REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE YAHIA FARES DE MEDEA



Faculté de **T**echnologie

Mémoire de fin d'études de Master

Filière : **Génie électrique**
Spécialité : **réseaux électrique**

Détection des gaz dans les huiles minérales isolantes après un vieillissement thermique

---

Présenté par :

AISSANI SOFIANE

BENYAMINA ABDESSLEME

Proposé et Dirigé par :

Dr. SIFFDINE ABDI
Dr. LEILA OUMERT

Promotion 2019


بسم الله الرحمن الرحيم

Remerciement

Terme Au de ce mémoire nous tenons à remercier, en premier lieu Dieu le tout puissant qui nous a donné la force, le courage et la patience pour terminer ce travail.

Nous voudrions exprimer notre plus grande gratitude aux membres du jury de mémoire qui ont eu l'amabilité de lire et juger ce manuscrit de mémoire.

Nous tenons à remercier vivement notre promoteur ***Dr.Sif el dine Abdi*** *pour ses encouragements et ses précieux conseils durant le déroulement de ce travail.*

C'est avec un énorme plaisir que nous formulons notre gratitude, et nos remerciements à ***Mme Oumert Leila****, chef de division d'unité opérationnelle de traitement des huiles à MEI (SONELGAZ, Blida) pour nous avoir acceptés dans le laboratoire de traitement des huiles des Transformateurs.*

Nous remercions de la même façon ***Mme Rahal Dalel****, chef de poste de traitement des huiles des transformateurs (MEI) pour sa présence, son aide et ses judicieux conseils qui ont contribué à la réussite de ce travail.*

Nous remercions Mr Benali Abd El Halim pour nous aider dans nos expériences.

Toutes nos gratitudes vont à Mme Sidi Yahia Samira chef du laboratoire d'analyse
d'huile (MEI) pour l'aide précieuse qu'elle nous a apporté et la patience dont elle a fait
preuve.

Nos vifs remerciements s'adressent également à nos enseignants qui nous ont suivies pendant nos études de primaire, moyen, lycée, et universitaire.

A la fin, nous tenons à remercier tous ceux qui nous ont tendu la main deprès ou de loin afin de mener à terme cette étude.



Dédicace

À la lumière et la jois de ma vie ma mère et mon père.

qui m'ont toujours encouragé, aidé à surmonter tous les obstacles que j'ai rencontré dans ma vie et être à mes côtés dans les moments les plus difficiles.

A mes très chers et magnifiques frères : Omar, Fissel, ma sœur souad et imane.

A tout mes amis fidèles : Bahri Mohamed, Missoumi Mohamed Mokhtare, Bouchenafa Yousef,Nabi Nadir, zouhir

J'oublié pas dans ce contexte de remercier mon binôme Sofian qui a su me comprendre durant toute la période de préparation de la thèse.

A tout mes amis de la promotion 2018/2019

A tous ceux qui m'aiment et à tous ce que j'aime.



Abdeslam

إهداء

أولا اشكر المولى عز وجل الذي أعانني على إتمام هذا العمل

اثانيا اشكر كل من علمني ولو حرفا واحدا سواء من معلمين او أساتذة

كما اهدي هذا العمل إلى والدي رحمة الله عليه الذي كانت أمنيته الوحيدة

إتمام دراستي فكم تمنيت حضوره معي

كما اهدي عملي إلي والدتي الغالية التي ثابرت في تشجيعي ومواساتي و التي مهما قدمت لها لن ارد جميلها

وبدون ان أنسى إخوتي كلهم صغيرا و كبيرا و أحبابي وأصدقائي

كل من ساهم في هذا العمل من قريب او من بعيد

Tout d'abord, je remercie le Dieu qui m'a aidé à compléter ce travail
Deuxièmement, je remercie tous ceux qui m'ont appris même une seule lettre
Je dédie également ce travail à mon père, allah yerhmo, qui était sa seule sécurité J'ai terminé mes études et combien je souhaitais y aller
Je dédie également mon travail à ma chère mère, qui a persévéré dans mes encouragements et ma sympathie et, peu importe ce que je lui offre, je ne lui rendrai pas sa beauté.
Sans oublier mes frères, ils sont tous petits et grands,
mes proches et mes amis
Toute personne ayant contribué à ce travail de près ou de loin

Mr. AISSANI SOFIANE.

الملخص :

لقد قمنا في عملنا هذا بالكشف عن الغازات المذابة وذلك في الزيوت الجديدة للمحولات الطاقة حيث تم الكشف بواسطة جهاز الكروماتوغرافي بعد عملية الشيخوخة الحرارية التي تعد مرحلة مهمة في عملنا ، كما قمنا بدراسة الخصائص الكهربائية و الفيزيوكيميائية لهذه الزيوت الجديدة تحت تأثير درجات حرارة مختلفة ، وكان هذا العمل على مستوى مخبر الصيانةMEI (SONALGAZ ,Blida) بالبليدة .

الكلمات المفتاحية : المحولات الطاقة ، الغازات المذابة ، الزيوت الجديدة ، الكروماتوغرافي ، الشيخوخة الحرارية ، الخصائص الكهربائية و الفيزيوكيميائية .

Résume :

Dans ce travail, nous avons détecté les gaz dissous dans les huiles neuves des transformateurs de puissance, la détection qui fait par l'appareil de chromatographie après le processus de vieillissement thermique, c'est une étape importante de notre travail, et nous avons étudié les propriétés électriques et physicochimiques de ces huiles neuves sous l'influence de différentes températures. Ce travail était au niveau du laboratoire de maintenance MEI (SONALGAZ, Blida).

Les mots clés :

Les transformateurs de puissance, gaz dissous, huiles neuves, chromatographie, vieillissement thermique , propriétés électriques et physicochimiques .

Abstract :

In This Work we have detected the gases dissolved in the new oils of the power transformers, the detection that found by the chromatography apparatus after the thermal aging process, this is an important step of our work, and we studied the électrical and physicochemical properties of these new oils under the influence of different temperatures. This work was at the level of the MEI maintenance laboratory (SONALGAZ, Blida).

Keywords : the power transformers , the gases dissolved , the new oils , the chromatography , the thermal aging , the électrical and physicochemical properties .

Liste des abréviations

Cp : carbone paraffinique.

CN : carbone naphténique.

CA : carbone aromatique.

HPA : hydrocarbures poly-aromatiques Cancérigènes.

Tan δ : Facteur de dissipation électrique.

ξ : La permittivité (f /m).

ρ : La résistivité.

EC : La rigidité diélectrique kV/mm.

CO : monoxyde de carbone.

CO2 : dioxyde de carbone.

H2O : molécule d'eau.

H2 : Hydrogène.

HPLC : chromatographie liquide haute performance .

CCM : chromatographie sur couche mince.

CPG : chromatographe en phase gazeuse**.**

ECD : détecteur à capture d'électrons.

TCD : détecteur à conductivité thermique.

FID : détecteur à ionisation de flamme.

TAN : l'indice d'acide total.

ANG : analyse des gaz dissous.

CH_4 : Gaz méthane.

C_2H_4 : Gaz éthylène.

C_2H_2 **:** Gaz acétylène.

Liste des Abréviations

CEA : Consumer Electroniques Association.

CEI : Commission Electrotechnique Internationale.

Eq : Equation.

IA : Indice d'acidité. (KOH/g).

ISO : Organisation internationale pour Standardisation.

MVA : Méga volt ampère.

KOH : Hydroxyde de potassium.

KV : Kilovolt.

MEI : Société de Maintenance des Equipements Industriels.

Ppm : Partie par million.

S : Seconde.

SI : Système international.

T° : température.

T : Durée.

C : Celsius.

C_2H_6 : le gaz de éthane .

Liste des Figures

Figure I.1 : Transformateur de puissance…….....3

Figure I.2: Structure chimique de l'huile minérale……7

FigureI.3: Interaction entre les différentes contraintes et le système d'isolation du transformateur……...15

Figure II.1 : Les Types De Chromatographie……..…18

Figure II.2 : Schéma de chromatographe en phase gazeuse…….. 20

Figure II.3 : Chambre inerte……...……21

Figure II.4 : Head pace……...…22

Figure II.5 : Chromatographie phase gazeuse……22

Figure II.6 : Schéma d'injecteur capillaire…….……23

Figure II.6 : Le four pour CPG…….. 24

Figure II.7 : Les colonnes ……..25

Figure II.8 : Schéma d'ECD……..**25**

Figure II.9 : Schéma de FID……..…….25

Figure II.10 : Générateur de H_2…….…….26

Figure II.11 : Générateur de (O_2)…….……..…26

Figure III.1 : Schéma de Viellessement thermique……..... ……29

Figure III.2 : Appareil colorimètre pour la mesure de la couleur ……..……30

Figure III.3 : Appareil COULOMETRE de mesure de la teneur en eau …….……..31

Figure III.4 : Appareil tangent delta de mesure du facteur de dissipation (Tan δ)…… 32

FigureIII.5 : Dispositif de titrage pour la mesure de l'indice d'acidité…… 33

figureIII.6 : Placement des vails ……...34

Figure III.7 : Remplissage des vails ……...……...…34

figuire III.8 : Ghromatographe …….……35

Figure III.9 : injecteur capillaire ……..…..……35

Figure III.10 : Mode de fonctionnement de détecteur FID……..…37

Figure III.11: Mode de fonctionnement de détecteur TCD ……38

Figure III.12 : Chromatogramme comportant huit gaz ……..38

Figure IV.1 : Variation de la teneur en eau en fonction de temps et sous effet des températures 95°C, 108°C et 120°C……...…..41

Figure IV.2 : Variation de l'indice de l'acidité en fonction de temps et sous Effet des températures 95°C, 108°C et 120°C…….41

Figure IV.3 : Variation de l'indice de couleur en fonction de temps et sous effet des températures 120, 140,160°C…… ..42

Figure IV.4 : Variation de facteur de dissipation(Tan δ) en fonction de temps et sous effet températures 120°C, 140°C et 160°C…….……..43

Figure IV.5 : Variations des gaz dissous en fonction du temps et température à 95°C……..44

Figure IV.6 : Variations des gaz dissous en fonction du temps et température à 108°C……44

Figure IV.7 : Variations des gaz dissous en fonction du temps et température à 140°C……45

Figure IV.8 : Variation de concentration du L'hydrogène après vieillissement thermique…46

Figure IV.9 : Variation de concentration du CO_2 après vieillissement thermique……..46

Figure IV.10 : Variation de concentration du l'acétylène après vieillissement thermique……. 47

