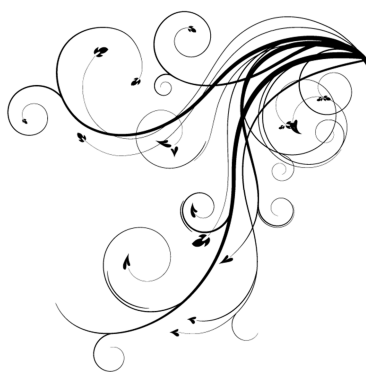




DÉDICACE

Ce modeste travail est dédié :

À mes chers parents qui ont été toujours là pour moi

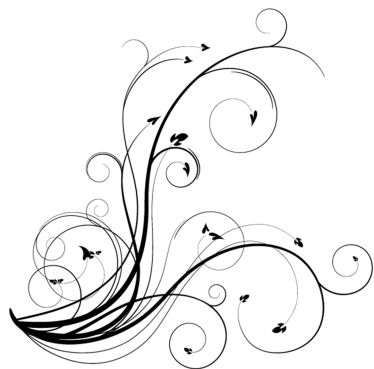
À mon chère marie qui m'a toujours soutenu dans la vie

personnelle et professionnelle

À mes deux anges, mes filles Meriem et Ritadj

À mes chères frères et sœurs que j'aime beaucoup.

Leïla OUMER7



REMERCIEMENTS

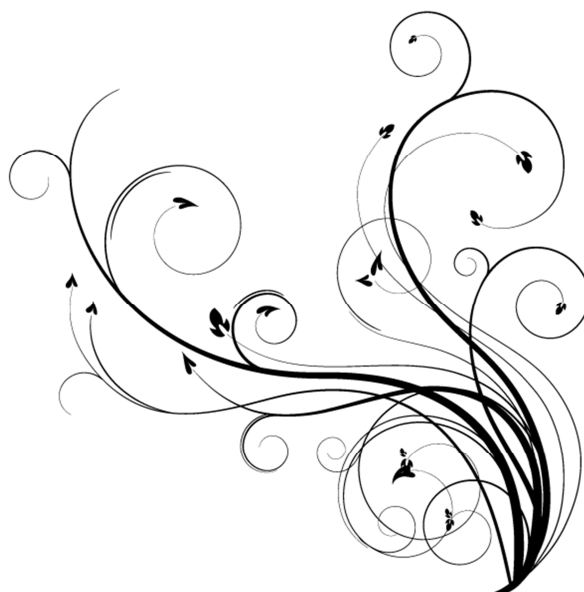
Ce travail de thèse est l'aboutissement d'une dynamique de collaboration entre le laboratoire SKMK Spa Filial 100% de groupe Sonelgaz sur son site de la plateforme de Blida et l'institut chimie industrielle l'Université SAAD DAHLEB BLIDA.

Je tiens à exprimer mes sincères remerciements à mon professeur Mme Amel Hadj-Zian, dans la préparation et la rédaction de ce travail. Je lui suis très reconnaissante pour tous les précieux conseils, son soutien, sa disponibilité, la confiance.

Je remercie également toute l'équipe de laboratoire SKMK pour son soutien tout au long de la thèse, et en particulier Mme RAHAL Dalal chef service maintenance division unité opérationnelle traitement des huiles.

J'adresse mes vifs remerciements à mon marie ainsi qu'à mes deux enfants.

Je voudrais dire Merci à toute ma famille pour leur prière constante à mon égard et leur soutien tout au long de mes études.



Résumé

Les transformateurs sont parmi les installations les plus critiques et les plus chères d'un réseau électrique, les huiles minérales isolantes sont très largement utilisées comme liquides diélectriques et caloporteurs, par ailleurs les matériaux isolants se dégradent toutefois avec le temps.

La présente étude traite le comportement de l'huile isolante neuve et régénérée dans les transformateurs de distribution dans l'objectif d'encouragé le recyclage d'huile isolante usagée et instauré les paramètres physico-chimiques et électriques.

Toutefois cette étude nous a permis de constaté que l'altération d'une huile, se traduit par des modifications de ses caractéristiques, en effet l'apparition d'une odeur et un changement de coloration, présence d'eau, des particules solides, des produits polaires, de l'acidité organique ...

Sous l'effet des contraintes électriques nous avons enregistrées une variation importante de deux propriétés chimiques d'huile régénérée dans l'équipement à savoir une dégradation de 2,5 fois de la teneur en eau et 1,6 fois de l'indice de neutralisation par rapport à l'huile neuve dans les mêmes circonstances, qui confirme que l'huile régénérée à un pouvoir absorbant à l'humidité plus important et à l'oxydation plus rapidement qu'une huile vierge.

Mots clés: Transformateur, cellulose, papier, vieillissement, contrainte électrique, tension appliquée, humidité, diélectrique, huile.

Abstract

Transformers are among the trickiest and the most expensive electrical installations in an electrical communication, the isolating mineral oils are widely used as dielectric and Heat-transfer fluids, however the insulating minerals deteriorate over time.

This study is about the behavior of a new regenerated oil in distribution transformers, the aim of this study is to encourage the recycling of the isolating used oil and to establish the physical, chemical and electric parameters.

However this study has allowed us to notice the deterioration of an oil that manifests in the modification of characteristics, in fact appearance of a smell modification of coloration, presence of water, solid particles, organic acidity...

Under the effect of electric obligations, we registered an important variation of two chemical characteristics of regenerated oil in the equipment which is a deterioration 2.5 times of the water content and 1.6 time of the neutralization index in relation to the new oil under the same conditions, which confirms that the regenerated oil has a moisture absorption ability more important and an oxidation quicker than a virgin oil.

Keywords: Transformer, cellulose, paper, aging, electrical stress, applied voltage, humidity, dielectric, oil.

SOMMAIRE

INTRODUCTION GÉNÉRALE.....	1
----------------------------	---

CHAPITRE I :
« PRÉSENTATION GÉNÉRALE DES TRANSFORMATEURS DE PUISSANCE »

I.1. Introduction.....	3
.2. Constitution des transformateurs de puissance.....	3
I.3. Les isolants dans les transformateurs de puissance.....	5
I.3.1. Isolation solide	5
I.3.1.1. Papiers et cartons	5
I.3.2. Isolation liquide	6
I.3.2.1. Huiles minérales isolantes	6
I.3.2.1.1. Huiles inhibées.....	9
I.3.2.1.2. Rôle des huiles minérales.....	9
I.3.2.2. Huiles synthétiques.....	9
I.3.2.2.1. Les esters synthétiques.....	10
I.3.2.2.2. Huiles silicones.....	11
I.3.2.3. Les huiles végétales ou esters naturels.....	11
I.3.2.4. Choix d'un liquide isolant pour une application spécifique.....	12
I.3.3. Complexe Huile/Papier	13
I.4. Vieillissement et dégradation des isolants	14
I.4.1. Dégradation de l'huile minérale	14
I.4.1.1. Mécanisme de l'oxydation.....	14
I.4.2. Vieillissement du papier - Mécanismes de dégradation.....	16
I.4.3. Vieillissement du complexe Huile/Papier	18
I.4.4. Récapitulatif du vieillissement de l'huile et du papier	19
I.5. Évaluation de l'état du transformateur.....	20
I.6. Conclusion.....	21

**CHAPITRE II :
« MATÉRIELS ET MÉTHODES »**

II.1.Introduction	22
II.2. Matériels utilisés	23
II.3. Procédure expérimentale	23
II.4. Importance de l'échantillonnage	24
II.5. Procédé d'échantillonnage	25
II.6. Dispositifs expérimentaux et méthodes associées au laboratoire SKMK	27
II.6.1. Aspect et couleur	27
II.6.2. Teneur en eau	28
II.6.3. Tension de claquage	29
II.6.4.Facteur de dissipation ($\tan \delta$)	30
II.6.5. La densité	31
II.6.6. L'acidité	32
II.6.7. La viscosité	33
II.6.8. Indice de réfraction	34
II.6.9 Spectroscopie infrarouge	35
II.7. Conclusion	35

**CHAPITRE III :
« RÉGÉNÉRATION DES HUILES DIÉLECTRIQUES USAGÉES »**

III.1. Introduction	36
III.2. Présentation de la station de régénération	37
III.3. Traitement chimique	38
III.4. Traitement physique par centrifugation	43
III.5. Appareil de dépuration d'huile et remplissage de transformateur	45
III.6. Conclusion	47

CHAPITRE IV :
« ÉTUDE DE COMPORTEMENT DES LIQUIDES ISOLANTS SOUS
CONTRAINTÉ ÉLECTRIQUE »

IV.1. Introduction	48
IV.2. Oxydation et produits de décomposition	49
IV.2.1. Contrainte électrique	50
IV.2.2. Contrainte thermique	50
IV.2.3. Rôle des radicaux libres	51
IV.2.4. Rôle de l'oxygène dissous	51
IV.2.5. Réactions entre un radical libre et l'oxygène	52
IV.3. Technique expérimentale	53
IV.4. Résultats	53
IV.4.1. Comparaison des propriétés physico-chimiques et électriques de l'huile régénérée et neuve	53
IV.4.1.1. Caractéristiques électriques	54
IV.4.1.1.1. Facteur de dissipation diélectrique	54
IV.4.1.2.3. Tension de claquage	56
IV. 4.1.2 Caractéristiques physico-chimiques	57
IV.4.1.2.1 Couleur	57
IV.4.1.2.2 Viscosité	58
IV.4.1.2.3 Nombre d'acidité total (TAN)	59
IV.4.1.2.4 Teneur en eau	60
IV.5. Spectroscopie Infrarouge	61
IV.6. Étude comparative de variation de la vitesse de dégradation d'huile neuve et régénérée sous contrainte électrique dans le transformateur	66
IV.7. Conclusion	69
CONCLUSION GÉNÉRALE.....	71
BIBLIOGRAPHIE	73

Conclusion Générale

La fiabilité et la durée de vie d'un transformateur dépendent entre autres de la qualité de l'huile. Même neuve, une huile peut contenir des composés indésirables ou des molécules polaires, résidus du processus de raffinage. Ces résidus peuvent avoir un impact négatif sur la qualité du transformateur. D'autre part, les propriétés électriques, physico-chimiques de l'huile peuvent être affectées par différents types de contraintes, l'isolation liquide et solide suit un processus de dégradation lent, mais continu, comme nous l'avons déjà indiqué, le liquide isolant dans un transformateur de puissance doit assurer deux fonctions : l'isolation électrique et le transfert de chaleur.

Le facteur de dissipation électrique et la conductivité, teneur en eau et indice de neutralisation sont des paramètres importants qui permettent de surveiller en toute sécurité l'huile dans le transformateur. Ces paramètres caractérisent également la qualité isolante du liquide.

Le recyclage des huiles usagées permet l'économie de recourir à la consommation de nouvelles quantités d'huiles neuves, par conséquent, la régénération se présente comme étant une autre forme d'économie d'énergie et de lutte contre la pollution de l'environnement, l'huile régénérée n'a pas la même stabilité que l'huile neuve, ceci est dû au fait que le procédé de la régénération n'a pas éliminer certains composés polaires qui sont précurseurs des acides.

Le test de vieillissement est un outil indispensable pour estimer la durée de vie des huiles isolantes et par conséquent celle de transformateur, dans ce travail, nous avons développé la méthode de vieillissement électrique ainsi que la méthode de régénération des huiles minérales usagées, cette recherche faite à travers cette thèse, nous a permis de montrer que les sous-produits formé lors de vieillissement d'huile sous contraintes

électriques affectant plus les propriétés de l'huile, un vieillissement important d'huile régénérée a été montré par rapport à l'huile neuve.

INTRODUCTION

GÉNÉRALE

CHAPITRE I :

PRÉSENTATION GÉNÉRALE DES TRANSFORMATEURS DE PUISSANCE

CHAPITRE II :

MATÉRIELS ET MÉTHODES

CHAPITRE III :
RÉGÉNÉRATION DES HUILES
DIÉLECTRIQUES USAGÉES

CHAPITRE IV :

ÉTUDE DE COMPORTEMENT DES LIQUIDES ISOLANTS SOUS CONTRAINTE ÉLECTRIQUE

CONCLUSION GÉNÉRALE

SOMMAIRE

BIBLIOGRAPHIE

LISTE DES TABLEAUX ET FIGURES

NOMENCLATURE

TABLEAUX

CHAPITRE I :

Tableau I.1 : Composition typique des bruts pétroliers (en %).

CHAPITRE III :

Tableau III.1 : Résultats d'analyse d'huile usagée avant régénération.

Tableau III.2 : Résultats d'analyse d'huile après régénération.

Tableau III.3 : Résultats d'analyse d'huile après dépuration.

CHAPITRE IV :

Tableau IV.1 : Énergies requises pour briser les liaisons moléculaires.

Tableau IV.2 : Les caractéristiques physico-chimiques et électriques d'huile neuve et régénéré lors de remplissage de transformateur.

Tableau IV.3 : Bande d'absorption des groupements caractéristiques de l'huile neuve.

Tableau IV. 4 : Bande d'absorption des groupements caractéristiques de l'huile usagée

Tableau IV.5 : Bande d'absorption des groupements caractéristiques de l'huile Régénérée.

Tableau IV.6 : Bande d'absorption des groupements caractéristiques d'Huile Régénérée et Neuve après vieillissement.

Tableau IV.7 : Vitesse de dégradation des paramètres teneur en eau et indice de neutralisation.

FIGURES

CHAPITRE I :

Figure I.1 : Organes de transformateur de puissance.

Figure I.2 : Motif élémentaire d'une cellulose.

Figure I.3 : Processus de raffinage des huiles brutes

Figure I.4 : Principaux constituants de l'huile minérale issue du pétrole brut.

Figure I.5 : Structure générale d'une huile végétale.

Figure I.6 : Interaction entre les différentes contraintes et le système d'isolation du transformateur.

CHAPITRE II :

Figure II.1 : Transformateur sous contrainte électrique (banc d'essai).

Figure II.2 : Appareil de mesure de la couleur.

Figure II.3 : Appareil de mesure de la teneur en eau.

Figure II.4 : Appareil de mesure de la tension de claquage (SPINTERMÈTRE).

Figure II.5 : Appareil de mesure le facteur de dissipation ($\tan \delta$).

Figure II.6 : Appareillage de mesure de la densité.

Figure II.7 : Appareillage de mesure de la densité.

Figure II.8 : Appareil de mesure la viscosité cinématique.

Figure II.9 : Appareil pour déterminer l'indice de réfraction.

Figure II.10 : Appareil Spectroscopie Infrarouge Université SAAD DAHLEB

CHAPITRE III :

Figure III.1 : Station de régénération.

Figure III.2 : Procédé de régénération d'huile usagée.

Figure III.3 : Schéma de procéder de régénération d'huile usagée.

Figure III.4 : Station de traitement physique par centrifugation.

Figure III.5 : Appareil de dépuration d'huile.

Chapitre IV :

Figure IV.1 : Rupture des liaisons covalentes des molécules d'huiles.

Figure IV.2 : Graphe comparatif de variation de paramètre tangente delta en fonction de la tension appliquée.

Figure IV.3 : Graphe comparatif de variation de paramètre conductivité en fonction de la tension appliquée.

Figure IV.4 : Graphe comparatif de variation de paramètre tension de claquage en fonction de la tension appliquée.

Figure IV.5 : Graphe comparatif de variation de l'indice de couleur en fonction de la tension appliquée.

Figure IV.6 : Graphe comparatif de variation de paramètre viscosité en fonction de la tension appliquée.

Figure IV.7 : Graphe comparatif de variation de paramètre indice de neutralisation en fonction de la tension appliquée.

Figure IV.8 : Graphe comparatif de variation de paramètre teneur en eau en fonction de la tension appliquée.

Figure IV.9: Spectre infrarouge Huile Neuve.

Figure IV.10 : Spectre infrarouge d'Huile Usagée.

Figure IV.11: Spectre infrarouge d'Huile Régénérée.

Figure IV.12: Spectre infrarouge comparatif d'Huile Régénérée et Neuve après vieillissement.

Figure IV.13: Graphe comparatif de variation de paramètre Indice de neutralisation d'huile neuve et régénérée en fonction de la tension appliquée et de temps.

Figure IV.14 : Graphe comparatif de variation de paramètre Teneur en eau d'huile neuve et régénérée en fonction de la tension appliquée et de temps.

I.1.Introduction

Ce chapitre présente de manière générale l'isolation liquide et solide utilisées dans les transformateurs de puissance. Les différents mécanismes de vieillissement et de dégradation associés à chacune des isolations sont présentés afin d'identifier les causes de défaillances dans les transformateurs.

I.2. Constitution des transformateurs de puissance

Dans la pratique, la majorité des transformateurs de puissance sont de construction triphasée. Pour des raisons d'encombrement (poids et dimensions) et de transport, on les trouve en unités monophasées.

Les principaux organes du transformateur sont :

- Les bornes de traversées basses et hautes tensions qui peuvent être isolées respectivement par de la porcelaine et du papier imprégné d'huile ou de résine époxy. Elles permettent le transit de la puissance. Certaines sont immergées, notamment pour les très hautes tensions, d'autres sont sèches ;
- La cuve constituée de tôles d'acier. Les parois de la cuve sont, selon les modèles, radiantes à ailettes ou rigides équipées de radiateurs amovibles connectés par une vanne d'arrêt. La structure et les soudures d'assemblage peuvent être renforcées dans le cas où une bonne tenue au vide est nécessaire ;
- Le noyau magnétique constitué de tôles d'acier au silicium à grains orientés. L'empilage et l'assemblage des tôles doivent être réalisés de manière à ce que le transformateur ait les meilleures performances possibles du point de vue électrodynamique, électrique et acoustique ;
- Les enroulements (feuillard ou rond, ou méplat de cuivre ou d'aluminium) sont montés sur le noyau. Les formes de bobinages, les sections et les nombres de spires sont conditionnées par les contraintes à maîtriser en termes électriques, thermiques et mécaniques. Chaque

bobine est munie de canaux de refroidissement permettant d'assurer la circulation de l'huile et les échanges thermiques ;

- Le conservateur d'huile (réservoir métallique acier en général), situé sur le dessus du transformateur.

Il joue un rôle de vase d'expansion pour l'huile, les variations de température de l'huile impliquent des variations du volume, le conservateur permet au niveau d'huile de varier sans affecter la pression dans le transformateur, ni découvrir (mettre à nu) les parties actives. Dans certains cas, une poche souple est présente dans le conservateur ; elle permet d'éviter à l'huile d'entrer en contact avec l'air ambiant. Certains transformateurs sont munis d'assécheurs permettant de limiter la teneur en eau de l'air pénétrant dans le conservateur ;

- Les changeurs de prise en charge ou hors charge ;
- Le fluide diélectrique (huiles minérales, synthétiques ou végétales) ;
- Les isolants solides (papiers à base de celluloses, rubans, vernis, résines époxydes, cartons, bois...).

La figure suivante illustre le détail d'un transformateur.

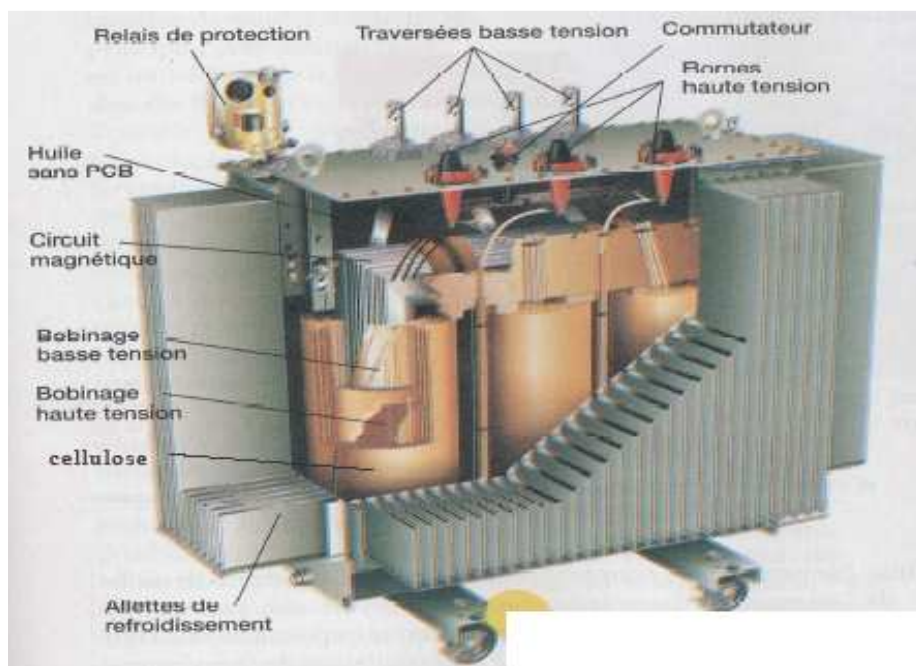


Figure I.1 : Organes de transformateur de puissance

I.3. Les isolants dans les transformateurs de puissance

I.3.1. Isolation solide

I.3.1.1. Papiers et cartons

Les papiers et les cartons sont des matériaux isolants possédant des caractéristiques diélectriques excellentes. L'imprégnation par un isolant liquide, essentiellement l'huile minérale leur confère une rigidité diélectrique remarquable. Le papier Kraft est l'un des papiers les plus utilisés dans l'industrie électrique.

