedex 05

et de

Mme N. BONIFACI

Docteure HDR - Chargée de Recherche CNRS - G2ELab - 21 avenue des Martyrs
38031 Grenoble

Monsieur JEANNETON Anthony

est autorisé à soutenir une thèse pour l'obtention du grade de **DOCTEUR**

Ecole doctorale ELECTRONIQUE, ELECTROTECHNIQUE, AUTOMATIQUE

Fait à Ecully, le 20 février 2023

Pour le directeur de l'Ecole centrale de Lyon
Le directeur de la Recherche


Christophe CORRE