Figure IV.11 : Variation de concentration du l'éthylène après vieillissement thermique …..47

Figure IV.12 : Variation de concentration du L'éthane après vieillissement thermique…….48

Figure IV.13 : Variation de concentration du Méthane après vieillissement thermique…….…49

Figure IV.14 : Variation de concentration du CO après vieillissement thermique…….49

Figure IV.15 : Zones des coordonnées et des défauts du triangle de Duval…….…..52

Figure IV.16 : les résultats des défauts du triangle de Duval des trois gaz dans les Zones des coordonnées……..……54

Liste des tableaux

Tableau I.1 : Spécifications des huiles minérales selon la norme CEI 60296…….9

Tableau IV.1 : La méthode IEC de RATIO CODES…… ……...50

Tableau IV.2 : Diagnostique des défauts CEI.....…...51

Tableau IV.3 : Les résultats de Diagnostique des défauts CEI…….....53

Tableau IV.4 : Les trois gaz ratios de la méthode Duval triangle en fonction des températures (95°C, 108°C ,140°C.)……..…...53

Sommaire

Introduction Générale…….....1

Chapitre I : PRESENTATION DES HUILES ISOLANTES DES TRANSFORMATEURS DE PUISSANCE

I.1. Introduction……. 3

I.2. Description d'un transformateur de puissance……. 3

I.3. Système isolation des transformateurs…….5

I.3.1. Isolation solide……...5

I.3.2. Isolation liquide…….5

I.3.2.1. Les huiles végétales…….. .5

I.3.2.2. Les huiles synthèses……..5

I.3.2.3. Les huiles minérales……...6

I.3.2.3. a. Généralité……...6

I.3.2.3. b. Composition……6

I.3.2.3. c. origine……..7

I.3.2.3. d. Caractéristiques……...9

I.3.2.4.Propriétés des huiles isolantes pour transformateurs…….10

I.3.2.4.1. Propriétés électriques…… 10

I.3.2.4.1.a. La permittivité (ξ)……10

I.3.2.4.1.b. Résistivité / Conductivité……11

I.3.2.4.1.c. Facteur de dissipation……..11

I.3.2.4.1.d. Rigidité diélectrique…… ...11

I.3.2.4.2.Propriétés physico-chimiques……...11

I.3.2.4.2.a. Teneur en eau……. 11.

I.3.2.4.2.b. acidité……..12

I.3.2.4.2.c. viscosité…….. 12

I.3.2.4.2.d. L' espect…… .12

I.3.2.4.2.e.la densité…… .12

I.3.2.4.2.f. Point d'écoulement……..12

I.3.2.4.2.j. Point d'éclair……12

I.3.2.5. Rôle des huiles isolantes…….13

I.6. Définition du vieillissement……...13

I.7. Vieillissement des accessoires……...13

I.8. Vieillissement du papier - Mécanismes de dégradation……...14

I.9. Vieillissement du complexe huile/papier……..14.

I.10. Vieillissement thermique…….....16

I.11. Conclusion……...16

Chapitre II : chromatographie

II.1.Introduction…… .17.

II.2.Principe…… 17

II.3. Les types de chromatographie……...17

II.3.1.HPLC : chromatographie liquide haute performance……18

II.3.2.CCM : chromatographie sur couche mince…… 19

II.3.3.CPG : chromatographe en phase gazeuse……..19

II.3.3.1.Principe de la chromatographie en phase gazeuse(CPG)……20

II. 3.3.2.Chambre inerte……21

II. 3.3.3.Headspace…… 21

II. 3.3.4.Chromatographe …….22

II. 3.3.4.1.injecteur……23

II.3.3.4.2.FOUR……... 23

II.3.3.4.3.Les colonnes……...….. 24

II.3.3.4.4.Les détecteurs……...…… 25

II.3.3.5 Les Générateurs……....26

II.3.3.5.1.Générateur d'oxygène (O_2)……..…26

II.3.3.5.2.Générateur d'hydrogène (H_2)……..…26

II.4.Conclusion……27

Partie expérimentale (A)

Chapitre III : méthode et appareillage

III.1.Introduction……..……28

III.2.Méthode de vieillissement thermique ……...……..28

III.3. Appareils de mesures des caractéristiques……...30

III.3.1.Aspect et Indice de couleur……...30

III.3.2.Teneur en eau…….31

III.3.3.Facteur de dissipation (Tan δ)……31

III.3.4.Indice d'acidité…… ……..32

III.4.Détection des gaz par le chromatographie en phase gazeuse …….....33

III.4.1.Préparation des échantillions…….…33

III.4.2.étapes de chromatographie ……..34

III.4.2.1.L'éxtraction des gaz…….....34

III.4.2.2.L'analyse des gaz……35

III.5. Conclusion…….….39

Partie expérimentale (B) :

Chapitre IV : RESULTATS ET DISCUSSION

IV.1. Introduction……....40

IV.2. Effet du vieillissement thermique sur les caractéristiques de l'huile……..40

IV.2.1. Variation de la teneur en eau et l'indice de l'acidité……...…....40

IV.2.2.Variation de l'indice de couleur…….....42

IV.2.3.Variation de facteur de dissipation (TANδ) …….....….42.

IV.3.Analyse de chromatographie……..…….43

-.95°C…….43
-108°C…… ...44
-140°C…….. .45
IV.3.1.Concentration de l'Hydrogène à T= 95°C, 108°C, 140°C……..…. 45
IV.3.2 .Concentration de CO_2 à T= 95°C, 108°C, 140°C……...…. 46
IV.3.3 .Concentration de l'Acétylène à T = 95°C, 108°C, 140°C……..…. 47
IV.3.4 .Concentration de l'Ethylène à T= 95°C, 108°C, 140°C……..….... 47
IV.3.5 .Concentration de l'Ethane à T= 95°C, 108°C, 140°C……... . 48
IV.3.6 .Concentration du Méthane à T= 95°C, 108°C, 140°C……. 48
IV.3.7 .Concentration de CO à T= 95°C, 108°C, 140°C……..……49
IV.4.Analyse des gaz dissous par les méthodes d'interprétation……..……50
IV.4.1.Méthode CEI……..…50
IV.4.2.Méthode du triangle de Duval…….…… 51
IV.5. Interprétation de la présence des gaz après vieillissement de l'huile……..…… 52
IV.5.1. Méthode IEC…… 52
IV.5.2. Méthode du triangle de Duval ……..53
IV.6.Conclusion…….55
Conclusion générale…… .56
Bibliographie

Introduction Générale

Les transformateurs de puissance sont des composants essentiels des systèmes de transport et de distribution de l'énergie électrique, ils constituent des éléments les plus chers et il le refroidissement est donc fondamental qu'ils fonctionnent correctement durant de nombreuses années. La plus part des transformateurs de puissance à travers le monde sont remplis avec des liquides isolants, Ces liquides permettent d'assures aussi bien l'isolation électrique que le transfert de chaleur.

En effet, en plus de leurs propriétés diélectriques, ils ont de bonnes propriétés de dissipation de chaleur comparés aux isolants solides et gazeux. L'huile minérale constitue

le liquide le plus communément employé dans les transformateurs de puissance, d'une part pour ses propriétés physico-chimiques et d'autre part pour son faible coût **[1].**

Dans les transformateurs, les huiles jouent deux rôles essentiels : celui d'assurer l'isolation électrique et celui d'évacuer la chaleur des enroulements et du noyau magnétique **[2].**

La dégradation des matériaux au cours du temps est connue sous le nom de vieillissement. Cette dégradation est traduite par une chute des caractéristiques, augmentation du facteur de pertes diélectriques, de l'acidité et de la teneur en eau, avec une diminution de la tension de claquage et de la résistivité **[1]**. Le remplacement de l'huile vieillie est indispensable pour le bon fonctionnement du transformateur, mais ce remplacement est très couteux pour des quantités importantes de l'huile **[3].**

Le premier chapitre présente des généralités sur les huiles des transformateurs de puissance(présentation d'un transformateur, composition d'huiles, propriétés...etc.).

Le deuxième chapitre présente les déférence chromatographes et spécialement le chromatographe en phase gazeuse utilise dans nous expérience.

Le troisième chapitre traite les matériels et méthodes utilisés dans la partie expérimentale de notre expérience, et le principe de fonctionnement de chromatographe en phase gazeuse utilisé pour la détection des gaz dissous et libres.

Finalement le chapitre quatre, nous allons présente la discussion des résultats obtenue.

Notre étude est clôturée par une conclusion générale et des perspectives.

I.1.Introduction :

Dans ce chapitre, nous présentons les différents types d'isolations et composants dans le transformateur de puissance. Nous nous intéressons particulièrement à l'isolation liquide (les huiles minérales), leurs rôles et leurs propriétés dans les matériel électrique .Aussi nous nous pencherons sur le processus et les types de vieillissement.

I.2.Description d'un transformateur de puissance :

Le transformateur est une machine électrique statique, appelé aussi convertisseur statique à induction, il comporte deux ou plusieurs enroulements fixes, destiné à transformer la tension et le courant alternatifs, à une tension et courant alternatifs de même fréquence mais d'amplitudes différentes selon les besoins d'utilisation **[4]**.



Figure I.1 : Transformateur de puissance

.

√. 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. 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 possible 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 conditionnés par les contraintes à maîtriser en termes électriques, thermiques et mécaniques. Chaque bobine est Munie de canaux de refroidissement permettant d'assurer la circulation d'huile et les échanges thermiques.

√ Le conservateur d'huile (réservoir métallique en général acier) est 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'assécheur 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…). **[5-7]**

I.3.Système isolation des transformateurs :

Le transformateur permet de créer un isolement électrique en isolant la partie primaire et la partie secondaire du transformateur, donc il ya deux isolations importantes qui aident le transformateur pour la séparation et qui sont l'isolation solide et l'isolation liquide.

I.3.1.Isolation solide :

Elle est constituée de papiers et de cartons. Le papier sert à l'isolation des enroulements et le carton sert à l'isolation entre les enroulements, et entre les enroulements et le noyau. Le papier et le carton sont imprégnés par le diélectrique liquide (huile) afin d'augmenter leur rigidité diélectrique, donc réduire le risque de décharges partielles. On distingue trois types d'isolation solide **[8] :**

√. Isolation solide conventionnelle : papiers et cartons sont à base de fibres de cellulose.

√. Isolation solide haute température : papiers et cartons sont à base de polymères synthétiques (aramide).

√ .Isolation solide hybride : association des papiers cellulose et aramide.