Ces isolants solides sont constitués de fibres de celluloses (chaînes de glucose extraites de la pulpe de bois ou de fibres de coton). Les celluloses sont formées de longues chaînes comprenant environ 1200 anneaux de glucose reliés par des ponts d'oxygène (figure I.2).

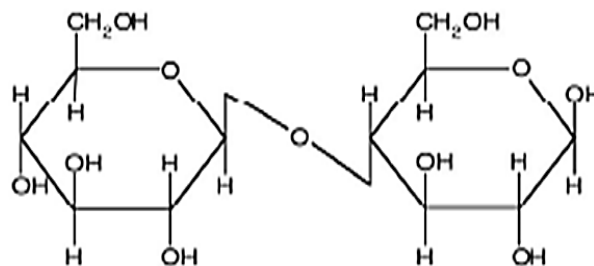


Figure I.2 : Motif élémentaire d'une cellulose [1].

De par leur densité, la longueur et la diversité des fibres de cellulose qui les constituent, ces matériaux possèdent des caractéristiques mécaniques et électriques particulières. À part la cellulose qui constitue 90 % du papier, des constituants autres que la cellulose peuvent exister. On note 6 à 7 % de lignine, 3 à 4 % d'hémicellulose et des traces de cations métalliques [1].

La cellulose est un polysaccharide linéaire de la série des β -D-glucanes. Elle se présente sous forme de longues chaînes (100 nm environ) obtenues par enchaînement linéaire de motif sanhydroglucose unis par des liaisons glycosidiques β -1-4. La cellulose peut être caractérisée par son degré de

polymérisation moyen qui est le nombre moyen de motifs glucose par chaîne de cellulose.

Les hémicelluloses sont des hétéro poly saccharides contenant des monosaccharides de types variés (avec 6 ou 5 atomes de carbone). Ils sont partiellement liés aux molécules de cellulose et de lignine par liaison hydrogène.

Les lignines sont des polymères tridimensionnels irréguliers constitués de motifs phenyl propane. Ils jouent un rôle de ciment. La lignine résiduelle dans la pâte après traitement est difficile à éliminer (inaccessibilité physique, liaisons lignines-hydrate de carbone) sans provoquer des coupures dans les chaînes de cellulose et par conséquent une dépolymérisation importante de la cellulose. La constante diélectrique du papier est deux fois plus élevée que celle de l'huile. Le papier et le carton seront donc utilisés dans les zones où règne un fort champ électrique pour renforcer l'isolation dans l'huile.

I.3.2. Isolation liquide

I.3.2.1. Huiles minérales isolantes

Les huiles minérales sont utilisées comme isolants dans les équipements électriques depuis plus d'un siècle. Mis à part les transformateurs de distribution, qui sont soumis à des contraintes de fonctionnement particulières, les transformateurs immergés sont généralement remplis d'huile minérale. Les caractéristiques principales requises pour l'huile minérale sont [2] :

- Une faible viscosité et un bon point d'écoulement pour assurer sa circulation ;
- Une bonne stabilité chimique vis-à-vis des phénomènes d'oxydation et de décomposition ;
- Une rigidité diélectrique élevée.

L'huile minérale est obtenue à partir du raffinage du pétrole brut. Selon l'origine du pétrole et du processus de raffinage, on peut identifier différents types d'huiles (figure I.1).

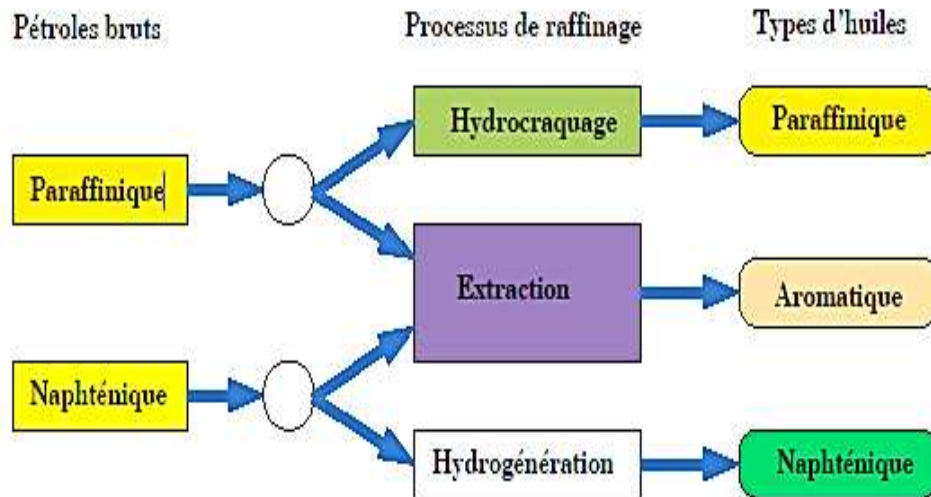


Figure I.3 : Processus de raffinage des huiles brutes [3].

Une fois les impuretés enlevées, ces huiles deviennent des mélanges très complexes ; elles peuvent comporter plus de 3000 hydrocarbures différents [4]. Ces molécules ne comportent que du carbone et de l'hydrogène. Elles sont divisées en trois groupes comme le montre la figure I.2 : les alcanes (ou paraffines), les cyclanes (ou naphènes) et les composés aromatiques.

D'autres constituants peuvent être présents dans l'huile, à savoir de petites quantités de soufre (0.1 à 7 % en masse), d'azote (0.001 à 2 %) et des traces d'oxygène (400 à 600 ppm en masse). La structure générale de l'huile minérale neuve est $C_{20}H_{41}$ avec une masse moléculaire moyenne située entre 250 et 300 [3].

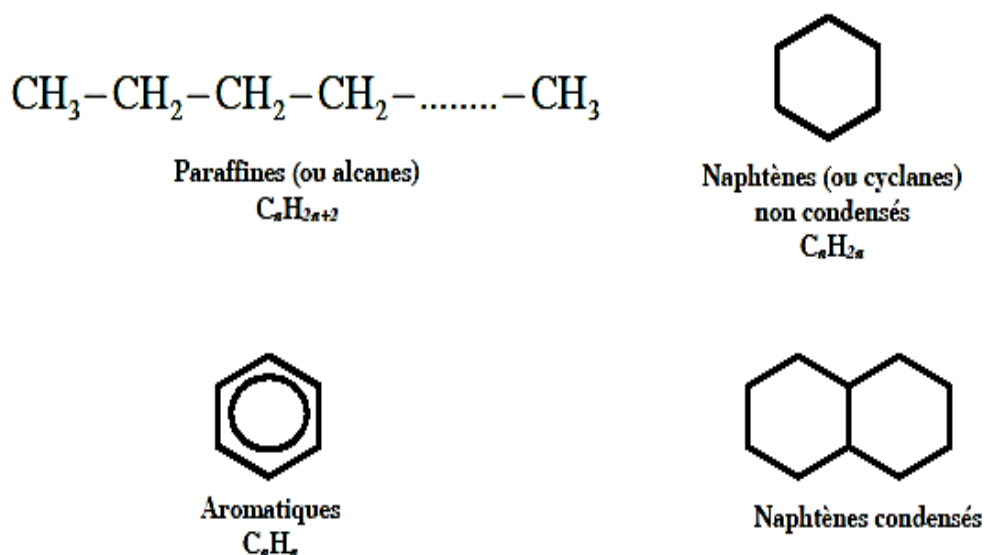


Figure I.4 : Principaux constituants de l'huile minérale issue du pétrole brut [3].

Selon le processus de raffinage, les proportions de paraffines, de naphtènes et d'aromatiques peuvent varier de 40 à 60 %, 30 à 50 % et 5 à 20 % respectivement [3-5]. La composition typique des types d'hydrocarbures est donnée dans le tableau I.1.

Types d'hydrocarbures	Type de brut pétrolier		
	Paraffinique	Mixte	Naphténique
Paraffinique	20	40	20
Naphténique	25	40	65
Aromatique	15	20	15

Tableau I.1 : Composition typique des bruts pétroliers (en %) [3]

Dans ces molécules, deux types de structure existent : en chaîne ou cyclique. Compte tenu de leurs doubles liaisons, les composés aromatiques qui sont de nature cyclique, sont plus instables et donc plus réactifs que les composés paraffiniques et naphténiques.

I.3.2.1.1. Huiles inhibées

Pour améliorer la stabilité chimique des huiles isolantes, les fabricants rajoutent des additifs à très faible dose. Ceux-ci sont principalement des antioxydants ayant pour effet de réagir directement avec les agents oxydants. Leur rôle est de casser la réaction d'oxydation évitant ainsi la formation d'acides et de composés polaires dont certains sont susceptibles de dégrader de manière irréversible l'huile minérale. Ces additifs ne font que prolonger la durée d'utilisation de l'huile avant son altération. Une fois leur action terminée, c'est-à-dire lorsque les additifs antioxydants sont consommés, des boues et des acides se forment dans l'huile à peu près à la même vitesse que s'il n'y avait pas eu d'additif dans l'huile.

I.3.2.1.2. Rôle des huiles minérales

L'huile est utilisée pour l'isolation électrique seulement dans les régions où les contraintes électriques sont relativement faibles. Dans un transformateur haute tension, l'huile minérale doit imprégner les papiers et les cartons qui ont été préalablement séchés et dégazés.

Les huiles minérales ont trois fonctions principales :

- assurer l'évacuation de la chaleur, produite par les pertes au niveau des conducteurs, des circuits magnétiques et des isolants, vers les dispositifs de refroidissement ;
- Isoler, c'est-à-dire ralentir l'oxydation de l'isolation solide ;
- Isoler électriquement.

À ces fonctions principales fondamentales, il y a lieu d'ajouter la fonction résistance incendie et lubrifiant pour certains appareils comportant des pièces mobiles.

I.3.2.2. Huiles synthétiques

Les huiles synthétiques sont utilisées lorsque les caractéristiques requises ne sont pas remplies par les huiles minérales. C'est le cas en particulier lorsqu'il

est question d'améliorer la résistance au feu (transformateurs) ou lorsque l'on cherche une meilleure stabilité thermique et de grandes performances diélectriques (câbles et condensateurs). Il existe quatre principaux types de liquides synthétiques :

- Les hydrocarbures aromatiques ;
- Les hydrocarbures aliphatiques tels que les polyoléfines ;
- Les esters synthétiques ou esters organiques ;
- Les silicones.

Les liquides synthétiques sont un peu dans une position intermédiaire entre les PCB et les huiles minérales à cause de leur point d'éclair et leur température d'auto-inflammation. Les liquides synthétiques appartiennent aux liquides ayant un point d'éclair élevé. On les appelle également liquides ininflammables (liquides qui ont un point d'éclair minimum au-dessus de 300 °C). En raison de ce degré élevé de résistance à l'inflammation, ils sont utilisés dans les transformateurs situés dans les zones urbaines (c'est-à-dire là où la sécurité des personnes et des biens pourrait être compromise par le feu).

I.3.2.2.1. Les esters synthétiques

Fondamentalement, les esters synthétiques peuvent être classés en 5 groupes [6] :

- Les monoesters ;
- Les esters dicarboxyliques (di esters) ;
- Les esters du glycérol ;
- Les polyolesters ;
- Les esters complexes;

Les esters sont obtenus par synthèse d'un acide et d'un alcool. Les polyesters et les esters complexes sont utilisés dans des conditions extrêmes (contraintes élevées) comme dans le cas des transformateurs de puissance.

I.3.2.2.2. Huiles silicones

Les silicones, ou encore polysiloxanes, sont des composés inorganiques formés d'une chaîne silicium-oxygène (...-Si-O-Si-O-Si-O-...) sur laquelle des groupes se fixent, sur les atomes de silicium. Certains groupes organiques peuvent être utilisés pour relier entre elles plusieurs de ces chaînes (...-Si-O-...).

Le type le plus courant est le poly-diméthylsiloxane linéaire ou PDMS. La formule générale des huiles silicones est $(\text{CH}_3)_2\text{Si}-(\text{C}_2\text{H}_5\text{OSi})_n-\text{Si}(\text{CH}_3)_3$.

Les huiles silicones utilisées dans les transformateurs de puissance correspondent à des enchaînements avec n égal à 40 - 50, afin d'obtenir une viscosité acceptable avec un point de feu supérieur à 330 °C. Elles possèdent de bonnes propriétés contre le vieillissement et l'oxydation. Leur stabilité est liée à l'énergie de la chaîne Si-O (374 au lieu de 245 kJ/mol pour la chaîne C-C). L'huile silicone est incolore ; elle est caractérisée par un point d'écoulement très bas comparé à celui des huiles minérales, même si sa viscosité à 20 °C est plus élevée. Les huiles silicones sont également utilisées pour l'imprégnation de condensateurs au film de polypropylène métallisé.

I.3.2.3. Les huiles végétales ou esters naturels

Leur composition chimique est celle d'un triester provenant principalement de triglycérides. La formule d'un ester est $\text{R}-\text{COO}-\text{R}'$. La figure I.3 donne la structure chimique d'une huile végétale.

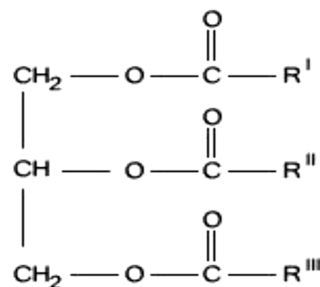


Figure I.5 : Structure générale d'une huile végétale.

Les huiles végétales (ou esters naturels) sont obtenues par estérification d'un tri-alcool simple, avec trois acides gras. Ces acides sont les mono-carboxyliques (de formule $R-COO-H$), à chaîne linéaire non branchée, comprenant un nombre pair d'atomes de carbone. Ils peuvent être saturés (sans double ou triple liaison) ou insaturés et parfois hydroxylés. Les triglycérides sont obtenus par trituration (broyage et pression) des grains. Les huiles végétales sont en général très peu toxiques et possèdent une excellente biodégradabilité.

Ces qualités sont dues notamment à une faible résistance à l'oxydation et l'hydrolyse. Ces deux caractéristiques, qui sont favorables à l'aspect éco-toxicologique, représentent un désavantage important pour les applications électrotechniques. En outre, leur comportement diélectrique n'est pas très élevé. Malgré ces inconvénients, les huiles végétales sont déjà utilisées dans les transformateurs de distribution et des tentatives sont en cours pour étendre leur utilisation dans les transformateurs de puissance.

I.3.2.4. Choix d'un liquide isolant pour une application spécifique

Le choix d'un liquide pour une application donnée doit assurer la fiabilité du fonctionnement des équipements ainsi que la sécurité des opérateurs. Il existe toujours un compromis entre les performances techniques du liquide isolant et son coût.

Les hydrocarbures aromatiques présentent des propriétés diélectriques nettement supérieures à celles des huiles minérales ; cependant, leurs prix restent élevés : 4 à 5 fois plus. Ils sont utilisés dans les câbles et les condensateurs, où le fabricant peut bénéficier de meilleures propriétés d'imprégnation en réduisant la taille des équipements et ainsi obtenir un équipement plus puissant et moins coûteux que s'il était imprégné d'huile minérale. Dans le cas des transformateurs, il n'est pas possible de tirer avantage des meilleures propriétés diélectriques des liquides synthétiques. Et c'est pour cette raison que les huiles minérales sont universellement utilisées dans cette application. Toutefois, lorsque la résistance

au feu devient un paramètre dominant, les transformateurs sont imprégnés d'huiles silicones ou d'esters. Ces produits sont inflammables, comme le sont les polychlorobiphényles (PCB). D'autre part, ils présentent un point de feu très élevé ($> 300\text{ }^{\circ}\text{C}$), ce qui limite le risque d'inflammation du liquide.

I.3.3. Complexe Huile/Papier

L'huile assure avec le papier un complexe isolant très efficace. Ce complexe constitue une clé maîtresse dans l'isolation électrique dans un transformateur de puissance. C'est également sa composante la plus fragile. Les caractéristiques électriques des complexes sont obtenues grâce à l'huile, le papier diminuant sensiblement les caractéristiques de celle-ci. La tenue mécanique du complexe est assurée par le papier. Les phénomènes vibratoires dus aux parties actives du transformateur sont en partie atténués par la présence des cales. On limite ainsi les contraintes subies par le complexe. Dans le but de renforcer la tenue mécanique du papier, celui-ci est disposé en bandes alternées de $75\text{ }\mu\text{m}$ d'épaisseur autour de la barre de cuivre. Le nombre de bandes de papier est généralement compris entre 3 et 12 [7].

Différentes caractéristiques peuvent être mesurées pour tester le papier [7] :

- Longueur à la rupture ou résistance à la traction ;
- Allongement à la rupture ;
- Indice de déchirement ;
- Résistance au pliage ;
- Limite élastique à la traction ;
- Indice d'éclatement ;
- Mesure du degré de polymérisation moyen viscosimétrique.

Cette dernière caractéristique est de nos jours la plus utilisée pour évaluer l'état du papier. Sur le plan chimique, le complexe papier/huile subit l'action de l'eau et de l'oxygène, Cette dernière étant exaltée par la température. Les effets les plus importants sont observés sur le papier.

I.4. Vieillissement et dégradation des isolants

Le vieillissement des isolants est le résultat d'une détérioration graduelle due à des réactions physiques et chimiques affectant la tenue mécanique et diélectrique du système d'isolation. Plus exactement, selon [8-9], le vieillissement est défini par la dégradation irréversible des propriétés du système d'isolation électrique due à l'action d'un ou plusieurs facteurs. Il s'ensuit de cette définition que l'un des paramètres déterminants pour qualifier le vieillissement d'un transformateur est le vieillissement des matériaux.

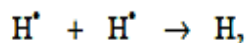
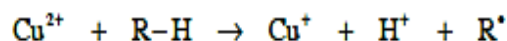
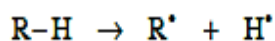
I.4.1. Dégradation de l'huile minérale

En service, les huiles isolantes subissent des changements irréversibles de leurs propriétés physico-chimiques. Ces changements sont dus à un ensemble de processus réactionnels responsables de la durée de vie des huiles isolantes en service. Ce processus réactionnel conduit inexorablement au vieillissement de ces huiles. L'action simultanée de l'oxygène moléculaire et du champ électrique en présence de matériaux de construction des appareils conduit au vieillissement. L'oxydation est le facteur prédominant.

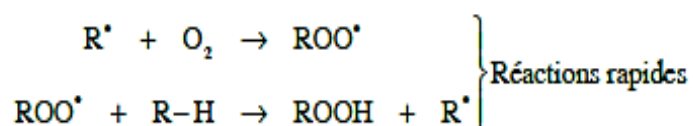
I.4.1.1. Mécanisme de l'oxydation

L'oxygène présent dans l'huile provient non seulement de l'extérieur de la cuve, mais aussi de la dégradation thermique de la cellulose. Il réagit avec des hydrocarbures pour former des oxydes qui constituent un des facteurs de vieillissement de l'huile. En présence d'oxygène, il se produit une oxydation qui comporte un certain nombre d'étapes (initiation, propagation, ramification et terminaison) [10-11]. Cette oxydation procède selon un mécanisme de réactions en chaîne initiées par les radicaux libres. Les différentes réactions, associées à ces étapes sont :

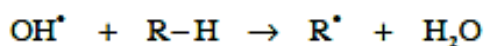
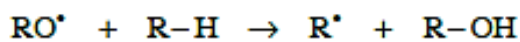
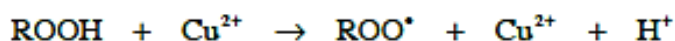
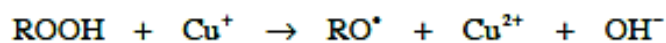
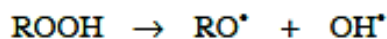
▪ Initiation



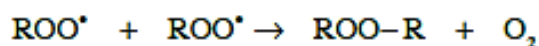
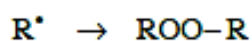
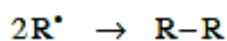
▪ Propagation



▪ Ramification



▪ Terminaison



Où R-H est un hydrocarbure, ROOH des hydroperoxydes, ROO. Un radical peroxyde. Comme peuvent le décrire ces réactions, les produits finaux résultant de l'oxydation sont des alcools R-OH, des aldéhydes, des cétones, des esters, des acides, H₂O, CO, CO₂ et des hydrocarbures légers. Il se produit aussi des peroxydes (ROO-R) qui sont des produits intermédiaires du processus

d'oxydation. L'ensemble de tous ces produits d'oxydation est la production de boues. Ce sont des substances partiellement conductrices qui précipitent hors de l'huile sur les isolants, la cuve, les surfaces du circuit de refroidissement, etc. Ces dépôts peuvent constituer des barrières conductrices en surface, diminuer la tenue mécanique du transformateur, obstruer les conduits de circulation d'huile et affecter le coefficient de transfert de chaleur entre les enroulements et l'huile. Le système de refroidissement perd ainsi son efficacité et l'élévation de la température qui en résulte accélère l'oxydation et la dégradation des isolants solides.

Les principaux facteurs qui influencent l'oxydation des huiles minérales sont l'oxygène, la température et les métaux agissant comme catalyseurs.

I.4.2. Vieillissement du papier - Mécanismes de dégradation

La détérioration du papier résulte principalement de la détérioration de la cellulose. Cette détérioration est normalement associée à la pyrolyse, à l'oxydation et à l'hydrolyse qui se produisent dans les matériaux [1-9]. Ces trois réactions entraînent la rupture des macromolécules de la cellulose et réduisent le degré de polymérisation moyen. Elles sont accélérées par toute augmentation de la température, de la concentration en oxygène et du taux d'humidité. Comme le confirme Green [12], les tendons d'Achille du papier sont la température et l'humidité ; la cellulose peut se dégrader rapidement aux températures supérieures à 90 °C.

Plus concrètement, on assiste à [1-13] :

- La pyrolyse ou thermolyse : la dégradation thermique de la cellulose provoque la coupure des liaisons glucosidiques et l'ouverture des anneaux de glucose. Les produits majoritaires formés sont des molécules de sucre libre, CO, CO₂, H₂O et H₂ ; La pyrolyse n'affecte sensiblement les qualités mécaniques du papier qu'au-dessus de 150 °C [14] ;

- L'oxydation consiste en l'attaque des anneaux de glucose par l'oxygène. Elle provoque une dépolymérisation. Les produits formés sont des carbonyles, des aldéhydes et des acides, mais aussi des gaz tels que CO, CO₂, H₂O et H₂ ;
- L'hydrolyse qui est la réaction de l'eau avec les ponts d'oxygène et qui provoque la rupture de chaînes sans formation de produits libres. L'eau formée par pyrolyse et oxydation contribue à augmenter l'hydrolyse.

Il faut noter qu'en dessous de 140 °C, il devient difficile de distinguer les trois mécanismes précédents. Dans ce cas, la dégradation du papier est due à l'action combinée de l'oxygène ou de l'eau, exaltée par la température.

Les trois types de mécanismes conduisent à la formation de sucres suite à la scission de la chaîne cellulosique. L'analyse des sucres dans l'huile d'imprégnation pourrait constituer un moyen de diagnostic de l'état de l'isolation solide. Cela ne peut être possible à cause de la faible solubilité des sucres dans l'huile. Sous influence de l'humidité et des acides, le glucose se dégrade en 5-hydroxyméthyl-2-furfuraldéhyde. Étant instable, ce dernier se décompose à son tour en d'autres dérivés furaniques tels que le 2-acétyl-furan, le 5-méthyl-2-furfuraldéhyde. En raison de leur solubilité partielle dans l'huile, ces produits constituent de nos jours les seuls traceurs caractéristiques de la dégradation du papier.

Dans ce cas, l'échantillon d'huile est prélevé et analysé en utilisant la chromatographie en phase liquide haute performance (HPLC). La concentration du dérivé de furanne le plus élevé et le plus significatif, le 2-furaldéhyde est mesurée et un DP estimé, est calculé empiriquement. Le nombre moyen de monomères dans les chaînes de celluloses est appelé « degré de dépolymérisation (DP) ». Le degré de polymérisation d'un papier neuf est de l'ordre de 1000 à 1300. La résistance physique de l'isolation papier est liée au DP moyen. Lorsque le papier vieillit, les liaisons entre les monomères adjacents se brisent, le DP diminue entraînant sa fragilisation. Le papier d'un âge

moyen à un DP environ de 500. Le papier avec un DP de moins de 250 est un papier vieilli considérablement et donc a une durée de vie (restante) très courte en tant que matériau isolant solide. Un transformateur avec un papier d'un tel état sera enclin à des pannes au niveau des enroulements lors d'efforts mécaniques tels que la vibration et les contraintes liées aux courants de court-circuit. La cellulose avec un DP de 150 ou moins est fondamentalement une poudre sans force mécanique significative.

Hormis ces trois réactions citées précédemment, d'autres facteurs contribuent aussi à la détérioration du papier et du carton. Les vibrations, les efforts électromagnétiques causés par les courts-circuits et les courants d'appel, les chocs au cours du transport ainsi que les efforts résultant des différents matériaux sont les principales contraintes mécaniques qui altèrent le papier et le carton. Si celles-ci sont suffisamment fortes, elles détruiront les matériaux isolants et entraîneront une défaillance électrique. Les efforts de compression entraînent le tassement des isolants solides et par conséquent une prise de jeu de l'ensemble de l'assemblage. Ceci rendra le transformateur plus vulnérable en cas de court-circuit.

I.4.3. Vieillissement du complexe Huile/Papier

Pour chaque composante du complexe, les phénomènes de vieillissement thermique restent essentiellement les mêmes. Cependant, il a été constaté [1] que les produits d'oxydation de l'huile contribuent au vieillissement du papier soit par leur action propre, soit par augmentation de l'hygroscopicité de l'huile ; par exemple, la vitesse de dégradation du papier peut être 10 fois plus rapide dans l'huile que dans un diélectrique.

L'eau accélère fortement le vieillissement, car elle se fixe principalement dans le papier. L'effet de l'air n'est pas toujours mis en évidence, car l'oxygène réagit surtout avec l'huile.

I.4.4. Récapitulatif du vieillissement de l'huile et du papier

Dans les transformateurs de puissance, ce n'est pas toujours le comportement électrique qui est le plus difficile à maîtriser, mais c'est l'interaction de toutes les autres contraintes, conduisant pendant une durée limitée ou non, avec des répétitions possibles, à augmenter les contraintes sur les isolations. Les contraintes susceptibles d'affecter le bon fonctionnement des équipements électriques sont au nombre de quatre :

- Contraintes électriques (décharges partielles, courts-circuits, surtensions, manœuvres ou atmosphériques, etc.) ;
- Contraintes mécaniques (courts-circuits, régimes transitoires, surcharges, vibrations, etc...) ;
- Contraintes thermiques (effet joules, courant de Foucault, pertes magnétiques et diélectriques, etc.) ;
- Contraintes chimiques (humidité relative, eau, oxygène, etc.).

La figure I.5 illustre simplement l'interaction entre ces contraintes et le système d'isolation du transformateur de puissance conduisant ainsi à son vieillissement.

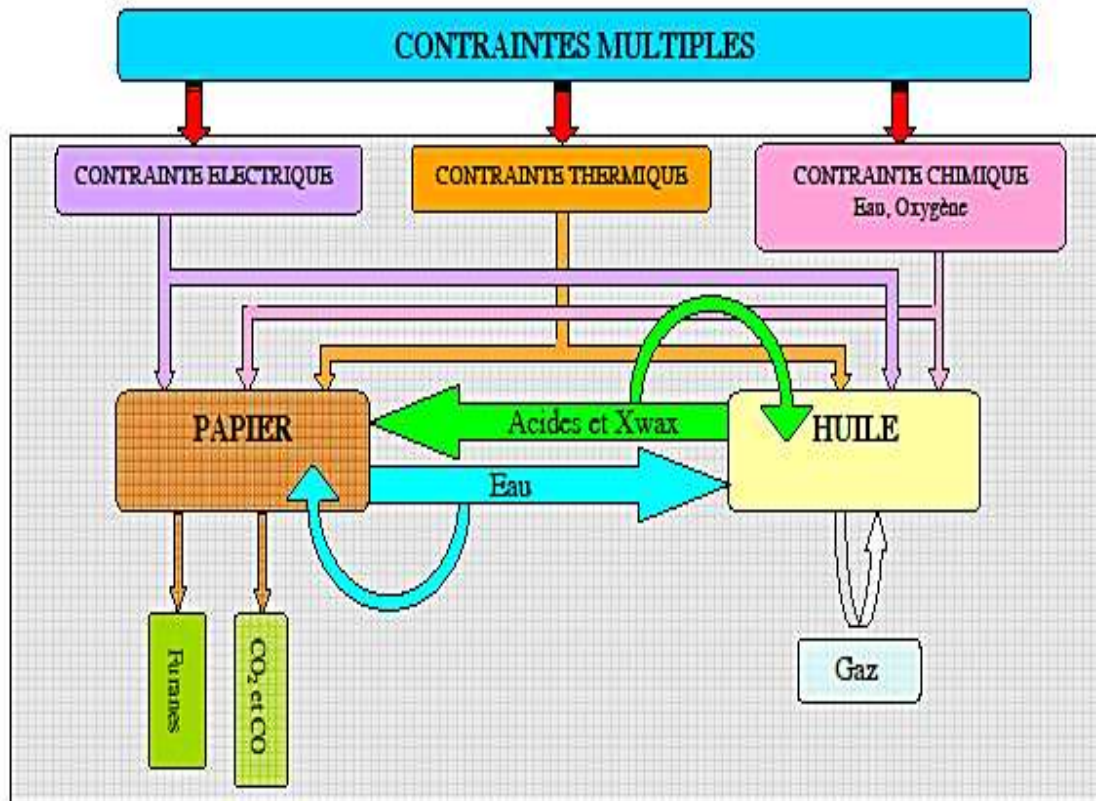


Figure I.6 : Interaction entre les différentes contraintes et le système d'isolation du transformateur [15].

I.5. Évaluation de l'état du transformateur

L'évaluation de l'état du transformateur est vérifiée en examinant l'isolation huile-papier. L'huile du transformateur contient 70 % des informations sur l'état du transformateur [15]. C'est en connaissant les variations des divers paramètres de l'huile et du papier que l'on est en mesure de savoir si le transformateur comporte une défaillance.

L'analyse des variations des caractéristiques de ces matériaux isolants s'effectue au moyen d'essais conventionnels (normes) ou plus perfectionnés. Ces méthodes (techniques) d'essais sont indispensables pour apprécier l'état du système d'isolation neuf et après plusieurs années d'exploitation. Les variations observées dans les différentes caractéristiques de l'huile peuvent être utilisés pour identifier/détecter les défauts naissants dans le transformateur.

Les techniques de diagnostic peuvent être subdivisées en 4 groupes [15] :

- L'identification/ la caractérisation. Ces paramètres peuvent être utilisés pour identifier ou caractériser l'huile ;
- Le taux de vieillissement. Ces paramètres ou propriétés sont pertinents pour le processus de vieillissement ;
- Les propriétés diélectriques qui caractérisent le fluide comme un bon isolant. Elles sont également pertinentes pour établir la marge de sécurité diélectrique ;
- L'état de dégradation de l'isolant.

I.6. Conclusion

Il ressort de cette analyse que les deux types d'isolation, papier et huile, sont essentiels dans la vie du transformateur.

Lorsque le transformateur est en service, il est soumis à plusieurs contraintes (électriques, chimiques, mécaniques, thermiques) qui altèrent son système d'isolation. Le vieillissement/dégradation de l'huile minérale et du papier procède de différents mécanismes.

Les caractéristiques des huiles isolantes dépendent de leur formulation (composition, constitution moléculaire, etc...) et leurs conditions d'utilisation.

Le vieillissement de l'huile est essentiellement dû à l'action de l'oxygène tandis que celui du papier provient de l'action de la température, de l'humidité et de l'oxygène.

L'oxydation de l'huile a pour conséquence une diminution de son pouvoir isolant suite à l'augmentation des pertes diélectriques, une mauvaise circulation de l'huile suite à la formation des produits de décomposition dissous, une dégradation plus rapide du papier.

II.1. Introduction

L'état du système d'isolation à l'huile-cellulose d'un transformateur est l'un des paramètres clés influençant les éléments suivants:

- ❖ Durée de vie ;
- ❖ Fiabilité.

La vitesse de vieillissement de ces matériaux d'isolation organiques dépend de différents paramètres, parmi lesquels:

- ✓ Matériaux d'isolation d'origine;
- ✓ Température de l'huile;
- ✓ Teneur en eau;
- ✓ Teneur en oxygène;
- ✓ Acides provenant de la détérioration de l'huile.

L'oxydation est la principale raison du vieillissement de l'huile, ce dernier est également influencé par la température, ainsi que par la présence de métaux tels que le cuivre et le fer, l'eau, les acides et la boue sont les produits d'oxydation les plus problématiques.

La régénération de l'huile des transformateurs permet de restaurer les propriétés de l'huile afin d'obtenir un produit présentant quasiment les mêmes propriétés qu'une huile neuve.

La régénération correspond à un processus qui grâce à des moyens chimiques et des adsorbants qui élimine les contaminants et les produits acides et colloïdaux entraînant la détérioration de l'huile afin d'obtenir une huile aux caractéristiques similaires à celles d'un produit neuf.

Lorsque l'huile présente des valeurs non acceptables de l'acidité, la tension interfaciale et le facteur de dissipation, il est nécessaire de régénérer l'huile.

Les valeurs des résultats d'analyse dépendent en grande partie de la stricte observation des conditions d'échantillonnage. Il est donc indispensable d'effectuer les prélèvements avec les précautions voulues, afin que les

échantillons soient réellement représentatifs de l'huile contenue dans le transformateur.

Dans ce chapitre, le procédé d'échantillonnage est présenté ainsi que les dispositifs d'analyses physico-chimiques.

Des analyses et interprétations des résultats des tests préliminaires seront effectuées sur un seul transformateur et deux huiles différentes une neuve et une régénérée en se référant aux normes internationales.

II.2. Matériels utilisés

Les huiles utilisées pour nos expériences sont :

- Des huiles minérales usagées récupérées et régénérée par la Division Unité Opérationnelle Traitement des Huiles des transformateurs objets de réparation aux niveaux des ateliers de maintenance SKMK ;
- Huile minérale régénérée ;
- Transformateur de marque ENEL :
Tension : 30 / B2.
Puissance : 50 KVA.
Année : 1987.
- Banc d'essais combinés haute tension et courant fort Division Unité Opérationnelle de maintenance des transformateur Blida SKMK :
 - ✓ Systèmes (transformateur) monophasés ou triphasés.
 - ✓ Régulation de la haute tension.

II.3. Procédure expérimentale

Des essais par tension appliquée ont été exécutés sur le transformateur ENEL 50KVA et avec une tension monophasée 50 Hz, dont l'amplitude est fixée par la norme, selon la classe d'isolement du transformateur, la tension est appliquée successivement à chaque enroulement pendant 60 s. Toutes

les bornes des autres enroulements et les parties métalliques étant reliées à la terre. Le banc d'essais permet d'appliquer des conditions extrêmes de fonctionnement sur le transformateur en essai de tension appliquée pour en accélérer le vieillissement électrique.

Les contraintes diélectriques de haute-tension est généralement appliquée en permanence tandis que les cycles répétés d'injection de courant fort infligent un stress thermique et mécanique à l'équipement électrique transformateur par la succession d'application de ce dernier dans un intervalle qui varie entre 50 KVA et 61 KVA qui entraînent des étapes de chauffe et de refroidissement de l'équipement.



Figure II.1 : Transformateur sous contrainte électrique (banc d'essai)

II.4. Importance de l'échantillonnage

Il est fortement recommandé de suivre scrupuleusement les modes opératoires et les précautions décrites dans la norme CEI 475 [16]. Les prélèvements ne doivent être effectués que par des personnes dûment habilitées (sécurité et risques électriques) et parfaitement informées des normes et procédures d'échantillonnages et prélèvements.

L'interprétation des résultats d'analyse et leur signification sont nettement améliorées si on utilise le même type de matériel et les mêmes techniques de prélèvement durant toute l'opération d'échantillonnage.

II.5. Procédé d'échantillonnage

Des précautions devront être prises durant l'échantillonnage afin de ne pas contaminer ou humidifier le diélectrique liquide. L'échantillonnage à l'extérieur sous pluie, brouillard ou vent fort est toléré seulement si toutes les précautions suivantes ont été prises en compte pour éviter la pollution du liquide.

- **Avant l'échantillonnage :**

Il faut tenir compte des points suivants :

- ✓ S'assurer du respect des consignes de sécurité et de prévention des risques diélectriques ;
- ✓ La norme CEI 475 [17] en vigueur impose que les prélèvements soient effectués par un personnel qualifié ;
- ✓ Remplir soigneusement la fiche de prélèvement et étiquette ;
- ✓ Porter les équipements de protection (gants, lunettes) ;
- ✓ Sauf agrément et qualification spécifique, il est recommandé d'effectuer les prélèvements hors tension ;
- ✓ Effectuer le prélèvement le plus rapidement possible après la mise hors tension de l'installation et noter la température du fluide ;
- ✓ Vérifier que le niveau du fluide est apparent et satisfaisant ;
- ✓ Éviter le prélèvement en plein air en cas de mauvais temps (pluie, brouillard, grand vent) ;
- ✓ S'assurer que le prélèvement est effectué par une personne compétente ou uniquement sous le contrôle direct d'agents responsables, qualifiés et expérimentés dans la manipulation d'huile isolante ;
- ✓ Utiliser uniquement des récipients secs et propres ;

- ✓ Veiller tout particulièrement à l'absence dans le matériel de prélèvement et des récipients toute trace d'impuretés solides, comme poussières, fibrilles, l'emploi de chiffons pour le nettoyage est particulièrement déconseillé ;
- ✓ S'assurer que toutes les précautions nécessaires pour éviter la pollution de l'environnement ou les risques liés à la sécurité sont strictement respectées ;
- ✓ N'utiliser que du matériel à usage unique ;
- ✓ Selon la norme l'échantillonnage est prélevé à l'endroit où le fluide est censé être le plus dégradé, en partie basse de la cuve de préférence quand cela est possible ;
- ✓ Vérifier la propreté des endroits ou orifices de prélèvement. Ne pas utiliser de chiffon pelucheux. Laisser couler le fluide (vanne basse) avant l'échantillonnage (purge), recueillir ce fluide dans un bidon (déchets) ;

Dans ces cas spéciaux, l'utilisation d'une bâche est nécessaire. On évitera toute condensation en chauffant le matériel d'échantillonnage de façon qu'il soit à une température supérieure à la température ambiante. Avant utilisation, le matériel devra être rincé avec le liquide à échantillonner.

L'opération veillera à ne pas toucher avec les mains les surfaces du matériel de prélèvement qui seront en contact avec l'huile. Le diélectrique liquide sera protégé contre tout type de rayonnement durant le transport et le stockage.