I.3.2.Isolation liquide :

L'isolation liquide des transformateurs est réalisée par les liquides isolantes constitués principalement par les huiles végétales, les huiles de synthèse et les huiles minérales, les huiles minérales couvre 90 à 95% du marché des liquides isolants, cela est du à leur faible cout **[9].**

I.3.2.1.Les huiles végétales :

Les huiles végétales ont été les premières huiles isolantes utilisées pour l'appareillage électrique ; la première des applications fût l'imprégnation des condensateurs avec l'huile de ricin. Elles sont essentiellement constituées de triglycérides, c'est à dire un triester sachant que la formule d'un ester est R-COO-R' **[10].**

I.3.2.2.Les huiles synthèses :

Bien que les huiles minérales occupent une place très importante parmi les liquides pour les applications électrotechniques, les huiles de synthèse sont utilisées chaque fois que des

propriétés particulières sont recherchées. C'est notamment le cas lorsqu'il s'agit d'améliorer la résistance au feu des transformateurs se trouvant à proximité de la population (transformateurs de distribution et de traction) **[10].**

I.3.2.3.Les huiles minérales :

a. Généralité :

L'huile minérale est le liquide isolant le plus utilisé dans l'équipement électrique pour ses bonnes propriétés diélectriques et de transfert de chaleur, sa bonne compatibilité avec les isolants cellulosiques et son faible coût (ces derniers peuvent contenir entre 40 000 et 80 000 litres d'huile). C'est principalement pour cette raison technico-économique que cette huile est aussi la plus communément utilisée dans les transformateurs de puissance. **[11]**

les huiles minérales, dont les molécules sont basées sur des composés de carbone et d'hydrogène, sont utilisées en haute tension dans les transformateurs (puissance, distribution, mesure), dans les condensateurs et dans les appareils de coupure (disjoncteurs, sectionneurs). Ces huiles peuvent supporter des champs électriques élevés (rigidité diélectrique).

b. Composition :

La composition chimique des huiles minérales est complexes (plusieurs milliers de molécules différentes) et est généralement définie par la teneur en carbone paraffinique (C_p), en carbone naphténique (C_N) et en carbone aromatique (C_A) **[12]** :

_ **Structure paraffinique (C_p):** les molécules de ce groupe sont aussi connues sous le nom d'hydrocarbures saturés en chaînes droites ou alcanes, qui peuvent être linéaires (alcanes) ou ramifiées (iso-alcanes) et dont la formule générale est C_nH_{2n+2}.

Les molécules Paraffiniques ont une stabilité thermique plus faible que les molécules naphténiques et Aromatiques.

_ **Structure naphténique (C_N)**: les molécules de ce groupe sont également connues sous le nom d'hydrocarbures saturés cycliques ou cycloalcanes. Elles correspondent à des chaînes carbonées fermées de formule générale C_nH_{2n}. Les structures paraffinique et naphténique ont une influence prépondérante sur la densité, la viscosité et le comportement à basse température (point d'écoulement, point de trouble).

_ **Structure aromatique (C_A)**: ces molécules sont des composés cycliques, aussi appelées hydrocarbures insaturés, de formule générale CnHn. Elles sont totalement différentes des

molécules paraffiniques et naphténiques, mais jouent un rôle très important dans les propriétés d'une huile minérale. On les trouve sous deux formes : les monoaromatiques et les polyaromatiques dont certaines sont considérées comme cancérigènes. Ces composés aromatiques permettent à l'huile d'avoir une bonne résistance à l'oxydation (production de phénols qui détruisent les radicaux), de bonnes propriétés de *gassing* et une bonne rigidité en impulsion, la figure suivant représente la structure chimique de l'huile ménirale :

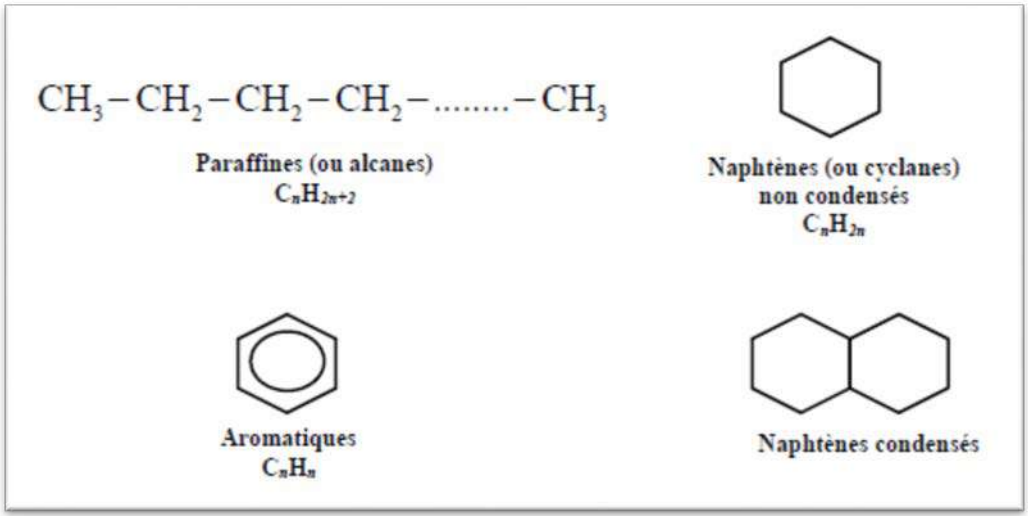


Figure I.2: Structure chimique de l'huile ménirale**[12]**.

c. origine :

Les huiles minérales sont obtenues suivant un procédé qui inclut habituellement une distillation suivie d'une opération de déparaffinage, d'une extraction par solvant des molécules indésirables et d'une hydrogénation catalytique **[10]**.

√- La distillation : le brut est séparé en distillats ayant des intervalles d'ébullition différents, adaptés à l'application électrique. C'est un fractionnement réalisé à une température maximale d'environ 350°C, au dessus de cette température, une décomposition thermique de l'huile commence à se produire.

√- Le déparaffinage : les bruts naphténiques n'exigent pas de déparaffinage pour la raison qu'ils ne contiennent pas pratiquement des n-alcanes contrairement aux bruts paraffiniques où le déparaffinage est nécessaire pour obtenir des propriétés à basses températures acceptables. Le processus consiste à mélanger l'huile avec un solvant puis à refroidir l'ensemble. Les n-alcanes cristallisent alors en de longues aiguilles et la paraffine est retirée par filtration. Après filtration, le solvant est éliminé de l'huile par distillation.

√- L'extraction : ce procédé permet d'éliminer les molécules indésirables des distillats, afin d'améliorer la stabilité à l'oxydation et le gassing. Ces constituants indésirables incluent les hydrocarbures insaturés, les composés azotés et soufrés.

√- L'hydrogénation : comme l'extraction ne permet pas d'enlever tous les composés indésirables, ce procédé est réalisé pour compléter l'extraction du solvant. Les distillats subissent un traitement catalytique à l'hydrogène, à pression et température élevé (30 à 100 bars, 200 à 300°C) **[13]** qui transforment les hydrocarbures aromatiques en hydrocarbures saturés (pour réduire notamment le taux d'hydrocarbures poly-aromatiques cancérigènes (HPA)), e les organosoufrés et azotés en espèces chimiques neutres. Cependant, la forte diminution du taux d'aromatique se traduit par une dégradation de la tenue à l'oxydation et au gassing.

d. Caractéristiques :

Les spécifications des huiles minérales neuves à usage électriques sont définies dans la publication CEI 60296 (Tableau I) **[14]** :

Propriétés	**Les méthodes d'essai**	**limites**	
		Huile de transformateur	**Huile de commutation de base de température**
1-fonction			
Viscosité a 40°C	ISO 3104	Max. 12 mm^2/s	Max 3.5 mm^2/s
Viscosité a 30°C	ISO 3104	Max. 1800 mm^2/s	-
Viscosité a 40°C	CEI 61868	-	Max 400 mm^2/s
Point d'écoulement	ISO 3016	Max. -40°C	Max. -60°C
Teneur en eau	CEI 60814	Max.30 mg/kg, Max.40 mg/kg	
Tension de claquage	CEI 60156	Min. 30 kV/70kv	
Densité à 20°C	ISO 3675 ou ISO 12185	Max. 0,895 g/ml	
contenu de la particule	CEI 60970	Aucune exigence générale	
2-Raffinage/stabilité			
apparence	-	les sédiments et les matières en suspension	
acidité	CEI62021-1 ou CEI62021-2	Max. 0,01 mgKOH/g	
tension inter faciale	EN 14210 ou ASTM D971	Aucune exigence générale	
Teneur totale en sulfates	IP 373 ou ISO 14596	Aucune exigence générale	
sulfure Corrosif	DIN 51353	Pas de corrosif	
Sulfure potentiellement Corrosif	CEI 62535	Pas de corrosif	
3-Performance			
Totale acidité	1.9.4 de CEI 61125 :1992	Max. 1,2 mgKOH/g	
traitement des boues	1.9.1 de CEI 61125:1992	Max. 0,8%	
Tendance gazeuse	CEI 60628 :1985, méthode A	Aucune exigence générale	

Tableau I.1 : spécifications des huiles minérales selon la norme CEI 60296 **[14]**.

Les huiles minérales sont les liquides isolants les plus utilisés dans les transformateurs de puissance, et ce pour leurs bonnes propriétés, leurs disponibilités et leurs prix très économique. Du fait que leurs performances atteignent des niveaux satisfaisants, les constructeurs d'appareillage électrique cherchent à obtenir des huiles ayant :

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

La viscosité des huiles minérales et particulièrement des huiles minérales naphténiques est faible par rapport aux autres huiles isolantes pour transformateurs. Cet avantage permet une bonne évacuation de la chaleur et un démarrage à froid correct, ainsi qu'une bonne imprégnation des isolants cellulosiques.

L'inflammabilité des huiles minérales présente un inconvénient majeur. Leur point éclair est relativement bas (entre 140°et 150°C), ce qui pose un grand problème pour les transformateurs de traction et de distribution installés près de la population. Pour les gros transformateurs de puissance qui sont en général installés loin de la population, le problème est moins important. Cependant, il reste toujours grave du fait que ces derniers peuvent provoquer d'importants dégâts aux installations qu'ils alimentent (centrales nucléaires, industries).

Certaines molécules poly-aromatiques contenues dans les huiles minérales sont classées comme cancérigènes, ce qui cause un problème en rapport avec la toxicité. Du point de vue écotoxicité, les huiles minérales peuvent être néfastes à l'environnement lorsqu'il y des fuites au niveau du transformateur, du fait qu'elles sont accumulables (bioaccumulation,contamination de la chaîne alimentaire).