- **Après l'échantillonnage :**

- ✓ Veiller à éviter toute introduction de substances étrangères ;
- ✓ Refermer le flacon et seringue aussitôt après le prélèvement ;
- ✓ Vérifier l'étanchéité et absence de fuites, essuyer soigneusement ;
- ✓ Refermer l'orifice de prélèvement ;
- ✓ Bien vérifier le non écrasement des joints, vérifier l'étanchéité ;
- ✓ Nettoyer les orifices de prélèvement ainsi que le flacon ;

- ✓ Conserver l'échantillon à l'abri de la lumière ;
- ✓ Étiqueter le flacon en notant les références de l'appareil.

À l'arrivée au laboratoire, les flacons contenant les échantillons ne seront pas ouverts immédiatement : il est nécessaire d'attendre que la température de l'échantillon soit la même que la température ambiante [16].

Il est rappelé que quelque soit le volume d'huile nécessaire aux essais envisagés (3) fois minimum le volume requis, tous les récipients d'échantillonnage doivent être remplis à 98% de leur capacité.

II.6. Dispositifs expérimentaux et méthodes associées au laboratoire SKMK

Pour suivre l'évolution de ces propriétés, nous avons eu recours à la manipulation de différents appareils de mesure des différents paramètres relatifs à l'huile au laboratoire d'analyse des huiles de transformateurs de Sharikat Khadamet Mouhaouilet Kahrabaia (SKMK) SONEGAS Blida, tels que : Aspect et Couleur, Teneur en eau, Tension de claquage, Facteur de dissipation ($\tan \delta$), La densité, L'acidité, La viscosité, Indice de réfraction, et Infra-rouge.

II.6.1. Aspect et couleur

La coloration d'une huile neuve est une indication de son degré de raffinage ; une variation de la couleur (l'indice de couleur élevé ou évoluant rapidement) peut indiquer un chargement dans l'origine de l'huile, c'est-à-dire une dégradation ou une contamination de l'huile.

L'aspect d'une huile peut mettre en évidence la turbidité ou des sédiments, Indice d'une présence d'eau libre, de dépôts insolubles, de carbone, de fibres, de poussières, etc.

L'indice de couleur est mesuré selon la norme ASTM D1500 [18]. L'appareil utilisé pour cette mesure est un spectrophotomètre, de type Lovibond PFX (Figure II.1).



Figure II.2 : Appareil de mesure de la couleur

II.6.2. Teneur en eau

L'appareil utilisé pour cette mesure est un titrimètre de type 756 KARL FISHER (Figure II.2).

Les instruments utilisés pour effectuer le titrage de l'eau sont proposés en deux versions, l'une dite normale et l'autre dite coulométrique. Si les quantités d'eau sont plus élevées, on fait appel à la méthode dite normale, dans le cas contraire, on utilise la méthode coulométrique qui exige des quantités d'eau plus faibles (jusqu'à 10 μg d'eau). Dans la méthode coulométrique la plus adaptée à nos expériences, le diode nécessaire au dosage est générée à partir d'un précurseur (iodure) au fur et à mesure, par voie électrochimique à l'aide d'impulsions électriques appliquées aux électrodes : le réactif de KF modifié en conséquence contient un iodure qui est oxydé en diode au contact de l'anode. Cette cellule à électrolyse est munie d'un diaphragme entre les compartiments anodique et cathodique. À l'anode, l'ion iodure s'oxyde en diode selon la réaction [19].



Figure II.3 : Appareil de mesure de la teneur en eau.

La valeur de la teneur en eau doit être < 30 ppm (normalisée), dans le cas contraire, il faut appliquer un traitement physique (chauffage et séchage) sur l'huile analysé.

III.6.3. Tension de claquage

Pour mesurer la tension de claquage, un SPINTERMÈTRE de type OTSA 100 (figure II.3) a été utilisé, il est équipé d'une cellule pouvant contenir 250 ml d'huile avec un système d'électrodes sphériques de diamètre 12.5 mm et distant de 2.5 mm selon la norme CEI 156 [20]. La tension maximale étant 100 KV (50 Hz).

Le SPINTERMÈTRE est programmé pour un nombre d'essai (claquage) égale à 6 sur le même échantillon, avec un temps de repos de 2 minutes entre chaque essai. Ce temps est largement suffisant pour permettre à l'huile de se stabiliser. Ces essais sont réalisés à la température ambiante.



Figure II.4 : Appareil de mesure de la tension de claquage (SPINTERMÈTRE).

La valeur de la tension de claquage est la moyenne de 6 essais, cette dernière doit être > 70 KV (normalisée), sinon l'huile analysée a besoin d'un traitement physique.

II.6.4. Facteur de dissipation ($\tan \delta$)

Le facteur de perte diélectrique ($\tan \delta$) est mesuré selon la norme CEI 247 [21]. L'appareil utilisé est un pont automatique de type DIELTEST-DTL (figure II.4). Après la mesure de la capacité de la cellule à vide, celle-ci est remplie d'huile, puis chauffée jusqu'à 90°C , une tension de l'ordre de 2 KV est appliquée. Les données sont affichées et imprimées automatiquement.



Figure II.5 : Appareil de mesure le facteur de dissipation ($\tan \delta$)

La valeur du ($\tan \delta$) doit être < 0.005 . En cas de pertes diélectriques élevées, l'huile nécessite un traitement physique et chimique (régénération de l'huile).

II.6.5. La densité

C'est une caractéristique qui dépend de la constitution chimique de l'huile. Pour les huiles isolantes à tendance naphénique, elle se situe entre 0.8 et 0.88 à 20°C. La densité d'huile est déterminée au moyen d'un « densimètre ». On introduit soigneusement ce dernier dans une éprouvette remplie d'huile à analyser, ensuite la lecture de la valeur de la densité correspondante se fait selon la norme ISO 12185 [22].



Figure II.6 : Appareillage de mesure de la densité

II.6.6. L'acidité

L'acidité est déterminée par neutralisation chimique dite titrage acido-basique. Pour ce faire, il a été utilisé le système composé d'un bécher contenant l'huile à analyser et une burette 10 ml contenant une solution de KOH suivant la norme CEI 296 [23].

L'acidité est exprimée en mg de KOH/g d'huile, c'est-à-dire le nombre de mg d'une solution de potasse alcoolique de normalité 0.1, nécessaire pour neutraliser un gramme d'huile à essayer.

Elle se calcule par l'équation suivante :

$$IA = 0.1 M_1 V / M$$

IA : Indice d'acidité [mg KOH/g d'huile].

0,1: Normalité de la solution KOH [g/l].

M_1 : Masse moléculaire de la solution KOH (56.1 g/moles).

M : Masse d'huile [g].

V : Volume en [ml] de KOH, nécessaire pour avoir la neutralisation.

La valeur de l'indice d'acidité ne doit pas dépasser 0.03 mg KOH/g (normalisée), sinon il faut passer l'huile par un traitement physico-chimique.



Figure II.7 : Appareillage de mesure de la densité

II.6.7. La viscosité

La viscosité est mesurée selon la norme ISO 03104 [24], au moyen d'un appareil appelé viscosimètre (figure II.6), de type TAMSON (PMT). La valeur de la viscosité est obtenue en multipliant le temps d'écoulement entre les deux repères (sur le capillaire) en seconde du volume du liquide par le coefficient du tube capillaire qui correspond. Ce dernier est rincé dans un bain d'huile, chauffé à une température de 40°C.



Figure II.8 : Appareil de mesure la viscosité cinématique

II.6.8. Indice de réfraction

L'appareil utilisé pour cette mesure est un réfractomètre de type CONVEX (figure II.7) qui nous permet de déterminer la nature d'huile analysée : naphénique ou bien paraffinique, à l'aide de la réfraction de la lumière atmosphérique dans l'échantillon.



Figure II.9 : Appareil pour déterminer l'indice de réfraction

VI.5. Spectroscopie Infrarouge

La Spectroscopie Infrarouge est une méthode d'analyse chimique qui est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau à analyser. Elle permet, par la détection de vibrations caractéristiques des liaisons chimiques, d'effectuer l'analyse des molécules présentes dans le matériau.

Le principe d'analyse est le suivant : Lorsqu'un rayonnement lumineux de longueur d'onde donnée frappe une molécule du matériau à analyser, il lui communique une certaine quantité d'énergie si elle est voisine de l'énergie de vibration de cette molécule, sera absorbée par cette dernière et on enregistrera une diminution de l'intensité lumineuse réfléchie ou transmise, les longueurs d'onde qui correspondent au domaine d'énergie de vibration des molécules.



Figure II.10 : Appareil Spectroscopie Infrarouge Université SAAD DAHLEB.

II.7. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les matériels, les différentes méthodes et dispositifs expérimentaux utilisés dans nos investigations expérimentales. Les différents mesures effectuées tout au long de nos expérience sont tout conforme à la norme.

III.1. Introduction

Une huile usagée est une huile qui après utilisation devient contaminée (ses propriétés altérées), elle ne peut continuer à remplir sa tâche convenablement. Cette catégorie de matières comprend les lubrifiants à moteur, les liquides hydrauliques, les liquides servant à travailler le métal, les fluides isolants et les liquides de refroidissement, les huiles usagées conduisent à trois formes de résidus :

- L'huile usagée elle-même;
- Le filtre à l'huile, contenant un résidu d'huile usagée et des dépôts agglutinés;
- Le contenant dans lequel l'huile a été mise en marche et le restant d'huile vierge demeure au fond du contenant.

Les huiles lubrifiantes soumises à de fortes températures qui se dégradent et perdent progressivement leurs propriétés lubrifiantes.

Avant l'emploi, elles sont constituées de 80% à 90 % d'huile lubrifiante de base et de 10% à 20% d'additifs destinés à améliorer leurs performances, pendant l'usage leur composition change par l'effet de certains facteurs, tels que la modification physique et chimique des molécules (à cause de l'élévation de température de certaines parties de l'équipement), la dégradation des additifs, l'addition de métaux provenant de l'usure et l'infiltration de substances étrangères.

La composition d'une huile usagée est donc très variable et difficile à définir. Elle dépend entre autres du temps d'utilisation de l'huile, des additifs qu'elle contient de plus, lors de la récupération, les différentes sortes d'huiles usagées sont habituellement mélangées, ce qui rend d'avantage complexe la composition, et nécessite l'attention des recycleurs.

La régénération est un ensemble de procédés permettant le traitement chimique et physique d'une charge d'huile usagée. Le recyclage de ces huiles permet

l'économie de recourir à la consommation de nouvelles quantités d'huiles neuves.

La régénération est nécessaire lorsque l'huile est sévèrement polluée par des produits de décomposition. Si ces derniers sont instables, ils provoquent des dépôts, dont l'élimination nécessite un décuvage, et s'ils ne sont pas contre-solubles, ils contaminent le diélectrique en jouant parfois un rôle de catalyseur dans la poursuite de la décomposition, ne peuvent être éliminés que par une opération chimique ou physico-chimique spécifique assimilable à un nouveau raffinage.

Jusqu'à présent le seul moyen de purifier une huile isolante vieillie consiste à la régénération en la faisant passer à travers un lit de terre à foulon. Au cours de cette opération l'eau, les particules solides et les gaz sont extraits de l'huile du transformateur, on arrive à ce que la purification ne soit plus efficace (acidité trop élevée), l'huile doit être changée ou régénérée.

Dans ce chapitre nous avons utilisés le procédé de la régénération de la station de l'Unité SKMK Blida.

III.2. Présentation de la station de régénération

La station de régénération des huiles usagées est une petite raffinerie, dont le principe du procédé est schématisé sur la (figure III.1). Ce dernier consiste à une succession d'opérations qui font appel aux appareillages suivants :

- Filtre presse ;
- Cuve de stockage ;
- Station de traitement acide (dégoudronneuse) ;
- Chaudière malaxeur et filtre ;
- Sécheur sous vide.



Figure III.1 Station de régénération

III.3. Traitement chimique

Le processus de traitement des huiles usagées suit le protocole décrit ci-dessous (figure III.1).

L'huile usagée est aspirée du fût vers la cuve de stockage à l'aide d'une pompe munie d'un filtre presse, toutes les grosses particules et les boues sont retenues à ce niveau, l'huile brute est stockée ensuite pendant deux ou trois jours dans le but de faire décanter l'eau qui sera évacuée à l'aide d'une vanne qui se situe au niveau bas de la cuve.

L'huile stockée sera transféré vers la station de traitement chimique, à l'intérieur de la dégoudronneuse où se fait la séparation liquide-liquide par centrifugation de densités différentes à l'aide d'un bol séparateur : l'huile usagée est mélangée à l'aide d'une pompe doseuse d'acide sulfurique concentré (98 %) qui permet de retirer les produits d'oxydation (asphalte, acides organiques, eau, etc....). Le mélange passe à travers le bol de séparation entre les précipités (goudrons) et les huiles par centrifugation à 16000 tours/min.

Le seuil d'évacuation du liquide lourd est réglable en fonction de la densité relative des liquides à séparer et par le choix judicieux du dosage de l'acide sulfurique.

Il est clair qu'on ne traite pas les huiles de la même façon, car elles sont différents dans leurs degrés de vieillissement d'où des taux d'acidité, des degrés d'oxydation, des teneurs en eau différentes.

Le dosage de la pompe doseuse d'acide est réglé en fonction de l'aspect de l'huile à la sortie du récepteur. L'huile doit avoir une apparence brillante et claire. L'huile traitée est ensuite acheminée et stockée dans une autre cuve, pour être transférée après vers la chaudière. Cette dernière est chauffée jusqu'à 80°C, le système de remplissage est automatique et se fait fût par fût.

À 60°C-70°C, on ajoute les premières quantités de terre de foulon (terre décolorante), celle-ci permet à l'huile d'avoir un aspect plus clair en absorbant les agents colorants solubles ou insolubles dans l'huile, et aussi la diminution du taux d'acidité en absorbant les agents contaminants. La chaudière est munie d'un malaxeur qui assure l'homogénéisation de l'huile avec la terre. Une fois que la température est à 80°C, le mélange est aspiré sous l'action d'une pompe à vide pour être filtré [14].

L'huile clarifiée est mise au fur et à mesure du traitement, dans une autre cuve ensuite elle sera transmise dans un sécheur sous vide.

La régénération arrive donc à sa fin, le fluide diélectrique est préfiltré à l'entrée du sécheur. Ce dernier est chauffé par des résistances, après une filtration fine, le diélectrique est pulvérisé sur un ensemble d'anneaux disposés à l'intérieur d'une chambre sous vide, le fluide traité est évacué par une pompe d'extraction dans des fûts être mis en service.

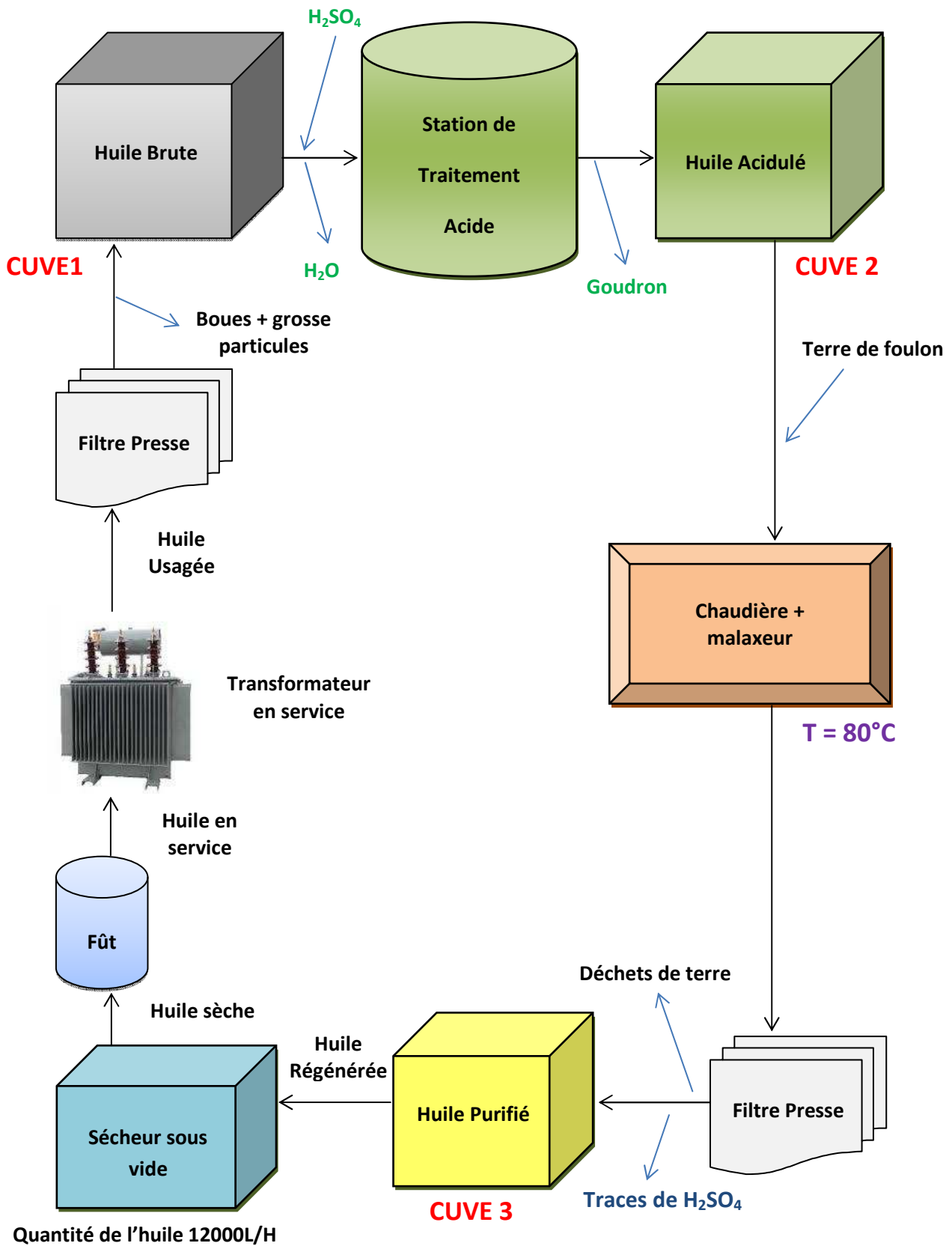


Figure III.2 : Procédé de régénération d'huile usagée

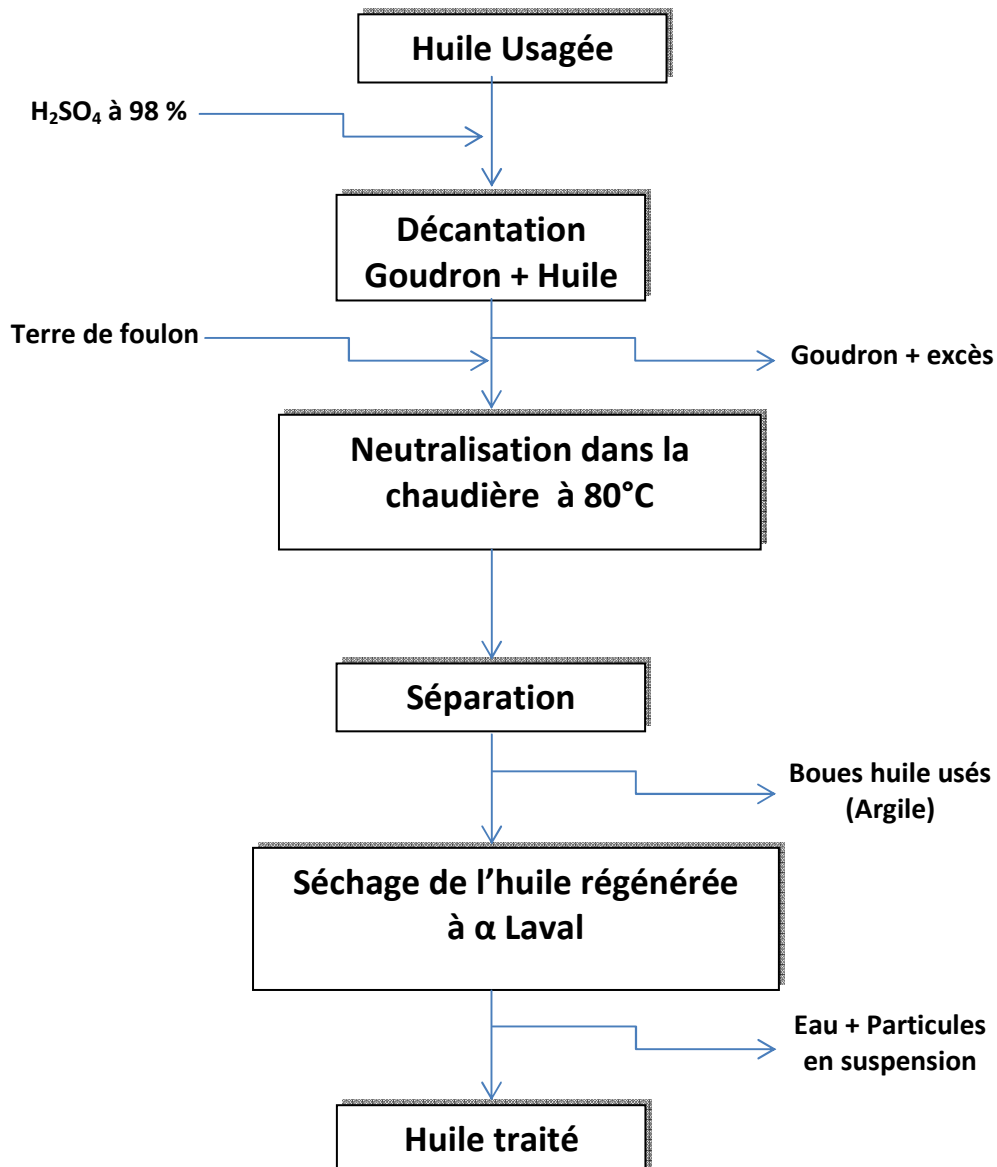


Figure III.3 : Schéma de procéder de régénération d'huile usagée

La Division Unité Opérationnelle Traitement des Huiles SKMK récupéré des quantités importante d'huiles usagées afin de la recycler et restaurer les paramètres initiale d'une huile neuve, ces dernier sont réutilisé dans les transformateurs réparer au niveau des unités de maintenance des transformateur SKMK.