I.3.2.4.Propriétés des huiles isolantes pour transformateurs :

I.3.2.4.1.Propriétés électriques :

La permittivité (ξ), la résistivité (ρ), le facteur de perte (tg δ) et la rigidité diélectrique (E_C) Sont les caractéristiques électriques principales **[15]** :

a. La permittivité (ξ) :

la permittivité est la constante macroscopie fondamentale qui caractérise un diélectrique elle est défini par : $\xi = \xi_0 . \xi_r$.

ξ: est la permittivité absolue de l'huile (F /m).

ξ_0:est la permittivité du vide (ξ_0 = 8.85 pF /m).

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

ξr est aussi appelée constante diélectrique, et est défini par le rapport entre la capacité d'un condensateur rempli d'huile (C_p) et la capacité du même condensateur vide (C_0) : $\xi r = C_p / C_0$

b. Résistivité / Conductivité :

Un isolant électrique doit conduire le moins possible le courant électrique lorsqu'une tension lui est appliquée. Sa résistivité (ρ) doit être la plus forte possible inversement sa conductivité (σ) qui doit être la plus faible possible ($\rho = 1/\sigma$).

c. Facteur de dissipation :

Le facteur de dissipation ou facteur de pertes diélectriques (tg δ), qui est une valeur adimensionnelle, est directement lié à la résistivité et à la permittivité. La représentation de ces pertes par un schéma équivalent (condensateur C et résistance en parallèle R) permet d'écrire : $tg\ \delta = 1/RC$.

d. Rigidité diélectrique :

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

E_C : est la rigidité diélectrique kV/mm.

U_C : est la tension de claquage en kV.

e : est la distance entre les deux électrodes en mm.

I.3.2.4.2.Propriétés physico-chimiques :

Les propriétés physico-chimiques de l'huile qui peuvent intéresser l'ingénieur en charge de l'exploitation d'un transformateur sont: le teneur en eau , l'acidité, la viscosité, l'espect, la densité, le point d'écoulement et le point d'éclair.**[15]**

.

a. Teneur en eau :

La teneur en eau est faible au départ, lorsque l'huile est neuve et traitée (< 10 ppm pour l'huile minérale). Cette teneur va augmenter au cours de la vie du transformateur suite à la pénétration de l'humidité provenant de l'atmosphère mais aussi avec la dégradation du papier

b. acidité :

On dit qu'une est huile neutre quand elle ne contient, ni acide, ni base ; On appelle indice d'acide (IA) ; le nombre de milligrammes de potasse (ou solution alcoolique à nécessaire pour neutraliser les acides dans un gramme d'huile.

c. viscosité :

la viscosité est la résistance qu'oppose les molécules d'un fluide à une force tendant à les faire déplacer en son sein, en conséquence plus le fluide est visqueux et plus il a des difficultés à s'écouter dans les conduites ou à s'installer sur une surface, la viscosité est une fonction de la température du fluide et variable avec la pression.

d. L'espect :

c'est un test visuel effectué sur une huile pour détecter la présence de corps en suspension (poussiére,humidité) . L'huile doit –être toujours limpide exempte de matière en suspension.

e. La densité :

C'est une caractéristique propre à l'huile. sa détermination permet l'identification d'une huile neuve. en exploitation, le variation de la densité est très petite.

f. Point d'écoulement :

Le point d'écoulement est une propriété importante d'évacuation de la chaleur. C'est la température la plus basse à laquelle le fluide coule lorsqu'il est refroidi sans agitation, et cela dans des conditions normalisées. Ceci est lié à la masse moléculaire, la composition du liquide et au mélange de différentes molécules.

j. Point d'éclair :

Le chauffage progressif d'un liquide provoque le dégagement de vapeurs. Dès que la concentration de ces vapeurs dans l'atmosphère surmontant le liquide devient suffisante pour former un mélange inflammable, elles brûlent à l'approche d'une flamme. La température correspondante est appelée point éclair du liquide.

I.3.2.5.Rôle des huiles isolantes :

Les liquides isolantes utilisées comme imprégnant d'isolants solides et les produits de remplissage des matériels électrique très divers : transformateur, condensateur, disjoncteur, câbles. Le rôle principal des huiles est d'éliminer l'air et les autres gaz de façon à améliorer ses propriétés. Elles jouent aussi le rôle de refroidissement en captant la chaleur dissipée par les éléments actifs pour la restituer à une source froide. L'huile isolante minérale joue aussi le rôle d'isolant entre les différentes parties des transformateurs **[16]** :

- 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.

I.6.Définition du vieillissement :

On appelle vieillissement, tout phénomène se traduisant par une évolution lente et irréversible des propriétés du matériau. Ces changements affectent considérablement les performances de l'isolant et réduisent sa durée de vie. Le terme vieillissement n'implique pas un mécanisme précis à cause de la complexité de la composition chimique du matériau **[17-18]**. Le degré de vieillissement d'un isolant et sa vitesse d'accélération dépendent des propriétés physiques, de la composition chimique du matériau, de la nature et la durée de la contrainte appliquée, ainsi que du processus et des traitements au cours de sa fabrication **[19-20]**. Le processus de dégradation d'un isolant liquide met souvent en jeu des facteurs extrinsèques tels l'atmosphère et la température qui ont pour effet la présence des gouttelettes d'eau, des bulles gazeuses et des contaminants et impuretés **[21-22].**

I.7.Vieillissement des accessoires :

Le vieillissement étudié jusque-là concernait la partie principale du transformateur de puissance. L'état des accessoires tels que les changeurs de prise en charge ainsi que des bornes de traversées constituent également des paramètres importants pour évaluer la capacité de service d'un transformateur. Comparés à l'ensemble du transformateur, leurs coûts sont modérés, mais leurs défaillances peuvent entraîner la destruction de tout le système. Ces éléments n'interviennent donc pas de manière déterminante dans l'évaluation globale du vieillissement du transformateur, mais du fait de leur importance stratégique, ils nécessitent une maintenance régulière. Au niveau des changeurs de prises en charge, le vieillissement est

essentiellement mécanique et diélectrique (qualité de l'huile). Pour les bornes de traversées, qu'elles soient sèches ou remplies d'huile, seule la dégradation de l'isolation est prédominante. [**23]**

I.8.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 **[24- 25]**. 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 **[26]**, les tendons d'Achille du papier sont la température et l'humidité ; la cellulose peut se dégrader rapidement aux températures supérieures à 90 °C **[24- 27]** :

-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, CO_2, H_2O et H_2 ; La Pyrolyse n'affecte sensiblement les qualités mécaniques du papier qu'au-dessus de 150 °C **[28]** ;

-L'oxydation qui 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, CO_2, H_2O et H_2 ;

-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.

I.9.Vieillissement du complexe huile/papier :

Pour chaque composante du complexe, les phénomènes de vieillissement thermique restent essentiellement les mêmes. Cependant, il a été constaté **[24]** 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.
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 de Manœuvres ou atmosphériques, etc.) ;
- Contrainte mécanique (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.3 illustre l'interaction entre ces contraintes et le système d'isolation du transformateur de puissance conduisant ainsi à son vieillissement.

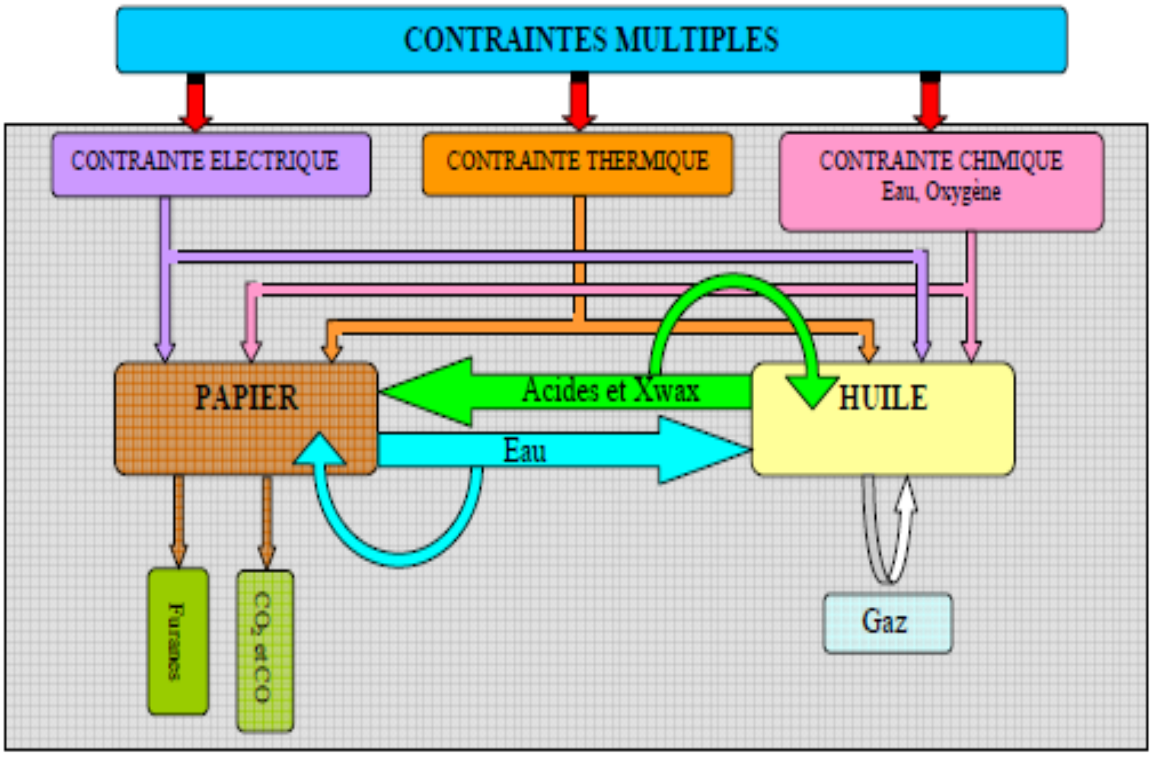


Figure I.3 : Interaction entre les différentes contraintes et le système d'isolation du transformateur **[29].**

I.10.Vieillissement thermique :

On appelle vieillissement thermique tout phénomène traduisant une évolution qui ne fait intervenir que le matériau, l'atmosphère et la température. Il peut faire intervenir des phénomènes physiques et des phénomènes chimiques, et il résulte d'une oxydation de chaînes carboniques qui entraîne une augmentation des pertes diélectriques et une chute des caractéristiques physico-chimiques.

L'étude du phénomène de vieillissement thermique d'un isolant liquide tel que l'huile Pour transformateur a deux buts principaux :

– Le premier est d'évaluer la durée de vie de ces isolants sous l'effet des contraintes thermiques.

– le second but est de trouver une éventuelle corrélation entre le processus de vieillissement et les contraintes qui le provoquent.

I.11.Conclusion :

Les transformateurs de puissance contiennent plusieurs isolants solides et liquides pour les aider à remplir leurs fonctions. Les isolants liquides auxquels appartiennent les huiles minérales, et du à leur composition et leurs propriétés chimiques et physiques sont considérez comme les liquides isolants les plus importants et qui jouent un rôle efficace dans les transformateurs. Ainsi Il existe une relation importante entre le vieillissement et les isolants liquides et solides, car nous en avons discuté plusieurs types (Contraintes électriques, physiques, mécaniques et chimiques) qui altèrent son système d'isolation.

II.1.Introduction :

La chromatographie est une technique physique de séparation d'espèces chimiques, l'échantillon contenant une ou plusieurs espèces est entraîné par un courant de phase mobile (liquide, gaz), le long d'une phase stationnaire (papier, gélatine, silice, polymère, silice greffée etc.), chaque espèce se déplace à une vitesse propre dépendant de ses caractéristiques et de celles des deux phases (phase mobile et phase stationnaire).

La Méthode de séparation des constituants d'un mélange est basée sur le principe de différence d'affinité qui permet l'identification, le dosage (quantification), la purification (pour le chromatographe de couche mince '**CCM**') **[30].**

II.2. Principe :

Le principe repose sur l'équilibre de concentrations des composés présents entre deux phases en contact : la phase stationnaire et la phase mobile (gaz ou liquide) qui se déplace.

La séparation des composés à analyser est basée sur l'entraînement différentiel des constituants du mélange.

Ces derniers parcourent la phase stationnaire avec des temps proportionnels à leurs propriétés intrinsèques (taille, structure, ...) ou à leur affinité avec la phase stationnaire (polarité, ...).

II.3. Les types de chromatographe :

Il existe 3 grandes familles principales de chromatographie :

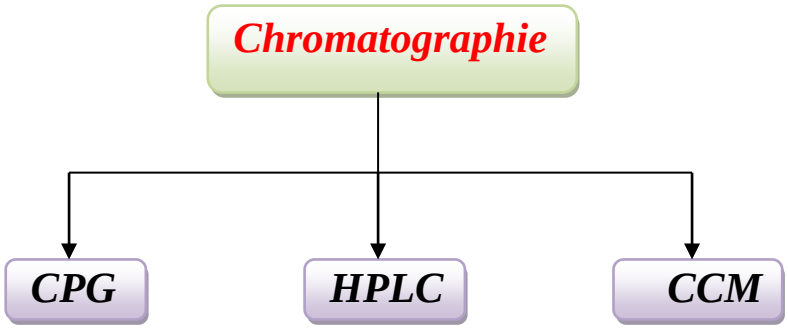


Figure II.1 : Les Types De Chromatographie.

CPG : chromatographie en phase gazeuse ;

HPLC : chromatographie liquide haute performance ;

CCM : chromatographie sur couche mince ;

II.3.1.HPLC : Chromatographie liquide haute performance.

La chromatographie haute performance nécessite un appareillage sophistiqué et coûteux.

Récemment les appareils HPLC ont vue un progrés dans l'évolution technique, car ils ont développé une grande vitesse de séparation avec un abaissement du seuil de détection même sous utilisation à très haute température ; la précision du volume d'injection a aussi permis une grande fiabilité dans les résultats.

L'**HPLC** est une des techniques les plus employées dans les laboratoires d'analyses chimiques. Elle permet l'identification et beaucoup plus la séparation et le dosage de composés chimiques dans un mélange.

Sa grande précision permet la recherche de traces et il est possible de la coupler à un spectromètre de masse (les sous forment des masses) ou l'ultra violé-visible (les donnes se forment des longueurs d'onde).

Quatre types sont couramment employés en fonction de la nature de la phase stationnaire.

- chromatographie d'adsorption.

- chromatographie de partage : c'est la plus utilisée des quatre techniques avec une phase stationnaire apolaire (chromatographie à phase inverse).
- chromatographie d'échange d'ions.
- chromatographie d'exclusion : également appelée à "perméation de gel" (la géométrie des particules) **[31].**

II.3.2. CCM : chromatographie sur couche mince :

La chromatographie sur couche mince s'effectue généralement sur une fine couche de silice (phase stationnaire) déposée sur un support.

Le mélange à étudier est ensuite posé à l'aide d'un capillaire à environ 1 cm du bord puis placé dans une cuve contenant l'éluant.

Le niveau de l'éluant devant être en dessous du produit déposé, la cuve de chromatographie est ensuite refermé par un couvercle.

L'éluant migre sur la plaque de silice par capillarité et entraîne les composés du mélange étudié, Si les vitesses de migration des composés sont différentes, ils seront séparés.

La plaque de chromatographie est ensuite lue directement si les composés sont visibles, ou placé sous une lumière UV, ils peuvent également être révélés en pulvérisant une solution d'acide sulfurique puis chauffé dans une étuve.

Le principe de séparation des composés par **CCM** est proche de celle de l' **HPLC**, le mélange est placé sur la plaque de silice à l'aide d'une pipette pasteur.

Le principal intérêt de la **CCM** est l'identification rapide des composés d'un mélange, en

Contre partie, l'analyse est uniquement qualitative et ne permet pas le dosage d'un composé **[32].**

II.3.3.CPG : chromatographe en phase gazeuse :

La chromatographie en phase gazeuse (CPG) (gas chromatography, GC, en anglais) est une technique de séparation d'un mélange de molécules volatiles.

Elle est utilisée dans des domaines très variés, tels que la parfumerie, l'œnologie, l'industrie pétrolière, la biologie, la chimie fine et l'industrie des matières plastiques **[33].**

II.3.3.1.Principe de la chromatographie en phase gazeuse

Par son nom la chromatographie gazeuse ne peut traiter ou analyser que des échantillons de gaz, les prélèvements liquides passent par un dispositif d'extraction pour prélever les gaz à analyser. Les éléments gazeux d'un échantillon sont introduits dans un injecteur pour être séparer dans des colonnes adéquates choisies préalablement selon le type et la nature du gaz à analyser. Ils seront emportés par un gaz porteur (phase mobile) qui va les amener à travers la phase stationnaire contenu dans ces colonnes.

Un temps de rétention est comptabilisé à la sortie des gaz en fin de colonnes dépendant de leurs affinité avec la phase stationnaire. Ce temps sera d'autant plus grand que l'affinité sera grande et servira à l'identification de la nature des gaz. Les éléments peuvent être identifiés mais aussi quantifiés car chaque gaz a une durée de rétention de référence d'où la nécessité d'un choix judicieux de la phase stationnaire **[34].**

La figure suivant présente le schéma de chromatographe en phase gazeuse :

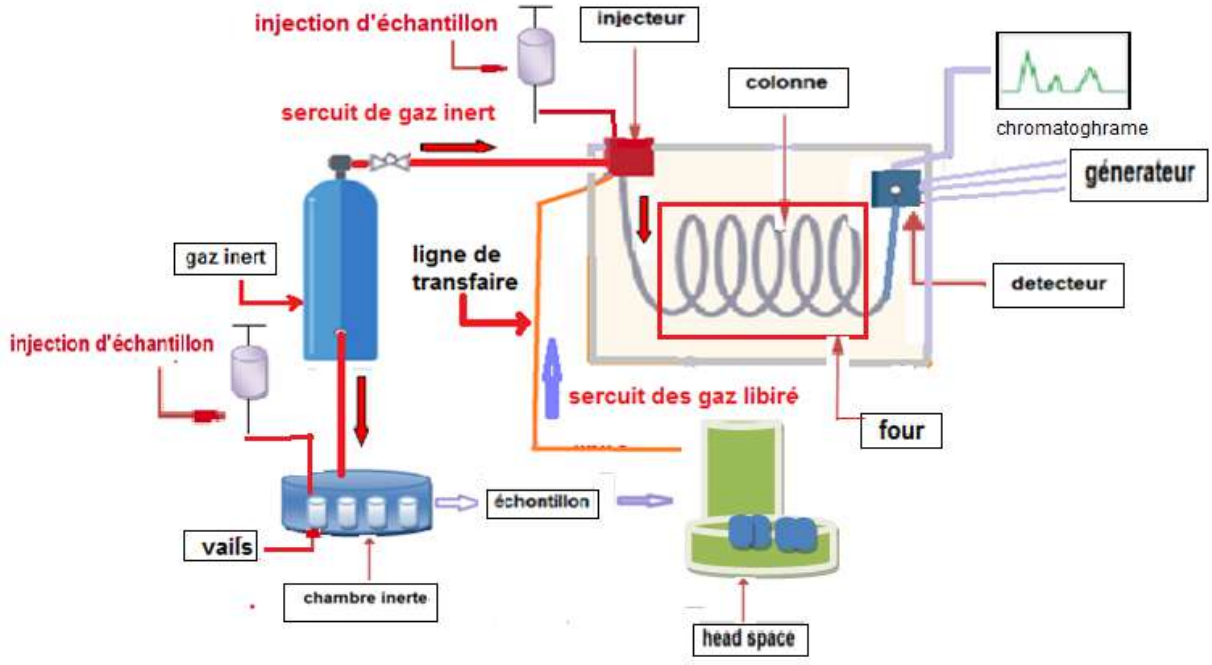


Figure II.2 : schéma chromatographe en phase gazeuse

L'appareil chromatographie en phase gazeuse se compose de quatre blocs importants chaque bloc contiente plusieurs éléments :

II.3.3.2.Chambre inerte :

C’est une chambre utilisée pour préparer les échantillons (injection des échantillons dans les Vials). La chambre est connectée avec un gaz inerte pour permettre un conditionnement d’échantillons sans contaminations atmosphériques.

Les gaz utilisés comme phase mobile (gaz vecteur) sont le dihydrogène ou l'hélium ou le diazote ou le dioxyde de carbone et argon qui sont des gaz inertes (lourds). La fonction du gaz phase mobile est d'être le vecteur d'entraînement à travers la colonne des molécules analytes lorsqu'ils se trouvent à l'état gazeux en état de non rétention par la phase stationnaire.