Des échantillons d'huile ont été prélevés avant et à la fin de procédés de la régénération des huiles diélectriques isolantes pour analyse et vérification des paramètres physico-chimique et électrique.

Le résultat expérimental de la régénération des huiles usagées SKMK spa sont représentées comme suite :

CARACTERISTIQUES	HUILE USAGÉE
1/ Paramètres physiques	
Aspect	Noir, Trouble et présence d'impureté
Viscosité à 40 °C	9.359
Densité à 20°C	0.854
2/ Paramètres chimiques	
Indice de couleur	7.2
Indice d'acidité (mg KOH/gr)	0.69
Teneur en eau (ppm)	60.1
Indice de réfraction	1.475
3/ Paramètres électriques	
Facteur de dissipation diélectrique à 90°C	0.479
Tension de claquage (kv)	20

Tableau III.1 : Résultats d'analyse d'huile usagée avant régénération

Les analyses d'huile usagée avant traitement ont montrés une dégradation très importante de l'ensemble des paramètres physico-chimique et électrique d'huile usagée, une augmentation de l'indice d'acidité, du facteur de perte diélectrique et une diminution de la tension de claquage.

Nous avons enregistrées après régénération d'huile usagée les résultats obtenus qui sont regroupés dans le tableau III.2.

CARACTÉRISTIQUES	HUILE RÉGÉNÉRÉE
1/ Paramètres physiques	
Aspect	Limpide
Viscosité à 40 °C	8.6367
Densité à 20°C	0.856
2/ Paramètres chimiques	
Indice de couleur	0.6
Indice d'acidité (mg KOH/gr)	0.0296
Teneur en eau (ppm)	22
Indice de réfraction	1.481
3/ Paramètres électriques	
Facteur de dissipation diélectrique à 90°C	0.00278
Tension de claquage (KV)	46

Tableau III.2 Résultats d'analyse d'huile après régénération.

Les résultats d'analyses indiquent, une amélioration considérable des paramètres physico-chimiques à savoir : l'aspect, la couleur, l'indice d'acidité, et le facteur de dissipation, ce qui explique que la terre de foulon a absorbée tous les particules qui a influence ces derniers.

III.4. Traitement physique par centrifugation

Il s'agit d'un procédé d'élimination, des particules solides, des gaz dissous, et de la diminution de la teneur en eau de l'huile.

Les moyens physiques utilisés pour éliminer l'eau et les particules solides de l'huile comprennent plusieurs étapes, la filtration, la centrifugation et le procédé de séchage sous vide.

Cependant, aux pressions utilisées, il convient que la température de début de distillation de l'huile ne soit pas dépassée, afin d'éviter la perte des fractions

les plus légères de l'huile. Si cette donnée est inconnue, il convient de ne pas traiter l'huile à des températures supérieures à 70°C.

En règle générale, les centrifugeuses sont suffisantes pour éliminer l'eau libre de l'huile, et, dans tous les cas, peuvent agir sur toutes les impuretés solides finement divisées.

La station de traitement physique par centrifugation contient un bol séparateur qui permet la séparation liquide-liquide-solide à un débit compris entre 900 et 1200 l/h,

Les corps les plus lourds seront éliminés à ce niveau sous l'effet de la force centrifuge en se fixant sur des disques conique, l'eau libre étant plus dense que l'huile, elle s'éliminera sous le même effet mais s'évacuant par une ouverture qui se trouve sur le couvercle du séparateur.

L'huile doit être chauffée, donc elle transite dans le réchauffeur avant de pénétrer dans la chambre de dégazage, l'huile est chauffée à 60°C, et sous l'effet du vide la température d'ébullition de l'eau se verra baisser à l'intérieur de la chambre de dégazage de 100°C à 60°C ce qui permettra à la pompe à vide d'extraire toute les vapeurs d'eau sans recouvrir à la dégradation de l'huile, l'opération de traitement physique se fera en boucle avec une citerne fermée.

Pour étudier, l'influence de ce traitement sur la qualité de l'huile régénérée, nous avons utilisés la station de traitement physique par centrifugation de marque **α laval** (figure III.3).

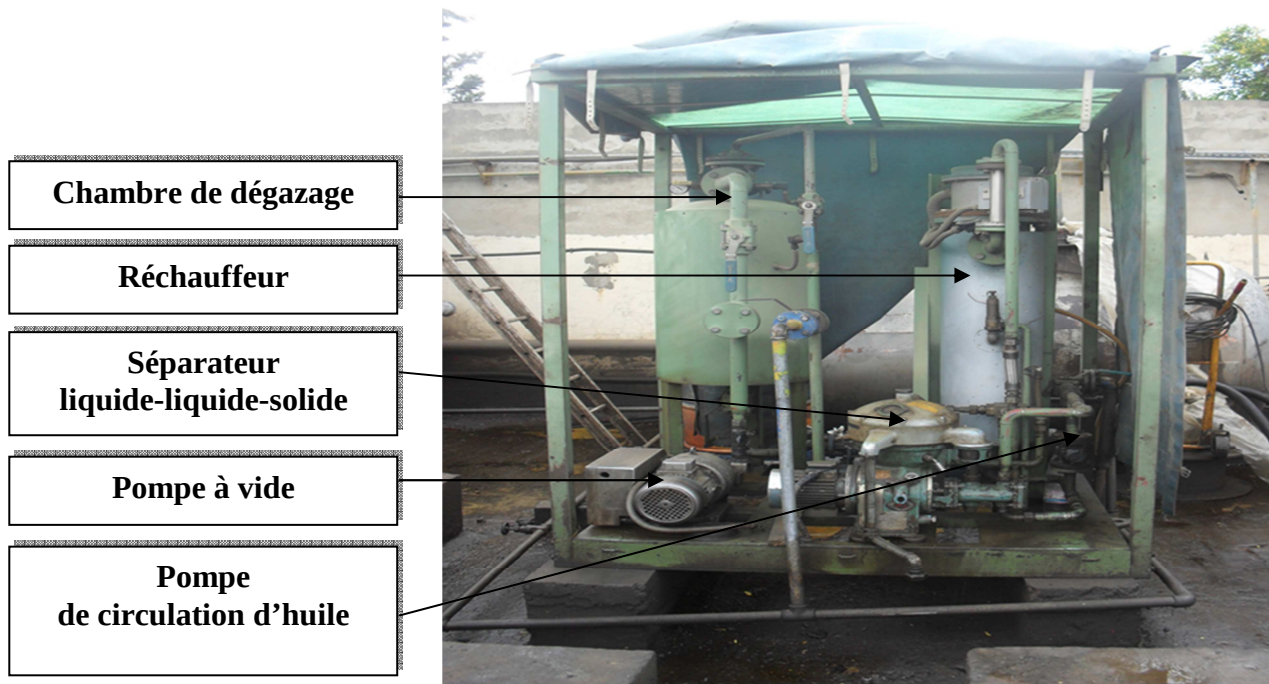


Figure III.4 : Station de traitement physique par centrifugation

III.5. Appareil de dépuration d'huile et remplissage de transformateur

Avant d'injecter de l'huile dans l'équipement électrique transformateur un traitement d'huile finale est nécessaire avant remplissage, l'appareil de dépuration est conçu pour le traitement à chaud de l'huile ont réduisant sa viscosité et augmente la vitesse de passage dans certains types d'épurateurs.

D'autre part, les dépôts et l'eau libre sont plus solubles dans l'huile chaude que dans l'huile froide, ils sont éliminés plus efficacement par un traitement à chaud. L'eau dissoute et en suspension est éliminée efficacement par un traitement à chaud et sous vide. Si l'huile contient des matières solides, il est conseillé de la filtrer avant de la traiter sous vide.

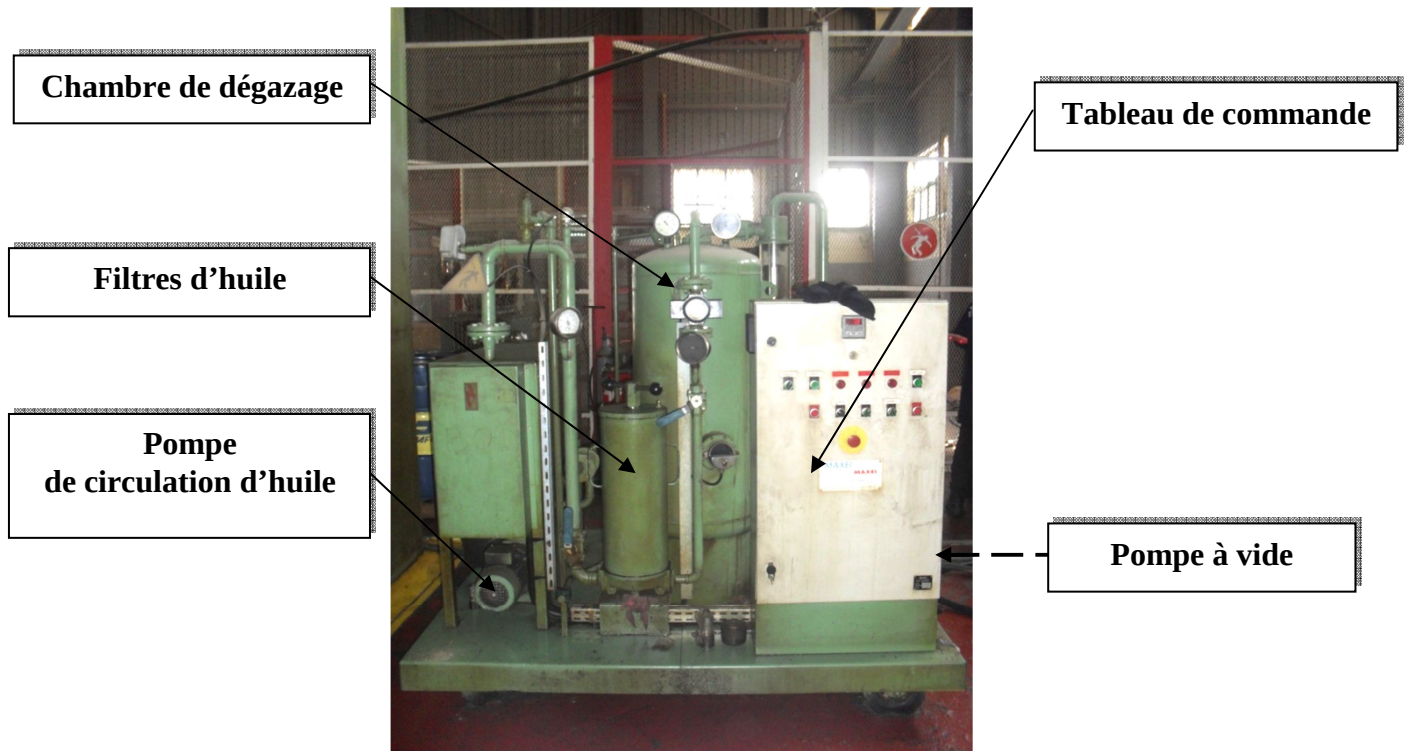


Figure III.5 : Appareil de dépuration d'huile

Nous avons enregistrées après dépuration d'huile régénérée les résultats obtenus qui sont regroupés dans le tableau III.3.

CARACTÉRISTIQUES	HUILE RÉGÉNÉRÉE
1/ Paramètres physiques	
Aspect	Limpide
Viscosité à 40 °C	8.6367
Densité à 20°C	0.856
2/ Paramètres chimiques	
Indice de couleur	0.6
Indice d'acidité (mg KOH/gr)	0.0296
Teneur en eau (ppm)	12.6
Indice de réfraction	1.481
3/ Paramètres électriques	
Facteur de dissipation diélectrique à 90°C	0.00278
Tension de claquage (KV)	75.2

Tableau III.3 Résultats d'analyse d'huile après dépuration

Une amélioration considérable des résultats d'analyses de certains des paramètres électriques et physico-chimiques de l'huile à savoir : tension de claquage, teneur en eau, ceci explique que le fait de déshydrater et de filtrer les particules en suspension ou dissouts dans l'huile ont une influence et un impact important sur la tenue de ces derniers lors de la dépuration.

III.6. Conclusion

Les avantages de la réutilisation et de recyclage des huiles usagées sur le plan environnemental, économique et en termes de conservation des ressources sont multiples, tout comme les méthodes envisageables à ces fins.

Les huiles usagées peuvent faire l'objet d'un retraitement qui préserve leurs propriétés lubrifiantes, prolonge leur durée de vie utile et réduit la consommation d'huiles vierges. Il est également possible de réutiliser les huiles en récupérant leurs propriétés physico-chimiques et électriques.

Dans l'optique de la conservation des ressources et de la protection de l'environnement, l'élimination de ces matières présente moins d'avantages et ne devrait être envisagée qu'en l'absence de solutions de rechange viable.

Dans la plus part des cas, l'utilisation normale d'une Huile ne modifie pas ses propriétés lubrifiantes de base. C'est plutôt la décomposition des additifs, les métaux et solides provenant de l'usure des pièces du transformateur qu'ils altèrent.

Le retraitement fait appel à des processus relativement simples tels que la décantation, la déshydratation, la filtration, la centrifugation pour retirer les contaminants, bien que le retraitement ne crée pas un produit lubrifiant comparable à une huile vierge, il nettoie suffisamment l'huile pour qu'elle puisse servir dans des applications moins exigeantes. La régénération d'huile usagée vise à restaurer intégralement les propriétés initiales des huiles neuves.

IV.1. Introduction

Par le passé, la cause principale de détérioration de l'huile isolante en service a été attribuée à la réaction chimique entre l'oxygène dissous et certains hydrocarbures de faibles liaisons moléculaires, catalysés par la chaleur et le cuivre. En conséquence, les méthodes d'essais utilisés pour estimer la stabilité à l'oxydation reposaient sur les hypothèses suivantes :

- Le processus de décomposition par oxydation peut efficacement être retardé au moyen d'inhibiteurs d'oxydation ;
- L'existence de radicaux libres dans les huiles isolantes ;
- La fonction diélectrique de l'huile n'est pas affectée par la présence d'oxygène.

Ces hypothèses considèrent donc le vieillissement de l'huile comme un processus exclusivement chimique dans lequel le champ électrique n'a aucun impact. Il ne fait aucun doute que les inhibiteurs d'oxydation entravent la vitesse de dégradation de l'huile, mais un examen plus attentif du concept de stabilité en cours d'exploitation a montré que cette propriété analytique ne dépend pas exclusivement de l'agressivité chimique de l'oxygène.

L'augmentation du facteur de dissipation de l'huile en service qui prouve la présence des molécules ionisées, c'est ce mécanisme de dégradation qui affecte les huiles isolantes sous l'effet de la contrainte électrique.

Les principaux objectifs dans ce chapitre sont les suivants :

- Comparer la stabilité des fluides diélectriques sous contrainte électrique ;
- Analyser l'impact de la régénération des huiles sur la stabilité des huiles isolantes ;
- Déterminer la vitesse de dégradation d'huile régénérée par rapport à l'huile neuve.

IV.2. Oxydation et produits de décomposition

Le processus de décomposition des huiles isolantes sous contrainte électrique commence par la rupture des liaisons de valence dans les molécules d'hydrocarbures instables (figure IV.1).

Tant que ces chaînes d'hydrocarbures ne sont pas rompues, la formation de produits de décomposition est impossible [25-26].

Le tableau IV.1 montre les énergies nécessaires pour la rupture des liaisons moléculaires des hydrocarbures [27]. Les sources d'énergie capables de casser une liaison covalente composée d'une paire d'électrons sont de trois ordres :

- La puissance du champ électromagnétique qui déclenche l'injection des électrons libres dans le liquide ;
- L'énergie thermique générée par la partie active du transformateur ;
- L'agressivité de l'oxygène dissous qui constitue la source d'énergie chimique (accompagné de l'effet catalytique du cuivre) pour le processus de décomposition.

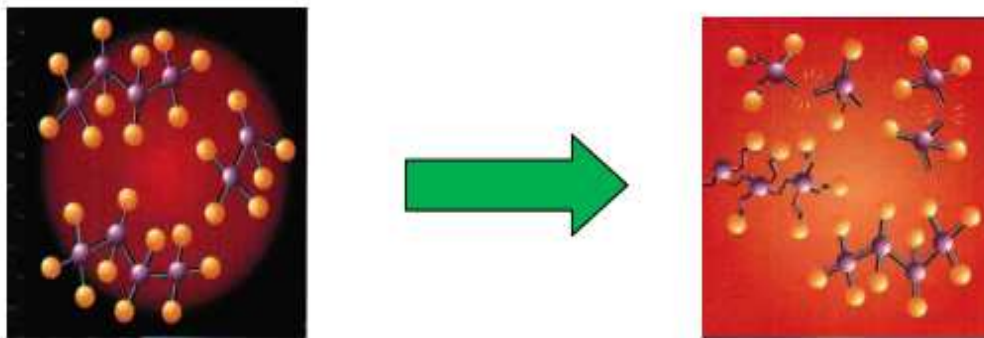


Figure IV.1 : Rupture des liaisons covalentes des molécules d'huiles

Liaisons	Hydrocarbures	Énergie de liaison (kJ/mol)
C-C	Aliphatique saturée	315 – 380
	Aliphatique insaturée	255 – 960
	Aromatique	230 – 480
C-H	Aliphatique saturée	395 – 440
	Aliphatique insaturée	320 – 560
	Cyclique	310 – 485
	Aromatique	270 – 480

Tableau IV.1 : Énergies requises pour briser les liaisons moléculaires

IV.2.1. Contrainte électrique

Les électrons libres sont la source primaire d'énergie pour la rupture des liaisons chimiques covalentes, les collisions entre les électrons injectés et les molécules d'hydrocarbures constituant l'huile peuvent être élastiques ou inélastiques.

IV.2.2. Contrainte thermique

La chaleur produite par le noyau magnétique et les enroulements est un autre facteur qui contribue au processus de dégradation des huiles isolantes. Dans les conditions normales d'exploitation du transformateur de puissance, la température de l'huile est généralement inférieure à 100 °C. Dans de telles circonstances, les énergies de rotation et de vibration des chaînes d'hydrocarbures sont excitées, tandis que la scission d'une liaison covalente ne se produit que si un niveau d'excitation électronique est atteint. Cependant, les molécules de faibles liaisons moléculaires peuvent parfois accumuler une énergie suffisante pour atteindre le niveau d'excitation électronique et se décomposer pour former deux radicaux libres qui à leur tour peuvent également réagir.

Une température élevée agit de trois façons :

- Elle accélère ou sert de catalyseur au processus d'oxydation ;
- Elle augmente la mobilité des radicaux libres générés par le gazage de l'huile ;
- Elle favorise les réactions chimiques aléatoires secondaires qui précèdent la formation des produits de dégradation.

IV.2.3. Rôle des radicaux libres

L'intérêt initial pour ces produits résultant des réactions intermédiaires a été mis en évidence il y a plusieurs décennies. Lors du XIXe Symposium sur les matériaux isolants qui s'est tenu au Japon en 1986 [28], une attention particulière a été prêtée aux « Radicaux libres dans l'isolation électrique ». Il a été conclu que les radicaux libres jouaient un rôle déterminant dans le processus de dégradation de tous les matériaux diélectriques.

IV.2.4. Rôle de l'oxygène dissous

L'oxygène dissous est un diradical qui produit continuellement un nombre croissant de radicaux libres provenant de ses attaques sur les hydrocarbures faiblement liés. Ces molécules électriquement neutres, mais chimiquement très actives exercent une influence sur les propriétés diélectriques des huiles isolantes. L'oxygène dans son état fondamental est une molécule qui existe sous forme de triplet. Du fait que les transitions entre triplets et singlets sont hautement improbables, elles ne peuvent pas être négligées lorsqu'une collision entre un électron libre et une molécule d'oxygène se produit [29]. Les deux premiers états excités de l'oxygène sont des singletons. Ces états singletons sont caractérisés par une très longue durée de vie et possèdent des niveaux d'énergie de 22,5 et 37,5 Kcal.mol⁻¹. Le transfert de l'énergie d'excitation aux molécules hydrocarbures accroît donc la probabilité de dégagement gazeux et constitue une

raison suffisante pour éliminer l'oxygène dissous dans l'huile.

IV.2.5. Réactions entre un radical libre et l'oxygène

La plupart des composantes des hydrocarbures paraffiniques dans les huiles isolantes sont relativement inertes du point de vue chimique à 100 °C, la température en régime normal des transformateurs en service.

À ces températures, il n'y a pas suffisamment d'énergie pour exciter les électrons sigma d'une orbitale de valence. Cependant, il est possible que certaines molécules moins stables, possédant des noyaux aromatiques avec des électrons pi délocalisés, puissent accumuler l'énergie nécessaire à une transition électronique due à une collision élastique provoquée par l'agitation thermique. Ce phénomène entraîne une coupure homolytique des liaisons de valence faible et la formation d'une paire de radicaux libres selon la réaction :



Cette rupture de doublet initie une réaction d'oxydation lorsqu'un radical libre formé rencontre une molécule d'oxygène :



Cette réaction chimique initie à son tour une réaction en chaîne qui produit un nouveau radical libre. Cet enchaînement est dû au fait que l'oxygène soit de radical, c'est-à-dire il possède deux électrons non appariés.

Le peroxyde formé dans cette étape peut être facilement décomposé par thermolyse pour produire une autre paire de radicaux libres :



Ces radicaux libres se joignent aux molécules d'oxygène pour attaquer d'autres hydrocarbures vulnérables et pour augmenter la concentration des produits de décomposition dissous issus de l'oxydation.

IV.3. Technique expérimentale

La technique expérimentale a été décrite dans le chapitre intitulé « Matériels et Méthodes », Pour évaluer le comportement d'huile neuve et régénérée remplie dans le transformateur est soumis sous contrainte électrique, diverses caractéristiques sont mesurées avant et après application de la haute tension appliquée, Il s'agit en particulier du facteur de dissipation diélectrique, la tension de claquage et conductivité, la teneur en eau, indice de neutralisation (TAN) et viscosité, et afin de vérifier la composition des deux échantillons huiles une analyse infra-rouge a été élaboré pour comparer la composition chimiques des huile.

Enfin et pour but de vérifier la vitesse de dégradation d'huile régénérée par rapport à une huile neuve deux paramètres chimique (teneur en eau, indice de neutralisation) des deux type d'huile ont été contrôlée.

IV.4. Résultats

IV.4.1. Comparaison des propriétés physico-chimiques et électriques de l'huile régénérée et neuve.

La comparaison des caractéristiques physico-chimiques et électriques des deux échantillons d'huile neuve et régénérée rempli dans le transformateur recueillis auprès de division traitement des huiles SKMK SONELGAZ sont regroupées dans le tableau IV.1.

CARACTÉRISTIQUES	HUILE NEUVE	HUILE RÉGÉNÉRÉE
1/ Paramètres physiques		
Aspect	Limpide	Limpide
Viscosité à 40 °C	8,042	8,636
Densité à 20°C	0,874	0,856
2/ Paramètres chimiques		
Indice de couleur	1	0, 6
Indice d'acidité (mg KOH/gr)	0,023	0,0296
Teneur en eau (ppm)	8,4	12,6
Indice de réfraction	1,481	1,478
3/ Paramètres électriques		
Facteur de dissipation diélectrique à 90°C	0,0089	0,00278
Tension de claquage (kv)	80	75,2

Tableau IV.2 : Les caractéristiques physico-chimiques et électriques d'huile neuve et régénérée lors de remplissage de transformateur.

Le but de cette expérience est d'étudier le comportement de l'huile neuve soumise aux contraintes électriques, on recueille la même huile et on analyse les propriétés, on répète ensuite la même opération pour la deuxième fois avec de l'huile régénérée.

Dans ce qui va suivre, nous allons déterminer les propriétés électriques et physico-chimiques des huiles afin d'observer leur évolution en fonction de la tension appliquée.

L'objectif est de déterminer la vitesse de dégradation de l'huile en fonction de la tension appliquée, les tensions appliquées sont de 50 KV à 62 KV.

IV.4.1.1 Caractéristiques électriques

IV.4.1.1.1 Facteur de dissipation diélectrique

Les Figures IV.1 et IV.2 montrent la réponse diélectrique dans le domaine fréquentiel du facteur de dissipation diélectrique et conductivité, comme

on peut le voir à partir de ces figures, ces deux paramètres augmentent avec la tension appliquée.

Cette augmentation reflète probablement la présence de certains composés polaires ou de molécules réactives [30]. Les valeurs du facteur de dissipation diélectrique et de la conductivité à la fréquence industrielle de 50 Hz traduisent un changement dans les propriétés de l'huile.

L'augmentation du facteur de dissipation électrique et de la conductivité s'explique par la décomposition des longues chaînes d'hydrocarbures qui laissent des molécules avec une liaison covalente rompue dans l'huile.

Lorsque la rupture du doublet électronique a lieu, de manière homolytique les deux composantes sont électriquement neutres, quand un tel produit de dégradation capte un électron libre, il devient un porteur de charge qui augmente le facteur de dissipation et la conductivité.

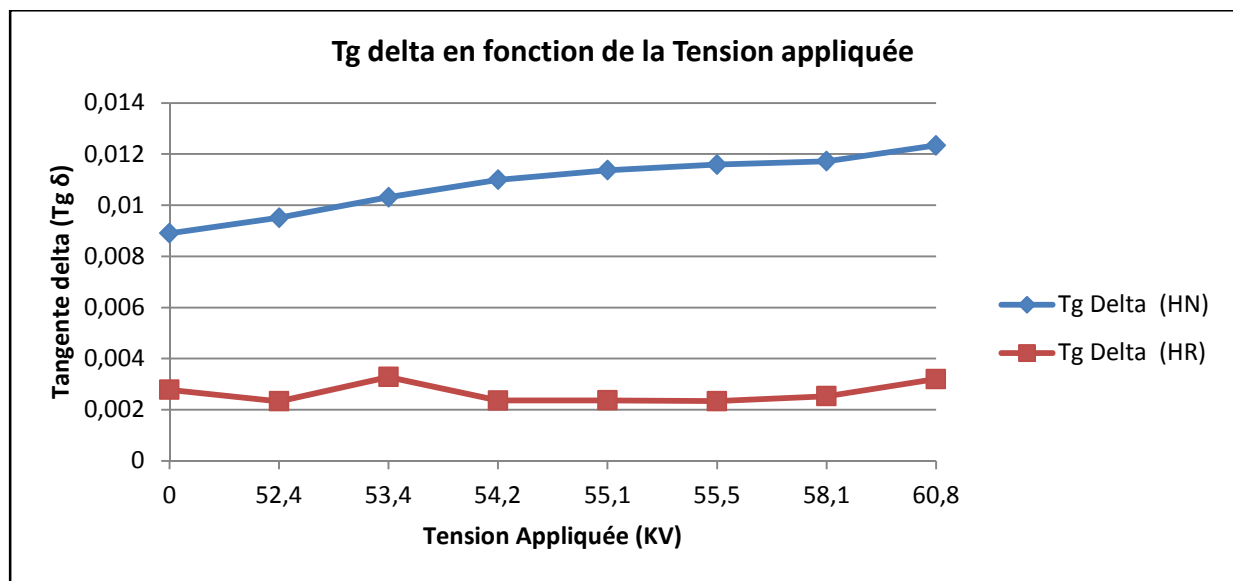


Figure IV.2 : Graphe comparatif de variation de paramètre tangente delta en fonction de la tension appliquée.

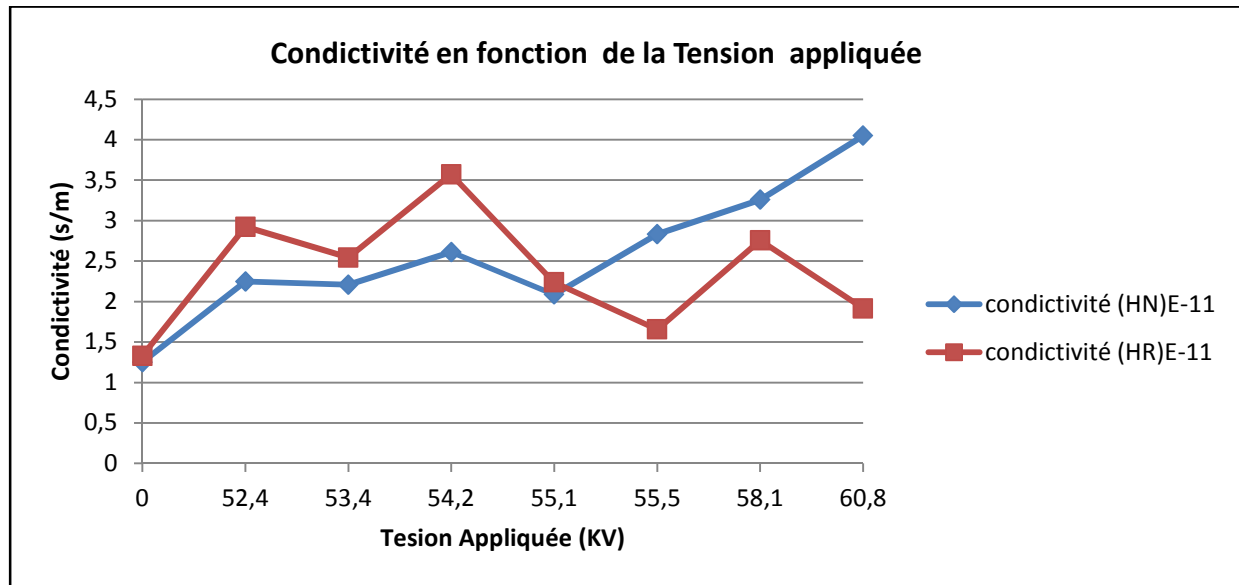


Figure IV.3 : Graphe comparatif de variation de paramètre conductivité en fonction de la tension appliquée.

IV.4.1.2.3. Tension de claquage

La Figures IV.3 montre une diminution de paramètre tension de claquage en fonction de de la tension appliquée (de même pour l'huile neuve que l'huile régénérée),

De nombreux phénomènes sont susceptibles d'altérer un diélectrique au cours du temps (vieillessement), provoquant en particulier une diminution de la tension de claquage. Ils sont responsables de la majorité des claquages intervenant lors de la mise sous tension, due aux impuretés qui peuvent apparaître en suspension (bulle de gaz, gouttelettes d'eau, particule solides isolantes ou conductrices..), la présence des impuretés conduit au renforcement local de champ électrique.

La déformation du champ dépend de plusieurs paramètres comme :

- ✓ Forme et dimensions des impuretés ;
- ✓ Intervalle et forme des électrodes ;
- ✓ Permittivité et conductivité des impuretés ;
- ✓ Concentration des impuretés.

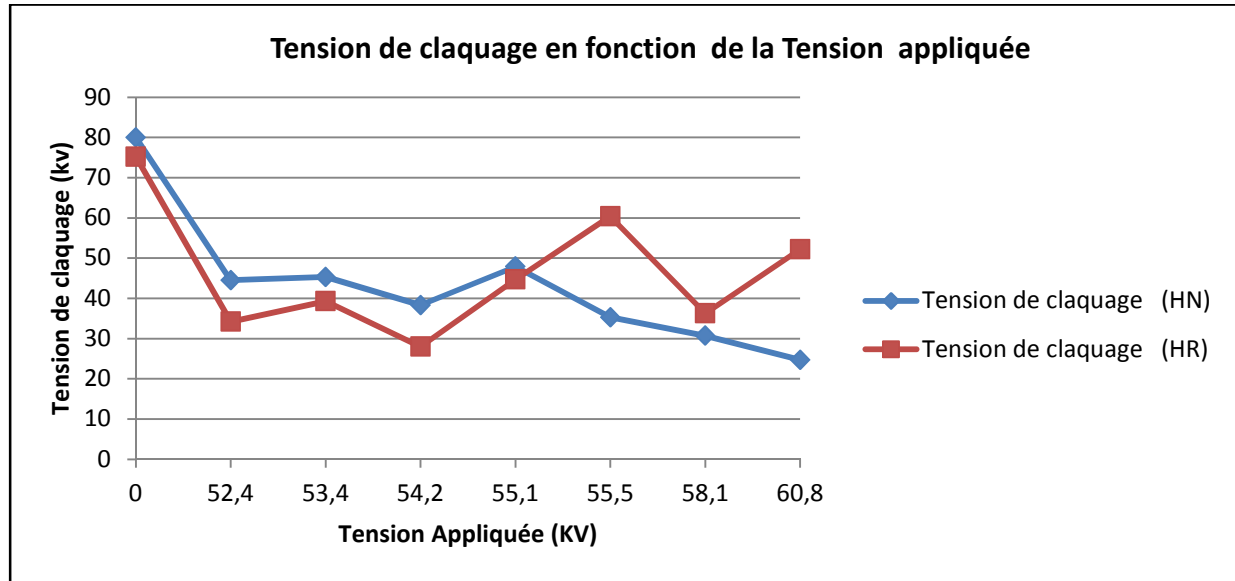


Figure IV.4 : Graphe comparatif de variation de paramètre tension de claquage en fonction de la tension appliquée

IV. 4.1.2 Caractéristiques physico-chimiques

IV.4.1.2.1 Couleur

Changement évidents dans la couleur de l'huile neuve par rapport à l'huile régénérée a été enregistré qui peut nous indiquer des changements plus profonds au sein de l'huile elle-même qui doivent être examinées plus avant.

Elle permet d'apprécier la qualité des huiles neuves et régénérée et constitue un moyen efficace pour surveiller l'acidité des huiles en service, elle renseigne également sur le vieillissement de l'huile puisque celle-ci devient plus foncé.

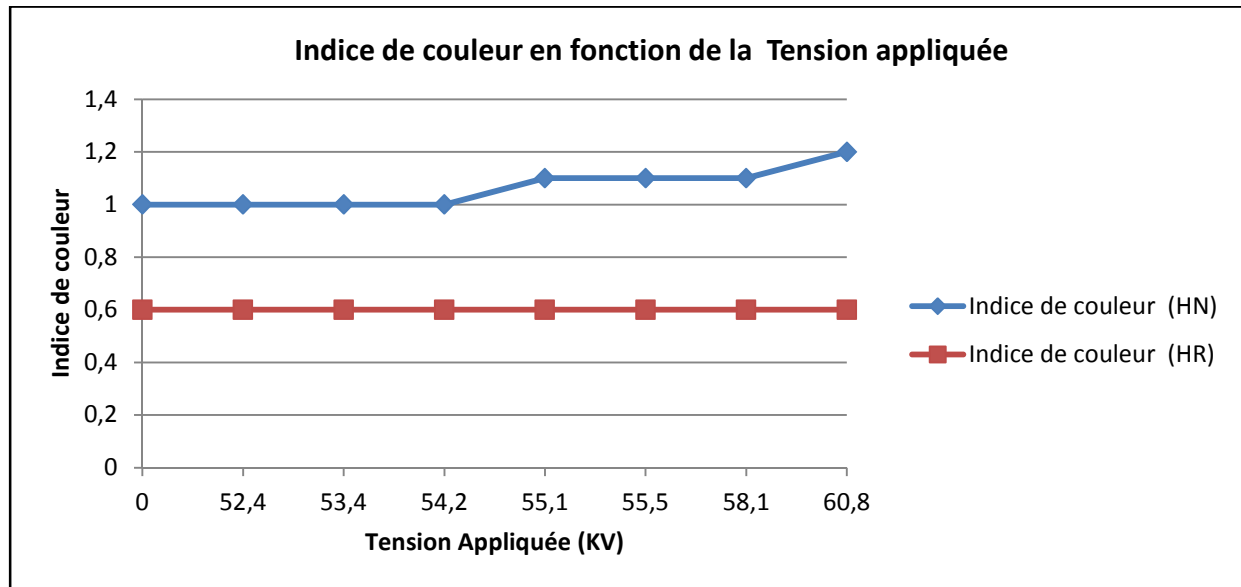


Figure IV.5 : Graphe comparatif de variation de l'indice de couleur en fonction de la tension appliquée

IV.4.1.2.2 Viscosité

La viscosité de l'huile est définie comme sa résistance à l'écoulement. C'est une caractéristique essentielle pour les liquides isolants. Les viscosités élevées sont moins désirables plus particulièrement dans les climats froids. La viscosité cinématique est mesurée en chronométrant le temps d'écoulement de l'huile dans un tube capillaire calibré, la viscosité varie avec la pression, mais l'incidence de la température est la plus forte, et elle diminue rapidement avec l'augmentation de la température.

Les résultats de la viscosité en fonction de la tension appliquée sont présentés dans la figure IV.5. Comme le montre la courbe obtenue, la viscosité croît légèrement ceci indique que l'huile commence à réduire la capacité de refroidissement.

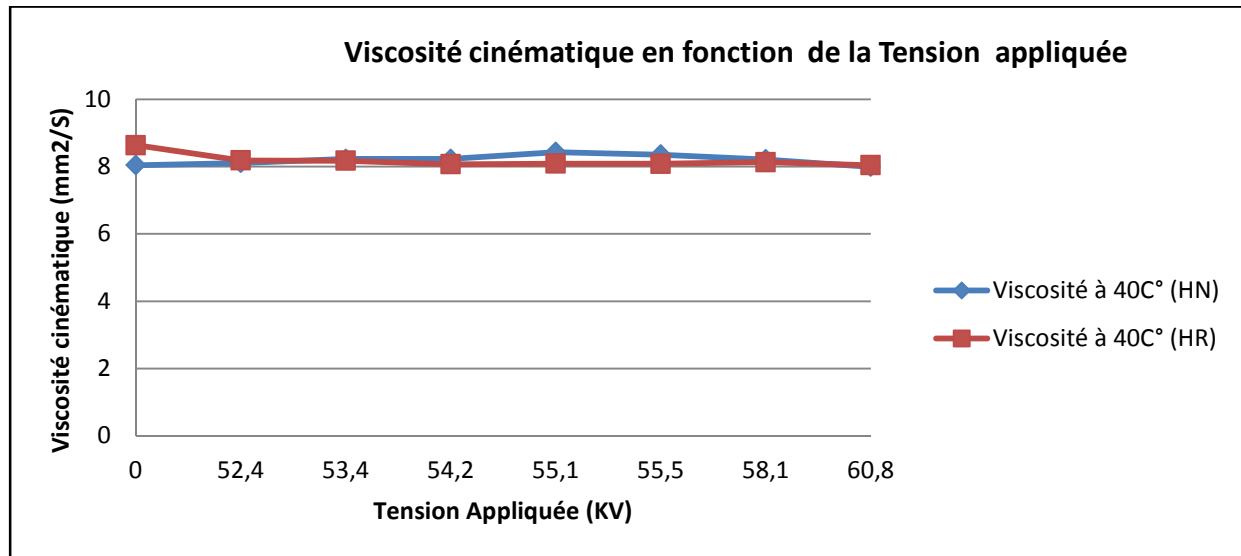


Figure IV.6 : Graphe comparatif de variation de paramètre viscosité en fonction de la tension appliquée

IV.4.1.2.3 Nombre d'acidité total (TAN)

Comme on peut le voir sur la figure IV.6, une augmentation de la propriété TAN qui est corrélée au degré de contamination et produits d'oxydation acides (acide carboxyliques, ou combinés sous forme d'ester....)