La chambre inerte est présentée à la figure suivant:

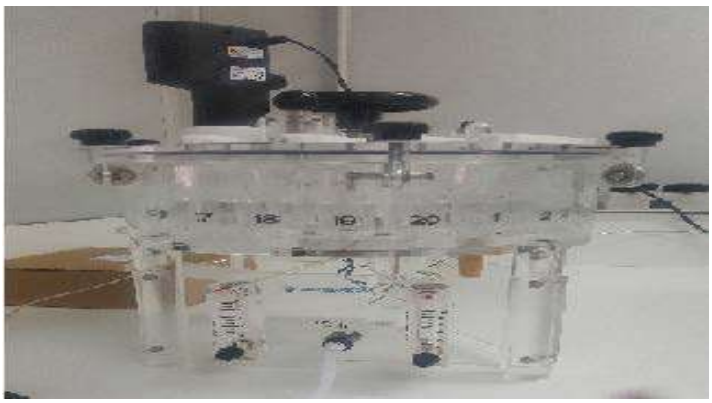


Figure II.3 : Chambre inerte

II.3.3.3.Head space :

Le Head pace (espace de tête) est un système performant pour l’extraction des composants gazeux formant le gaz d'espace de tête. Cette méthode est souvent réalisée en couplant la micro extraction sur phase liquide par espace de tête avec un chromatographe en phase gazeuse afin d’être transférer et balancer vers l’injecteur du four pour lui permettre une diffusion dans la phase mobile appelée aussi gaz vecteur ou porteur.

Sur les nouveaux systèmes les Head pace sont munis de passeurs d’échantillons permettant de faire analyser de multiples échantillons par une simple programmation préalable.

Le Head space est représente à la figure suivante :

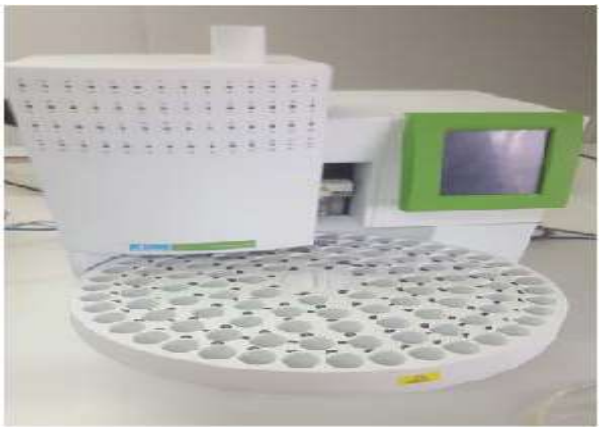


Figure II.4 : Head space .

II.3.3 .4. Le chromatographe

L'opération de détection des gaz dissous est effectuée par le chromatographie en phase gazeuse, montré ci-dessous :



Figure II.5 : Chromatographie en phase gazeuse.

La chromatographe en phase gazeuse se compose de plusieurs appareils très importants pour détecte les gaz dissous.

II.3.3.4.1.Injecteur

Dans ce chromatographie, il existe deux types d'injecteurs capillaires (A et B) Les deux types d'injecteur jouent la mémé rôle, c'est le point de connexion entre le Head space et le chromatographie (permet de passage des gaz), l'injecteur est connecté avec le gaz vecteur (argon) pour transporter les gaz vers les colonnes.

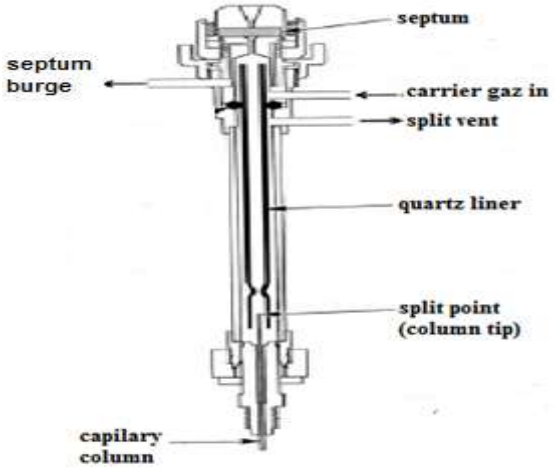


Figure II.6 : Schéma d'injecteur capillaire.

II.3.3.4.2.Four

La colonne est contenue dans un four de type chaleur tournante, dont la température est précisément ajustable (typiquement entre 20 °C et 350 °C) est programmable.

Les températures utilisables en pratique dépendent des domaines de stabilité en température de la colonne utilisée, et de ceux des composés analysés.

La figure suivante présent le four de chromatographe en phase gazeuse :



Figure II.7 : four pour CPG.

II.3.3.4.3.Les colonnes

La colonne est constituée d'un tube plus ou moins long, ce support est imprégné chimiquement d'un produit appelé phase stationnaire dont l'affinité avec les composants du produit à analyser est la plus grande. Nous mentionnons:

- Colonnes remplies : il s'agit de colonnes de métal ou de verre de quelques mm de diamètre, de 1 à quelques mètres de longueur (en enroulement spiral).
- Colonnes capillaires : les colonnes se présentent sous forme d'un capillaire dont la surface interne porte un fin film de phase stationnaire, le diamètre interne est de 0,1 à 0,6 mm l'épaisseur de film de phase stationnaire est de 0,2 à 0,5 µm, la longueur dépasse 10 m, atteint généralement 30 m ou plus, la colonne est présentée en un enroulement spiral.

Dans les colonnes, nous pouvons trouver plusieurs types de phases stationnaires (tamis moléculaire, carboxyle, molsième, siloxane, silice, squalane…)

La colonne est placée dans un four pour maintenir une température suffisante afin de garder les solutés en phase gazeuse pendant l'analyse.

Les colonnes tamis moléculaire et carboxyle placer dans le four de chromatographe sont donnés par le fiqure suivante :

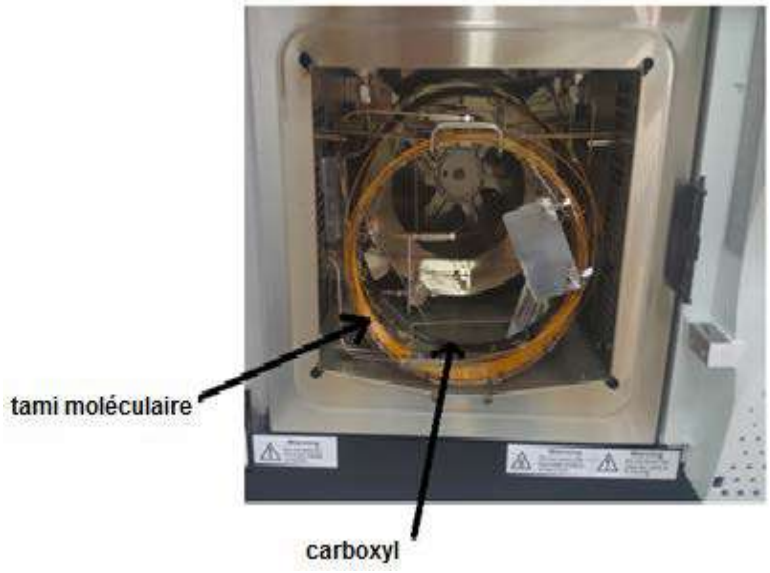


Figure II.8 : Les colonnes (tamis moléculaire et carboxyle).

II.3.3.4.4.Les détecteurs :

Il existe de nombreux détecteurs tell que:

Le détecteur **ECD :** (détecteur à capture d'électrons) permet de détecter les molécules contenant du chlore.

Le détecteur **TCD :** (en anglais thermal conductivity detector, en français détecteur à conductivité thermique) permet de détecter toutes les molécules, il est dit universel.

Le détecteur **FID :** (en anglais flamme ionisation detector, en français détecteur à ionisation de flamme) permet de détecter les molécules contenant du carbone.

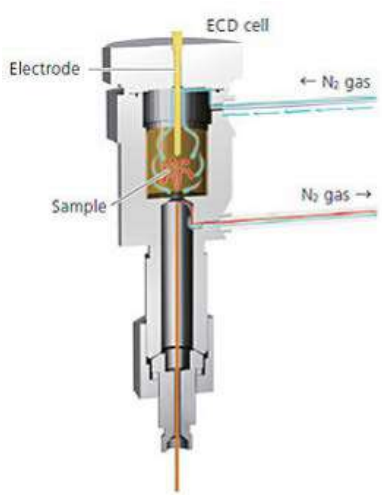


Figure II.9 : schéma de ECD **.**

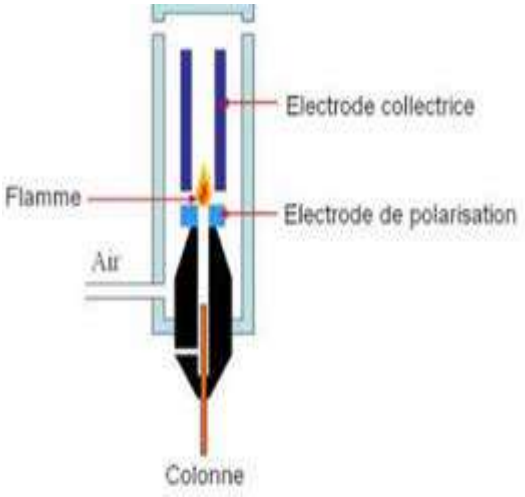


Figure II.10 : schéma de FID.

II.3.3.5. Les Générateurs

Pour une meilleure gestion économique et afin d'éviter les ruptures en gaz, le choix judicieux est d'utiliser les générateurs. Pour la chromatographie en phase gazeuse nous avons besoin de plusieurs générateurs afin d'injecter en continue des gaz nécessaire pour le fonctionnement des détecteurs présents dans le chromatographe. Nous mentionnons :

II.3.3.5.1.Générateur d'oxygène (O_2)

Il est nécessaire pour la chromatographie utilisé afin de fournir le gaz nécessaire dans le détecteur (FID).

II.3.3.5.2.Générateur d'hydrogène (H_2)

Les générateurs Précision Hydrogène sont adaptés aux applications de chromatographie en phase gazeuse. Ils ont été conçus pour fournir le gaz nécessaire aux détecteurs utilisant l'hydrogène pour transformer les composants non hydrocarbures en méthane nécessaire pour le fonctionnement du détecteur méthaniseur .



Figure II.11 : Générateur de H_2



Figure II.12 : Générateur de O_2

II.4.Conclusion

Nous avons présenté le principe de la chromatographie, ainsi qie les types de chromatographies, plus spécialement la chromatographie en phase gazeuse qui nous allons utiliser pour détecter les gaz dissous dans l'huile.

III.1.Introduction

Les techniques actuelles les plus utilisées pour surveiller l'état d'un transformateur en service sont fondées sur les analyses de l'huile : analyse des propriétés physico- chimiques et diélectriques de l'huile, des gaz dissous et des produits de dissociations et de rupture de la cellulose.

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 étales boues sont les produits d'oxydation les plus problématiques.

Ce chapitre est consacré à la présentation des matériels, des appareils et des méthodes de diagnostic utilisés dans notre étude et travail efféctue au laboratoire(MEI) ex SKMK de Blida.

III.2.Méthode de vieillissement thermique

Le vieillissement thermique s'est fait dans une étuve à trois paliers de températures différent (120°C ,140°C,160°C) ,Chaque palier de température est maintenu pandant 216 heures ; un prélèvement de deux vials est efectué chaque 24 heures afin de proceder à la moyenne des valeurs obtenus .

Les échantillons sont placés dans l'etuve à différentes paliers de temperatures de vieillisement (120 ,140,160°), mais lors de la manipulation, nous avons constaté que les vials pocedent à des proprités qui reduisent la pénetration de chaleur, et qu'apres mesure de la temperature réelles des echantillons aprés étuvage, les temperatures respectives etaitent de (95°C,108°C,140°C).

Etant donné que l'analyse de l'indice de couleur et du facteur de dissipation nécessite un volume assez important d'huile, des flacons de 800 ml sont disposés dans l'étuve (la valeur de cuivre associée est de 20 g).

Le schéma suivante elle est expliqué l'opération de préparation des échantillons :

Chambre inerte **flacon verre de 800 ml de l'huile neuve**





Préparation des échantillons





Un vial **étuve**

Figure III.1 : schéma de Viellessement thermique .

III.3.Appareils de mesures des caractéristiques

Pour étudier le phénomène de vieillissement thermique d'un isolant liquide, nous avons recouru à la manipulation de différents appareils de mesure de l'huile au laboratoire d'analyse des huiles de transformateurs de l'unité opérationnelle de traitement des huiles aux niveaux des ateliers de maintenance (MEI) SONELGAZ Blida.

Les analyses effectuées pour la caractérisation sont l'Indice de Couleur, la teneur en eau, le facteur de dissipation (Tan δ), et l'indice d'acidité.

III.3.1.Aspect et Indice de couleur

L'aspect d'une huile peut mettre en évidence la turbidité ou les sédiments du liquide, il peut être aussi l'indice d'une présence d'eau libre, de dépôts insolubles, de carbone, de fibres, de poussières...etc.

La coloration d'une huile neuve est une indication de son degré de raffinage ; une variation de la couleur peut indiquer un chargement en composés indésirables dans l'origine de l'huile.

La coloration peut aussi être un facteur qui détermine le degré de dégradation de l'huile lorsque celle-ci est en service c'est-à-dire témoin d'un vieillissement ou une d'une contamination chimique de l'huile, l'indice de couleur est mesuré selon la norme ASTM D1500 **[35].**

L'appareil utilisé pour cette mesure est un spectrophotomètre, de type Lovibond PFX (Figure III.2).



Figure III.2 : Appareil colorimètre pour la mesure de la couleur.

III.3.2.Teneur en eau

La teneur en eau est la quantité d'eau (en ppm) dissoute dans l'huile isolante et elle est mesurée par un appareil numérique, celui-ci est branché à un tube contenant une solution chimique. On injecte un volume d'huile dans ce tube d'essai et on introduit comme donnée, le volume d'huile injecté. Après quelques instants, l'appareil affiche la teneur en eau en ppm (en poids et en volume) après spécification de la densité de l'huile **[36].**

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 analysée.

L'appareil utilisé pour cette mesure est une titrimétrie de type756 KARL FISHER (Figure III.3).



Figure III.3 : appareil COULOMETRE de mesure de la teneur en eau .

III.3.3.Facteur de dissipation (Tan δ)

Le facteur de dissipation des huiles isolantes électriques est une propriété de grande importance, car elle constitue un moyen de détermination de la concentration des porteurs de charges qui détériorent la principale fonction diélectrique du liquide. Si la concentration des porteurs de charges excède une certaine limite (valeur critique) sous contrainte électrique, une panne latente peut survenir dans le transformateur. Une faible valeur du facteur de dissipation indique de faibles pertes diélectriques et un faible niveau de contaminants ioniques polaires.

Le facteur de perte diélectrique (Tan δ) est mesuré selon la norme CEI 247**[37].**

L'appareil utilisé est un pont automatique de type DIELTEST-DTL (figure III.4).

la cellule est remplie avec de l'huile diélectriques puis chauffée à la température imposée par la norme de mesure (90°C), les résultats sont affichés et imprimés automatiquement.



Figure III.4 : Appareil tangent delta de mesure du facteur de dissipation (Tan δ) .

III.3.4.Indice d'acidité

L'huile en service est sujette à de nombreuses contraintes, origines de produits de dégradations et formation de produits acides, ces produits se traduisent par un nombre acide appelé indice d'acidité ou plus communément 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 **[38].**

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.

Les limites autorisées pour la valeur de l'indice d'acidité sont régies par les normes : CEI 296 pour les huiles neuves et CEI 422 pour les huiles en service **[39].**



Figure III.5 : Dispositif de titrage pour la mesure de l'indice d'acidité.

III.4.Détection des gaz par le chromatographie en phase gazeuse:

III.4.1.Préparation des échantillions:

Pour pouvoir tracer des courbes d'evolution de la formation des gaz et des propriétés de l'huile neuve sous effet thermique , il nous a fallu remplir 18 vials par chaque palier de temperature pour pouvoir tracer des courbes à neuf point,à raison de deux vials par prelevement .

Les 18 vials sont placées dans la chambre inerte afin qu'elles soient conditionnées sous gaz argon et empecher la contamination par l'oxygene et l'azote déjà existant dans l'atmosphere .

Le volume d'huile à injecter dans les vials est estimé à 16 ml ;le remplissage se fait à l'aide de seringue en verre .

un morceau de cuivre est ajouté dans chaque vial d'un poid de m=0.38mg represantant un pourcentage de 0 ,03 % traduisant le pourcentage du cuivre present dans un transformateur afin d' accélérer l'opération de dégradation de l'huile .

les deux figures suivantes représentent les opérations de placement et de remplissage des vails dans la chambre inerte :



FigureIII.6 : placement des vails .



FigureIII.7 : remplissage des vails .

III.4.2. étapes de chromatographie

La méthode de chromatographie présente aux étapes suivantes :

III.4.2.1.l'éxtraction des gaz

Nous avons prix deux vials que nous mettons dans le headspace pour l'éxtraction des gaz dans la phase gazeuse de vial a cause d'effet temperature , le headspace va chaufeé les deux vials avec une température T=80°C pendant 30 minute puis faire pinitré une aiguie pour extreune des gaz pendant une minute et le transferer vers le CPG .

III.4.2.2.L'analyse des gaz

Une fois l'extraction des gaz à analyser est faite, le headspace va deplace les gaz vers le CPG à travers une ligne capilaire appelée ligne de transfer.



Figure III.8 : Ghromatographe

La sortie de ligne de transfert est directement connecté à l'injecteur de type capillaire du CPG afin de permettre le passage des gaz dans les colonnes dites capillaires aussi (tamis moléculaire et carboxyle).

La figure suivante présente l'injecteur capillaire utilisé :

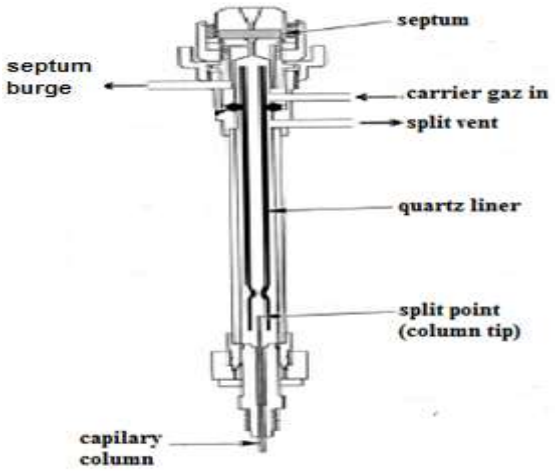


Figure III.9 : injecteur capillaire .

Chaque colonne possede une afinité pour certain des gaz.Pour la colonne tamis moléculaire l'afinité est pour les gaz (H_2, O_2, N_2), la colonne carboxyle à une afinité pour les gaz hydrocarbure.

Pour transporter les gaz libérés et dissous à l'intérieur du CPG , un gaz vecteurest utilisé comme gaz porteur ,aussi appelé phase mobile .Dans notre cas, le gaz Argon est le mieux adapté car l'Héluim possede une conductivité proche de celui de l'hydrogene qui est un gaz present dans les gaz dissous qui se forme dans les transformateurs et l'Azote est lui-même present parmis les gaz à detecter dans les transformateurs .

Le temp de stationnement des gaz dans la colonne est appelé temps de rétention, chaque gaz possede alors un temps de rétention propre qui servira à exprimer la nature du gaz.

La sortie des colonnes les gaz sont captés par des detecteurs appelés :detecteur à ionisation de flamme (FID) et detecteur à conductivité thermique (TCD).

Le **FID :** ce détecteur génère des cations qui sont captés par une électrode cylindrique soumise à une tension négative, modifiant la valeur de cette tension. Ce sont les variations de cette tension que l'on enregistre après amplification, le FID détecte seulement les hydrocarbures c'est-à-dire les composés qui ont du carbone et d'hydrogène.

Les composés hydrocarbonés sortis de la colonne sont brûlés dans une flamme air/dihydrogène soumise à une tension positive.

Le FID a besoin d'oxygène pour maintenir sa flamme en vie .un générateur d'air(O_2) et un compresseur d'air sont utilisés pour fournir l'oxygène en continue. les composants brulés sont détecté grâce à une cellule de détection des électrons libres, puis transférés vers le PC.