Cette mesure, qui est la plus représentative du vieillissement d'une huile constitue l'outil majeur pour connaître l'état de vieillissement :

- D'une part, car une huile acide peut endommager l'état du papier et des parties métalliques du transformateur ;
- D'autre part car cette valeur indique s'il peut y avoir une formation éventuelle de boues qui peuvent obstruer les canaux de refroidissement à l'intérieur du bobinage.

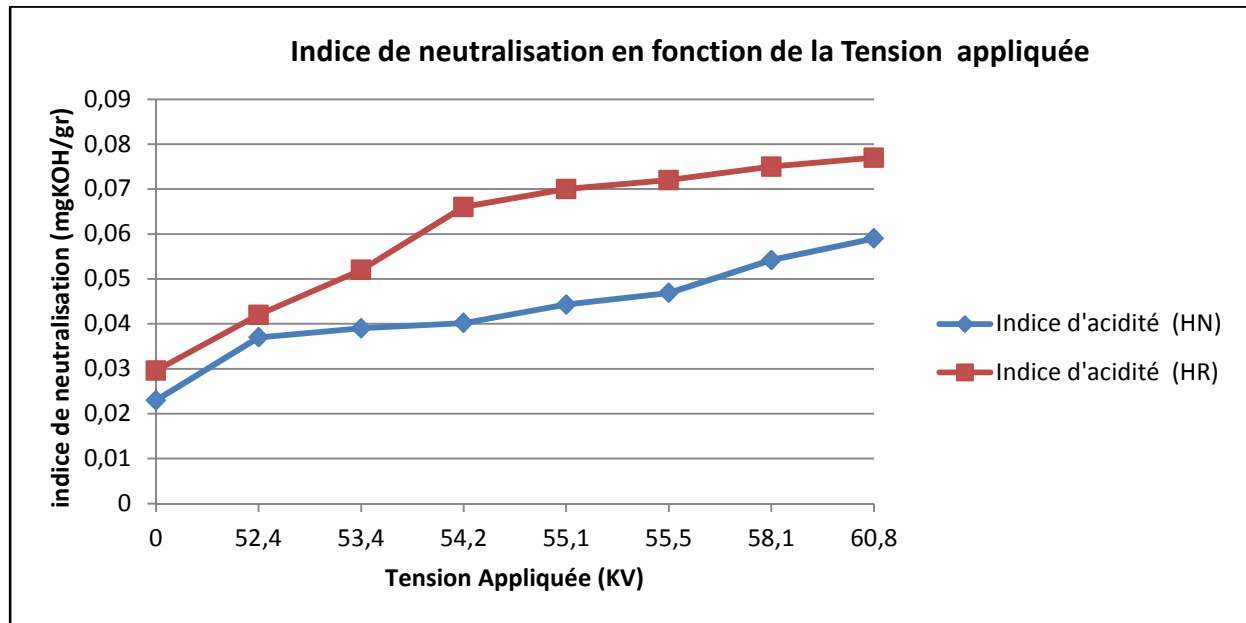


Figure IV.7 : Graphe comparatif de variation de paramètre indice de neutralisation en fonction de la tension appliquée

IV.4.1.2.4 Teneur en eau

L'eau est un catalyseur important dans l'oxydation de l'huile, l'accélération du vieillissement du papier, l'augmentation de la corrosion du noyau et la cuve. Le plus dangereux et destructeur de ces effets est la perte de l'habilité des huiles isolantes. La figure IV.7 montre la teneur en eau après l'application de la tension. La teneur en eau augmente avec l'augmentation des tensions appliquées.

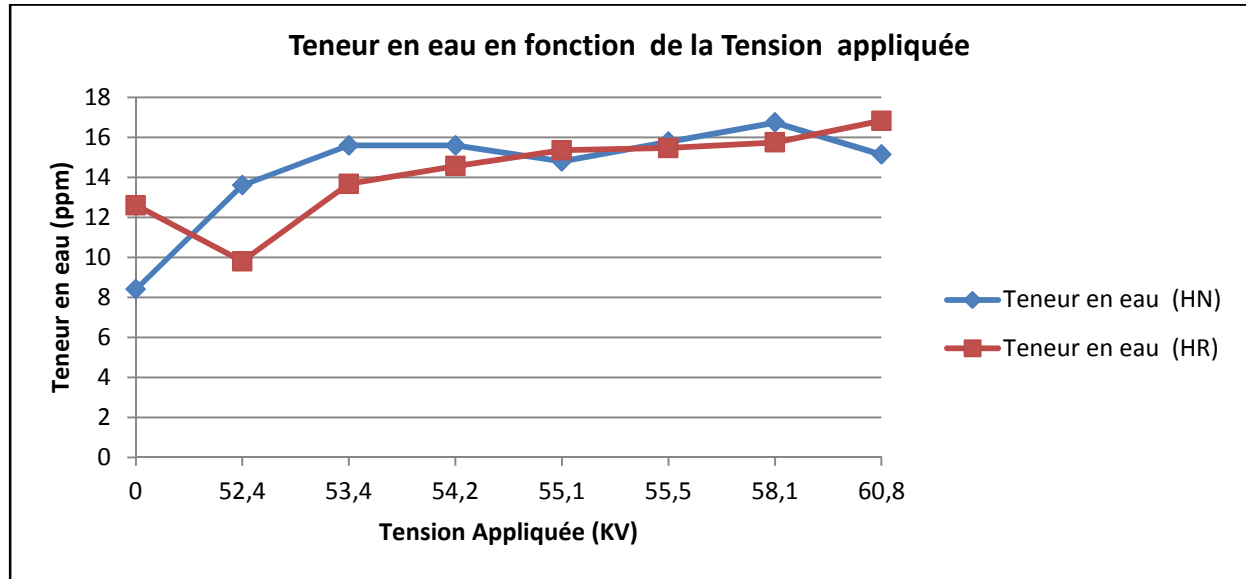


Figure IV.8 : Graphe comparatif de variation de paramètre teneur en eau en fonction de la tension appliquée

IV.5. Spectroscopie Infrarouge

Nous utilisons cette technique dans notre travail dans le but d'évaluer les changements dans la structure chimique causés particulièrement par les contraintes électriques.

À cet effet nous présentons dans les figures IV.8, IV.9, IV.10 les spectres infra-rouge de l'échantillon huile usagée et huile neuve et régénérée, puis une deuxième analyse après vieillissement d'huile sera vérifiées pour les deux huiles neuve et régénérée.

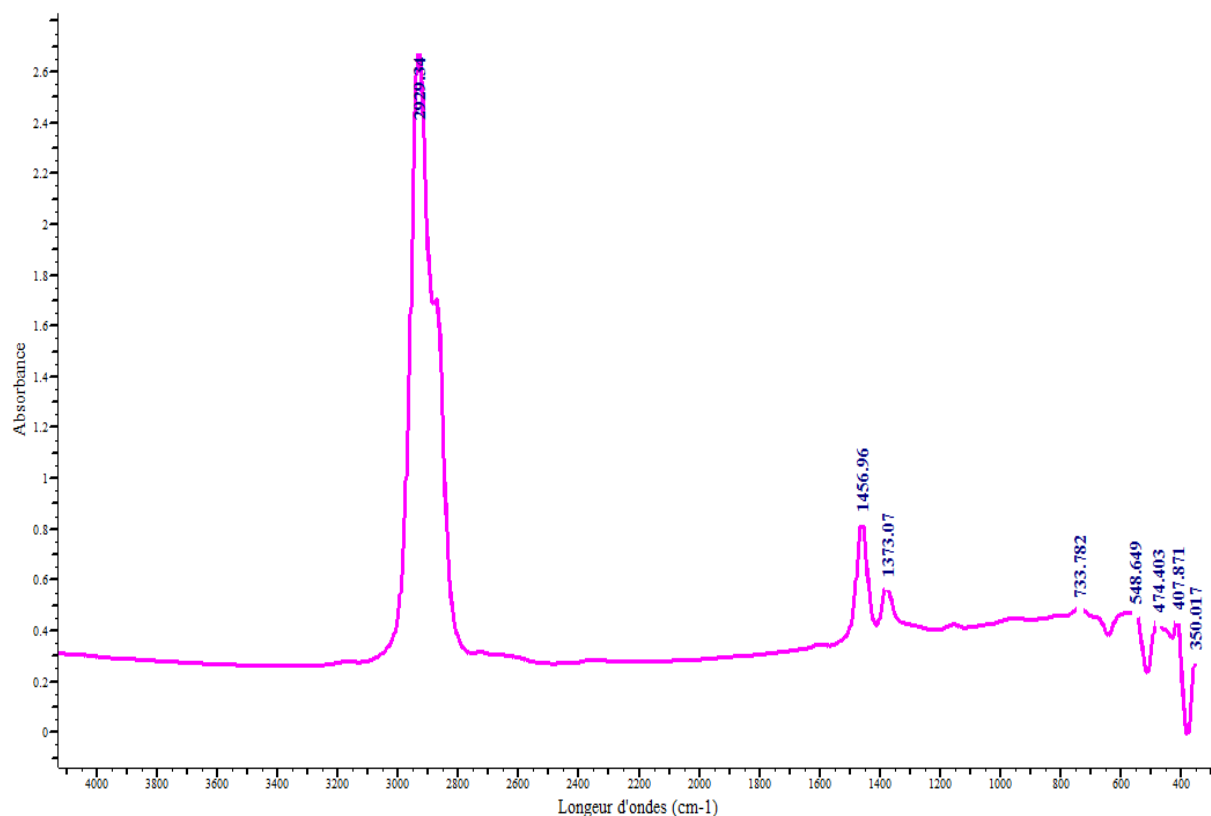


Figure IV.9 : Spectre infrarouge Huile Neuve

GROUPEMENT FONCTIONNEL	LIAISON	FRÉQUENCE (cm ⁻¹)	INTENSITÉ	ASSIGNATION
Alcane	C - H	2929,34	Forte	Elongation
Alcane	C - H	1456,96	Forte	
Alcane	CH ₂ Et CH ₃	1373,07	Forte	Déformation
Aromatique	C - H	733,782	Forte	Déformation
Halogénures	C - Br	548,649	Forte	Elongation
Halogénures	C-I	350,017 à 474,403	Forte	Elongation

Tableau IV.3 : Bande d'absorption des groupements caractéristiques de l'huile neuve

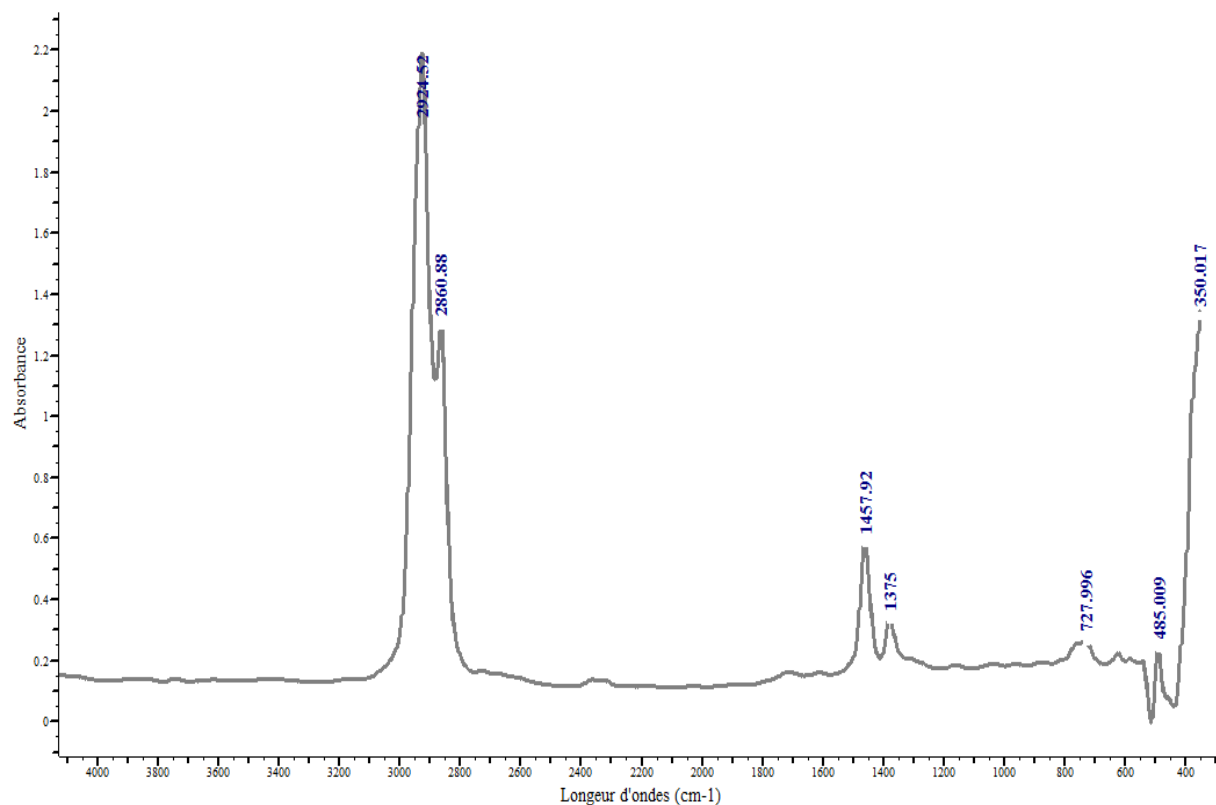


Figure IV.10 : Spectre infrarouge d'Huile Usagée

GROUPEMENT FONCTIONNEL	LIAISON	FRÉQUENCE (cm ⁻¹)	INTENSITÉ	ASSIGNATION
Alcane	C - H	2860,88 - 2924,52	Forte	Elongation
Alcane	C - H	1457,92	Forte	Déformation
Alcane	CH ₂ Et CH ₃	1375	Forte	Déformation
Alcane	CH ₂ Et CH ₃	727,996	Moyenne	Déformation
Halogénures	C-I	350,017 à 485,009	Forte	Elongation

Tableau IV. 4 : Bande d'absorption des groupements caractéristiques de l'huile usagée

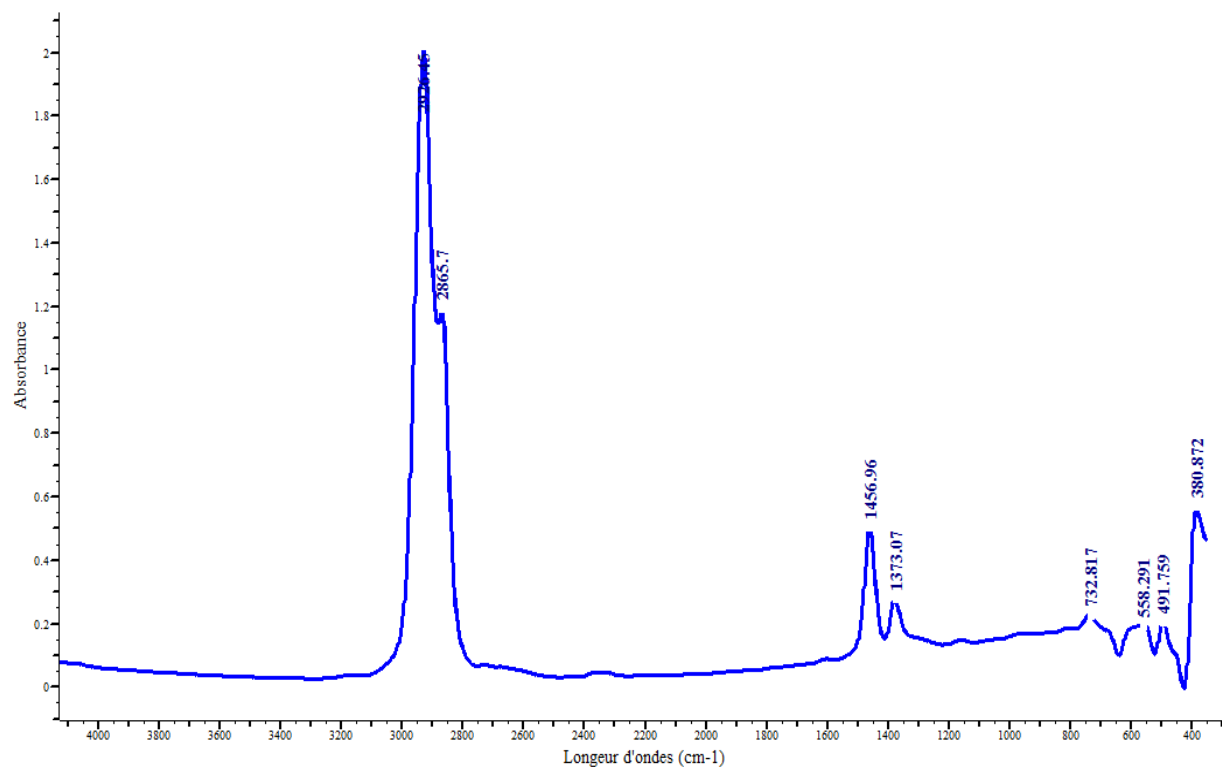


Figure IV.11: Spectre infrarouge d'Huile Régénérée

GROUPEMENT FONCTIONNEL	LIAISON	FREQUENCE (cm ⁻¹)	INTENSITÉ	ASSIGNATION
Alcane	C - H	2860,88 - 2924,52	Forte	Elongation
Alcane	C - H	1457,92	Forte	Déformation
Alcane	CH ₂ Et CH ₃	1375	Forte	Déformation
Alcane	CH ₂ Et CH ₃	727,996	Moyenne	Déformation
Halogénures	C-I	350,017 à 485,009	Forte	Elongation

Tableau IV.5 : Bande d'absorption des groupements caractéristiques de l'huile Régénérée

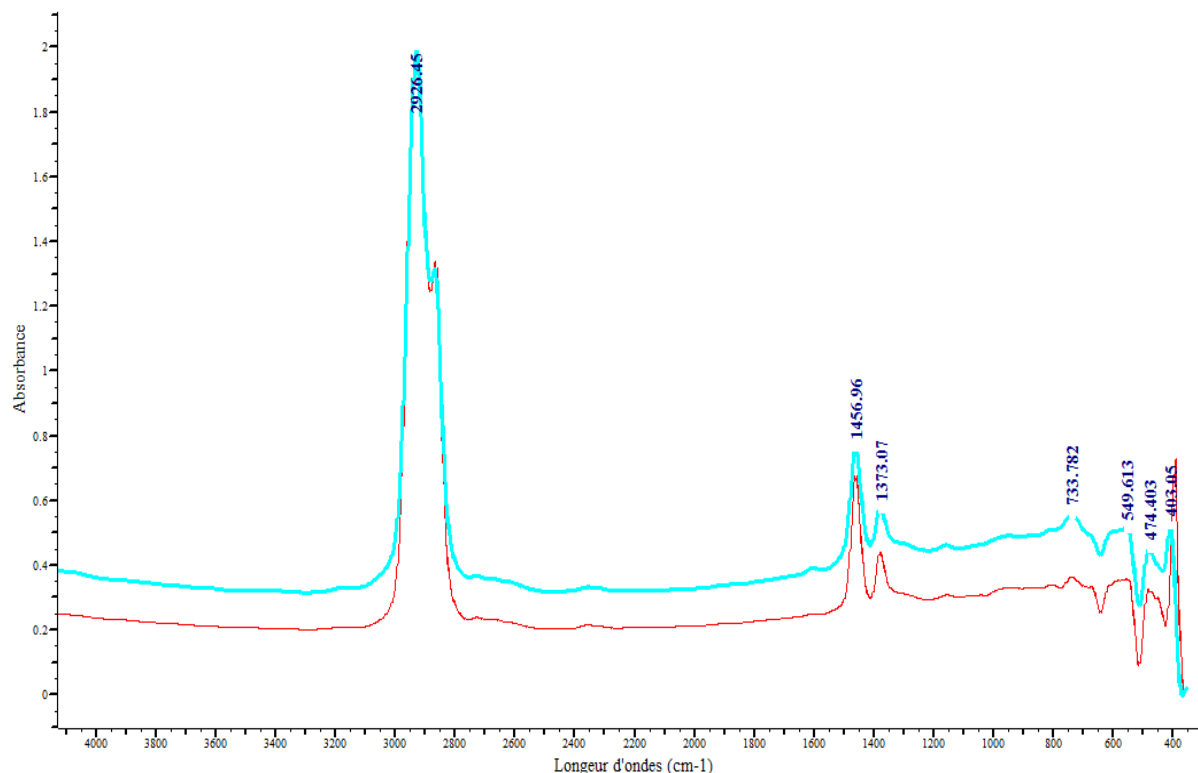


Figure IV.12 : Spectre infrarouge comparatif d'Huile Régénérée et Neuve après vieillissement

GROUPEMENT FONCTIONNEL	LIAISON	FRÉQUENCE (cm ⁻¹)	ASSIGNATION
Alcane	C - H	2926,45	Elongation
Alcane	C - H	1456,96	Déformation
Alcane	CH ₂ Et CH ₃	1373,07	Déformation
Aromatique	C - H	733,782	Déformation
Halogénures	C - Br	549,616	Elongation
Halogénures	C-I	403,05 à 474,403	Elongation

Tableau IV.6 : Bande d'absorption des groupements caractéristiques d'Huile Régénérée et Neuve après vieillissement

Les spectres obtenus montrent l'apparition de plusieurs bandes d'absorption caractéristiques, entre 2850 cm⁻¹ et 3000 cm⁻¹, ils indiquent l'allongement de la liaison

C-H des groupes CH_3 , CH_2 , CH , une autre bande de vibration CH apparaît à $1456,96 \text{ cm}^{-1}$, enfin la bande d'absorption apparaissant à $1373,07 \text{ cm}^{-1}$ semble résultat de la vibration CH d'un méthyle CH_3 .

Le spectre de l'échantillon de l'huile usagée semble montrer que la structure de cet échantillon n'a pas subi une décomposition notable, en effet il n'y'a pas d'apparition de pics caractéristique dues à l'oxydation.

IV.6. Etude des paramètres affectant les propriétés électriques des huiles de transformateurs

La fiabilité et la durée de vie d'un transformateur dépendent entre autres de la qualité de l'huile neuve ou régénérée injecté dans l'équipement transformateur, une huile peut contenir des composés indésirables ou des molécules polaires, résidus du processus de raffinage, ces résidus peuvent avoir un impact négatif sur la qualité du transformateur.

Ces produits d'oxydation modifient l'huile et d'autre part, les propriétés électriques, chimiques et thermiques de l'huile peuvent être affectées par différents types de contraintes, durant l'exploitation du transformateur. À cet effet, une étude comparative de la vitesse de dégradation de certaine paramétré ont été analysé et vérifié afin de déterminer cette vitesse de dégradation.

On prend les deux types d'huile neuve et régénérée soumis sous contraintes électriques et en fonction de temps dans l'équipement transformateur, on détermine la variation des deux paramètres chimiques tels que la teneur en eau et l'indice d'acidité (voir *Figure IV.13 et IV.14*)

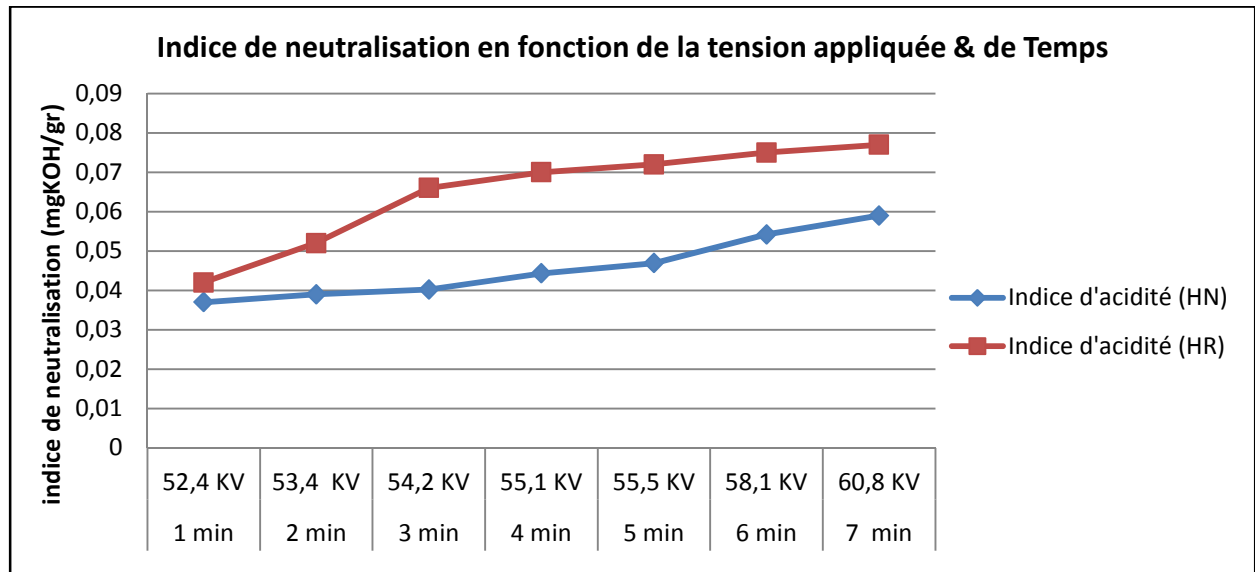


Figure IV.13: Graphe comparatif de variation de paramètre tension de claquage d'huile neuve et régénérée en fonction de la tension appliquée et de temps

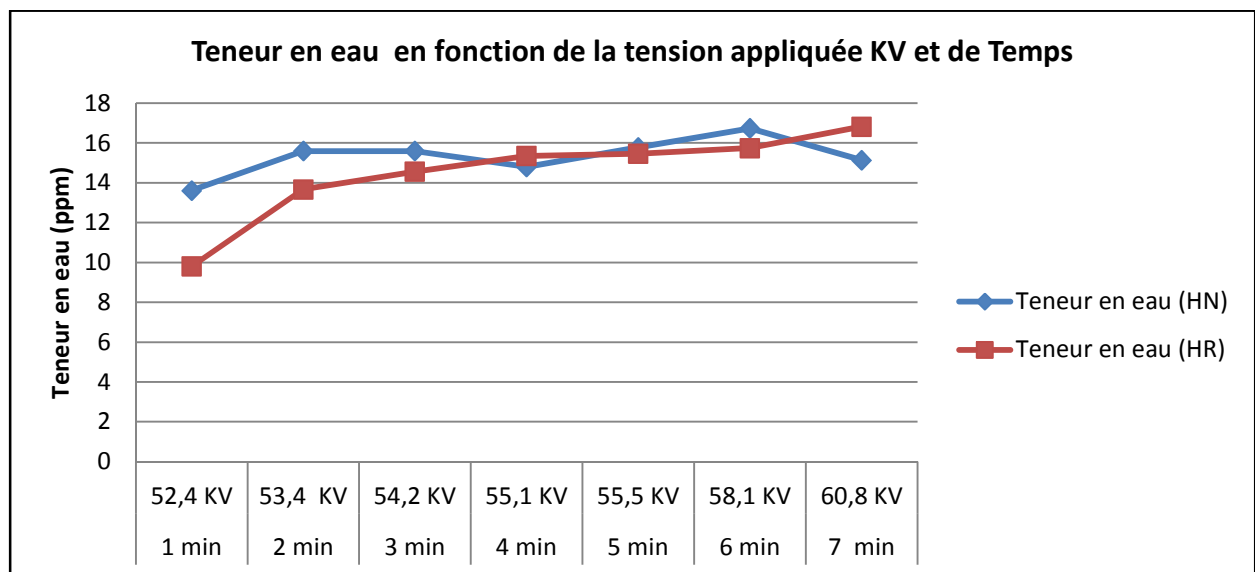


Figure IV.14 : Graphe comparatif de variation de paramètre résistivité d'huile neuve et régénérée en fonction de la tension appliquée et de temps

Aux figures IV.13 et IV.14 sont illustrées les courbes relatives à la teneur en eau, l'indice de neutralisation de l'huile neuve et régénérée en fonction des tensions appliquées et de temps. Nous constatons qu'à l'état initial avant vieillissement électrique, les huiles présente une teneur en eau et indice de neutralisation dans la limite préconisée par la norme (CEI 60296) [31] , mais

en augmentant les tensions appliquées en référence de temps , nous observant une augmentation des deux paramètres.

L'indice d'acidité sous contrainte électrique et en fonction de temps augmente, cette dernière reflète la présence des contaminants polaires dans l'huile, par contre cette augmentation témoigne de la formation des produits d'oxydation qui sont usuellement des acides.

De la même façon nous constatons que le paramètre teneur en eau augmente avec l'augmentation de tension appliquée en fonction de temps, cette présence l'eau dans l'huile permet de réduire sensiblement les propriétés de l'isolement du transformateur et de le mettre en danger (c'est un catalyseur important dans l'oxydation de l'huile).

Cependant, les valeurs obtenues montrent que l'augmentation des paramètres indice de neutralisation et teneur en eau sont plus importante dans le cas d'huile régénérée que de l'huile neuve.

La vitesse de variation des deux paramètres teneur en eau et 'indice de neutralisation pour l'huile neuve et régénérée sont présentées dans le tableau IV.5.

Type d'huile	$\frac{\Delta TE \text{ moy}}{T}$ (ppm/min)	$\frac{\Delta TAN \text{ moy}}{T}$ (mg _{KOH} /gr)
Huile neuve	0,4676	0,0037
Huile régénérée	1,17	0,0059

Tableau IV.7 : Vitesse de dégradation des paramètres teneur en eau et indice de neutralisation d'Huile Régénérée et Neuve après vieillissement.

À partir des résultats reportés dans le tableau IV.7 on constate que :

- la vitesse de vieillissement d'huile régénérée est plus importante que l'huile neuve ;

- La vitesse de dégradation paramètres teneur en eau d'huile régénérée est de l'ordre de 2,5 fois plus importante que l'huile neuve ;
- la vitesse de dégradation de paramètre indice de neutralisation d'huile régénérée plus importante que l'huile neuve de 1,6 fois.

Malgré que les propriétés physico-chimiques et électriques de l'huile régénérée sont restaurées par régénération à la terre de foulon, mais la vitesse de vieillissement reste plus importante que l'huile neuve à savoir :

- Le pouvoir absorbant d'huile régénérée à l'humidité est très important ;
- Le pouvoir d'oxydation d'huile régénérée est beaucoup plus important que celle de l'huile neuve.

IV.7. Conclusion

Ce chapitre nous a permis d'apporter une contribution qualitative à l'influence du vieillissement électrique sur les propriétés physico-chimiques et électriques de l'huile de transformateur neuve et régénérée. Parmi ces paramètres : la tension de claquage et conductivité, l'indice de neutralisation, le facteur de dissipation, la teneur en eau et viscosité.

Nous avons pu noter que les propriétés d'huiles sont très sensibles à la présence d'impuretés, cette présence est directement influencée par les conditions d'exploitation de transformateur, et qui pouvant altérées la fonction de diélectrique.

Le comportement d'une huile soumise aux contraintes électriques montre une augmentation des propriétés des huiles après le passage sous champ électrique. En comparant la stabilité des huiles neuves et régénérées, les résultats indiquant que l'huile neuve est plus stable que l'huile régénérée.

Jusqu'à présent, le seul moyen de purifier une huile isolante usagée consiste à la régénération en la faisant passer à travers un lit de terre de foulon, cette méthode est toutefois sujette à des interrogations. Certains auteurs affirment [32]

que l'huile traitée ne retrouve pas la résistance à l'oxydation qu'elle possédait lorsqu'elle était tout neuve, les impuretés enlevées par régénération peuvent être des acides, de l'eau, les boues, l'alcool, les aldéhydes...

Introduction Générale

Les transformateurs de puissance sont des équipements importants et coûteux dans les réseaux d'énergie électrique. En termes d'investissement, ces équipements représentent près de 60 % du prix d'un poste de transformation.

La majorité de ces appareils sont exposés à diverses contraintes durant leur exploitation (électrique, thermique, mécanique, environnementales...). Hors une fiabilité extrême est exigée pour la distribution d'énergie électrique. D'autre part, lorsque les pannes se produisent, elles mènent inévitablement à des coûts de réparation élevés, à des temps d'arrêt longs et à des risques (danger) pour le personnel. Les coûts associés à la réparation ou au remplacement d'équipements lorsqu'une panne survient.

De cet état de fait et des contraintes économiques actuelles, les compagnies d'électricité sont par conséquent obligées de s'inquiéter de la maintenance des transformateurs de puissance. Pour arriver à une telle gestion des appareils, les techniques de diagnostic deviennent de plus en plus importantes pour évaluer au mieux l'état des transformateurs et prévenir les défaillances électriques naissantes en vue de prolonger leur durée de vie et améliorer les procédures d'entretien préventif.

L'huile isolante est l'un des composants indispensables au bon fonctionnement des transformateurs. Elle doit assurer non seulement une bonne isolation des diverses parties de l'appareil, mais aussi son refroidissement. Ces fonctions doivent être remplies tout au long de la durée de vie du transformateur, et ce malgré le vieillissement de l'huile qui peut être plus ou moins marqué selon les conditions de fonctionnement (température, humidité, oxydation par contact avec l'air ambiant, etc...).

L'oxydation est la principale raison du vieillissement de l'huile, le vieillissement est également influencé par la température, ainsi que par les

métaux tels que le cuivre et le fer, l'eau, les acides et la boue sont les produits d'oxydation les plus problématiques.

Dans le cadre de la maintenance et l'entretien des transformateurs de puissance la nécessité de remplacement d'huile usagée est nécessaire, la régénération de l'huile des transformateurs permet de restaurer les propriétés de l'huile afin d'obtenir un produit présentant quasiment les mêmes propriétés qu'une huile neuve.

Le procédé de régénération est une alternative à la fois économique et écologique qui consiste à remplacer la charge d'huile usagée dans le transformateur par une neuve.

La régénération des huiles usagées permet de résoudre plusieurs problèmes sur le plan économique et environnemental, les huiles isolantes régénérées peuvent durer presque indéfiniment par répétition du recyclage.

BIBLIOGRAPHIE

- [1] **R. Fournié**, “Les isolants en électrotechnique : Essais, Mécanismes de dégradation, Applications Industrielles”, Collection de la Direction des Études et Recherches d’Électricité de France, Eyrolles, Paris, 1990.
- [2] **T. O. Rouse**, “Mineral Insulating Oil in Transformers”. IEEE Electrical Insulation Magazine; Volume 14, N°3, pp 6-16, 1998.
- [3] **I. Fofana and J. Sabau**, “Application of Petroleum-based oil in Power Transformer”, 23 pages, In Natural Gas Research Progress, Editors : Nathan David and Theo Michel, © 2008 Nova Science Publishers, Inc, ISBN : 978-1-60456-700-7.
- [4] **J. Sabau**, “Determination of Solid Suspensions in Electrical Insulating Oils by Turbidimetry”, SAIT/CEA Technology Symposium Calgary (Alberta), 11-12 June 1998.
- [5] **M. Eklind**, “Mineral insulating oils: Functional requirements, specifications and productions”, Conference Record of the 2006 IEEE International Symposium on electrical insulation, Toronto, Canada, pp. 68-72, 2006.
- [6] **H. Borsi**, E. Gockenbach, B. Dolata, “Ester Fluids as Alternative for Mineral Based Transformer Oil”, 16th International Conference on Dielectric Liquids ICDL, Poitiers, France, 2008, p. 429 – 43.

[7] **J. Vergne**, “Étude du vieillissement physico-chimique du complexe papier huile dans les transformateurs électriques” Thèse INPT, 1992. Version 1 - 29 Sep 2011

[8] **Evaluation and Qualification of Electrical Insulation Systems**, IEC Committee, Tech. Rep.98/60 505/ed.2, 1998.

[9] **Working Group 09 of CIGRE Study Committee 12**. Lifetime Evaluation of Transformers. Electra 150:38-52, October 1993.

[10] **V. Prabhashankar, D. J. Badkas**, “Mechanism of Oxidation of Transformers Oils”, J. Inst. of Petr. (GB), 47, N°450, p.210, June 1961.

[11] **N. M. Emanuel**, E. T. Denisov, Z. K. Maizus, “Liquid Phase Oxidations of Hydrocarbons”, Plenum Press, New York, 1967.

[12] **G. Breen**, on the behalf of Study Committee 12, “Essential requirements to maintain transformers in service”, paper 12-103, CIGRE session, Aug. 30–Sept5, 1992.

[13] **J. Unsworth**, F. Mitchell, “Degradation of Electrical Insulating Paper Monitored with High Performance Liquid Chromatography”, IEEE Transactions on Electrical Insulation, n°4 Volume 25, August 1990.

[14] **W. Lampe**, E. Spicar, Rapport CIGRE n°12-05-1976.

[15] **I. Fofana**, Y. Zié and M. Farzaneh, “Dielectric Response methods for diagnostics of Power equipment”, In Recent Advances in Dielectric Materials, Editor: Ai Huang, © Nova Science Publishers, Inc., ISBN: 978-1-60692-266-8.

[16] Norme internationale ISO 3104

« Produits pétrolier, liquide opaques et transparents détermination de la viscosité cinématique et calcul de la viscosité dynamique.

[17] L. MOKHNACHE

« application des réseaux de neurones dans le diagnostic et la prédiction des isolants de haute tension » , Thèse de doctorat d'étude, Département d'Électrotechnique, École National Polytechnique d'Alger, Janvier 2004 .

[18] La norme ASTM D 1500 ; Équivalent à NFT 60 – 104 et NFT ISO 2049 : produits pétroliers « détermination de la couleur ».

[19] La norme CEI 60814 ; « Détermination de la teneur en eau ».

[20] La norme CEI 156 ; « Mesure de la tension de claquage ».

[21] La norme CEI 247 ; « Mesure du facteur de dissipation ».

[22] La norme ISO 12185 « Mesure de la densité ».

[23] La norme CEI 296 « Mesure d'acidité ».

[24] La norme ISO 03104 ; « Mesure de la viscosité ».

[25] E. Brisso, I. Fofana, B. Robertson and J. Sabau, “Enhancing the Maintenance of Transformer Oils to Diminish the Risk of Blackouts”, *Energetica*, Vol. 55, pp. 465-469, December 2007.

- [26] **I. Fofana**, A. Bouaïcha, M. Farzaneh, C. Volat and J. Sabau, “On the Stability of Mineral Insulating Oils under Electrical Stress”, Proc. of the 2009 IEEE Electrical Insulation Conference, pp. 482 - 486, Montréal, June 2009.
- [27] **Luo**, Y-R, “Handbook of bond dissociation energies in organic
- [28] **Tanaka**, J., “Free Radicals in Electrical Insulation” Proceedings of the Nineteenth Symposium on Electrical Insulating Materials, OSAKA, Japan, 1986.
- [29] **Mousseron-Canet**, M. and Mani, J.C., “Photochemistry and Molecular Reactions” Dunod, Paris, 1969.
- [30] **R. B. Blodgett**, S. C. Bartlett, “Parameters for Predicting Gassing of Oils under Electric Stress, Power Apparatus and Systems, Part III”. Transactions of the American Institute of Electrical Engineers, Vol. 80, Issue 3, pp. 528 – 535, 1961.
- [31] **La norme internationale CEI 296** : « Spécification des huiles minérales isolantes neuve pour transformateur et appareillage de connexion, deuxième édition 1982. »
- [32] **C. Lamare**, “Resistance to Oxidation of Reclaimed Transformer Oils”, CEA Project 202T444, Final report prepared by IREQ, November 1986.