Le schéma suivant montre le fonctionnement du détecteur FID :

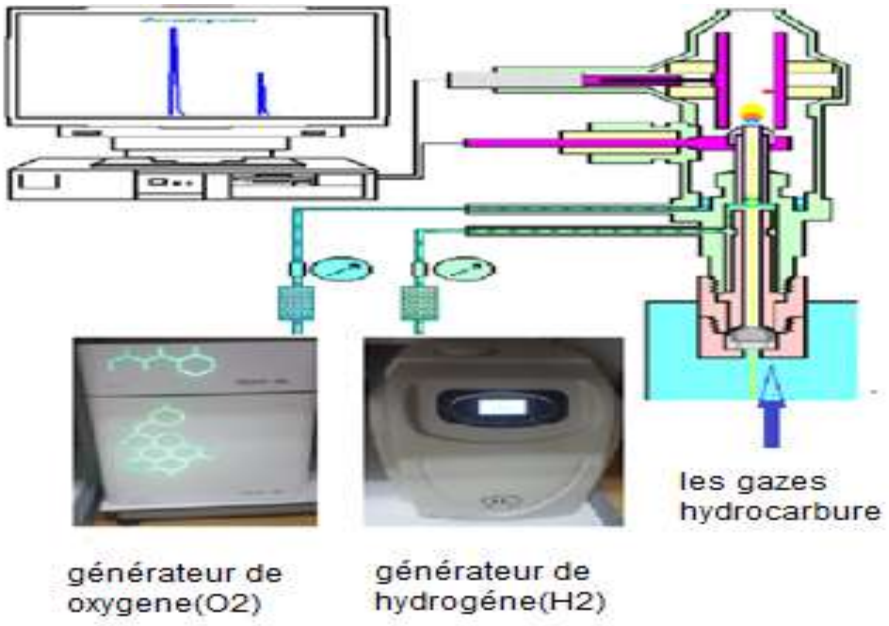


Figure III.10: Mode de fonctionnement de détecteur FID.

Pour la détection du CO_2 et CO nous avons besoin d'un méthaniseur qui va transformer le CO et CO_2 en CH_4 à l'aide d'hydrogène fournie par un générateur .étant donné que le CH4 est un hydrocarbure, il sera détecté par la suite au niveau du FID

Le **TCD** : (Thermal Conductivité Detector ou détecteur à conductivité thermique encore appelé cathétomètre).

C'est un pont de Wheastone qui mesure le déséquilibre entre deux résistances chauffantes comprises dans deux cellules de mesure. Une de ces cellules reçoit le gaz vecteur pur tandis que l'autre reçoit le gaz à analyser sorti de la colonne. Ce détecteur permet de voir tout les composent ne hydrocarbonés.

Le schéma ci-dissous présenté la méthode de fonctionnement de détecteur TCD :

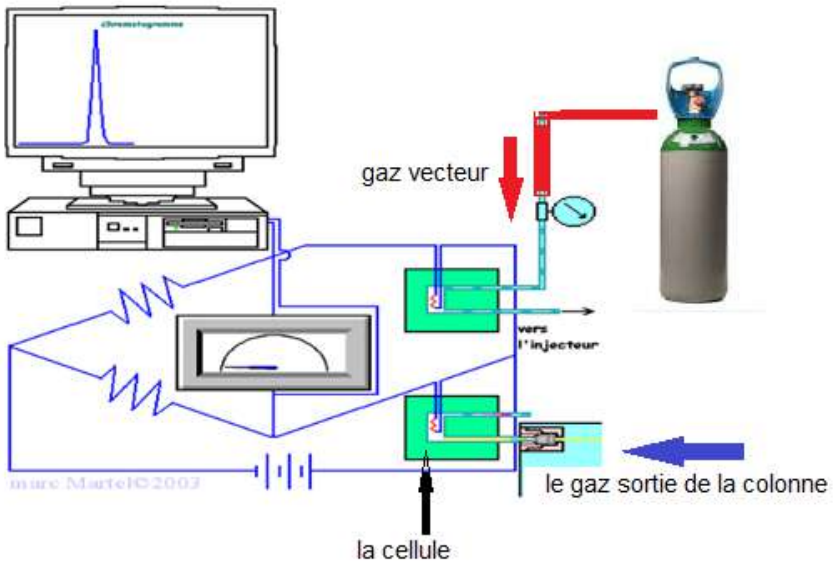


Figure III.11 : Mode de fonctionnement de détecteur TCD.

La detction des gaz est affiché sur un graphe appelé chromatogramme .

La figure suivante represante un chromatogramme comportant huit gaz :

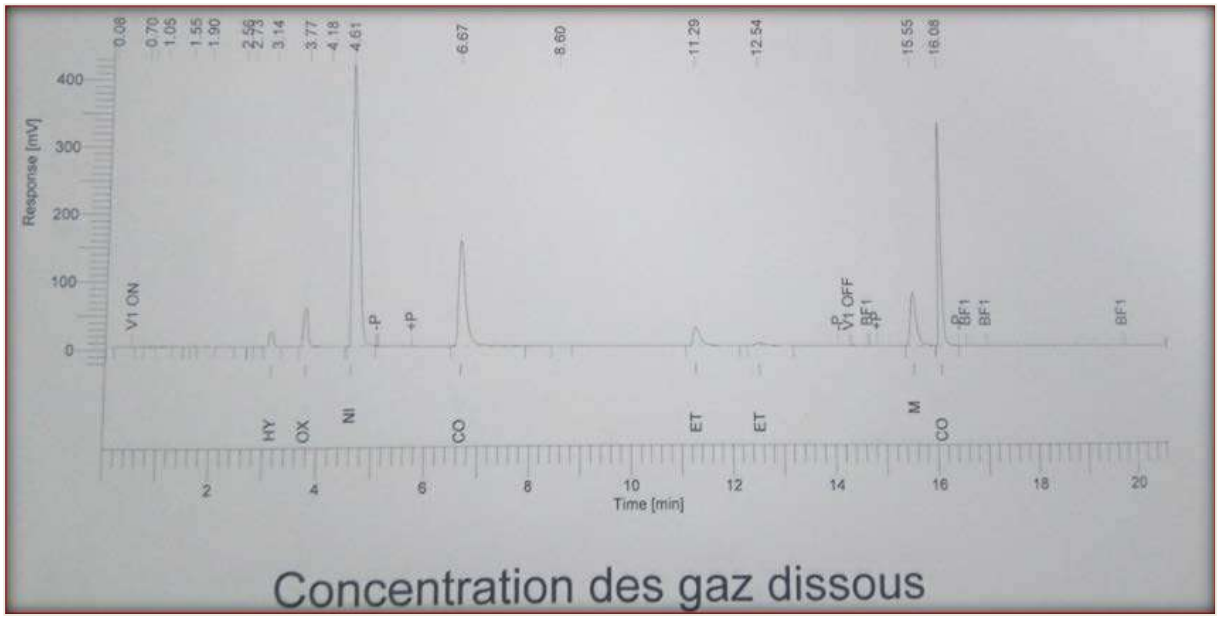


Figure III.12 : Chromatogramme comportant huit gaz .

III.5.Conclusion :

Dans ce chapitre nous avons présenté les méthodes d'échantillonnages de l'huile utilisée, ainsi que la méthode de vieillissement thermique à trois températures différentes, et le chromatographie pour la détection des gaz dissous dans l'huile après vieillissement.

IV.1. Introduction :

Dans ce chapitre nous présentons les résultats expérimentaux des propriétés électriques et physico-chimiques des huiles neuves après un vieillissement thermique de 216 heures à trois températures différentes de 95°C, 108°C et 140°C, et enfin on utilise les techniques d'interprétation pour discuter et interpréter la présence de ces gaz.

IV.2. Effet du vieillissement thermique sur les caractéristiques de l'huile :

Pour étudier la stabilité à l'oxydation des différents types d'huile, le vieillissement a été réalisé conformément à la norme CEI 61125 C. C'est le test de référence pour évaluer une nouvelle huile minérale. Il consiste à faire vieillir l'huile en présence d'un catalyseur de cuivre à 95°C, 108°C, 140°C pendant 216 heures. Chaque échantillon d'huile a été placé dans un récipient de verre de 800 ml, maintenu à une température constante et qui sont mis à l'intérieur d'un four pour le processus de vieillissement thermique accéléré, exposés à l'air à l'intérieur du four afin de représenter la respiration libre de transformateur et favorise le processus d'oxydation. Des échantillons ont été recueillis à des intervalles de temps réguliers et analysés, afin de vérifier la variation des caractéristiques de l'huile.

Les propriétés électriques et physico-chimiques ont été mesurées pour détecter les changements après un stresse thermique, pour cela le facteur de dissipation (tan δ), l'indice d'acide total (TAN), la teneur en eau et l'indice de couleur vont êtres présentées.

IV.2.1. Variation de la teneur en eau et l'indice de l'acidité :

Les Figures (1,2) représentent les variations de l'acidité et la teneur en eau des échantillons d'huile neuve à la fin d'un vieillissement thermique aux températures de 95°C, 108°C, 140°C.

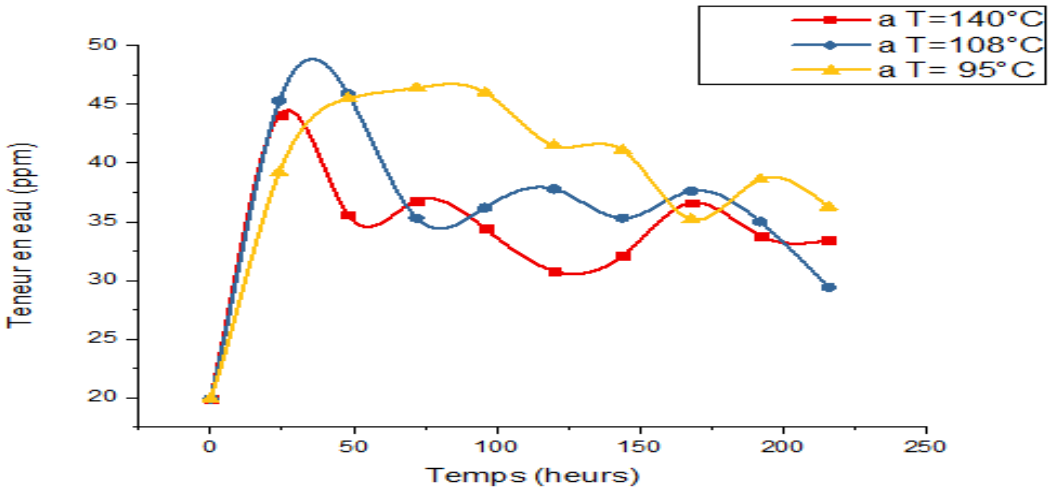


Figure IV.1 : Variation de la teneur en eau en fonction de temps et sous effet des températures 95°C, 108°C et 120°C.

D'après la figure IV.1, le vieillissement thermique provoque l'augmentation de la teneur en eau de l'huile durant les 216 heures pour les trois températures de vieillissement 95°C, 108°C, 140°C.

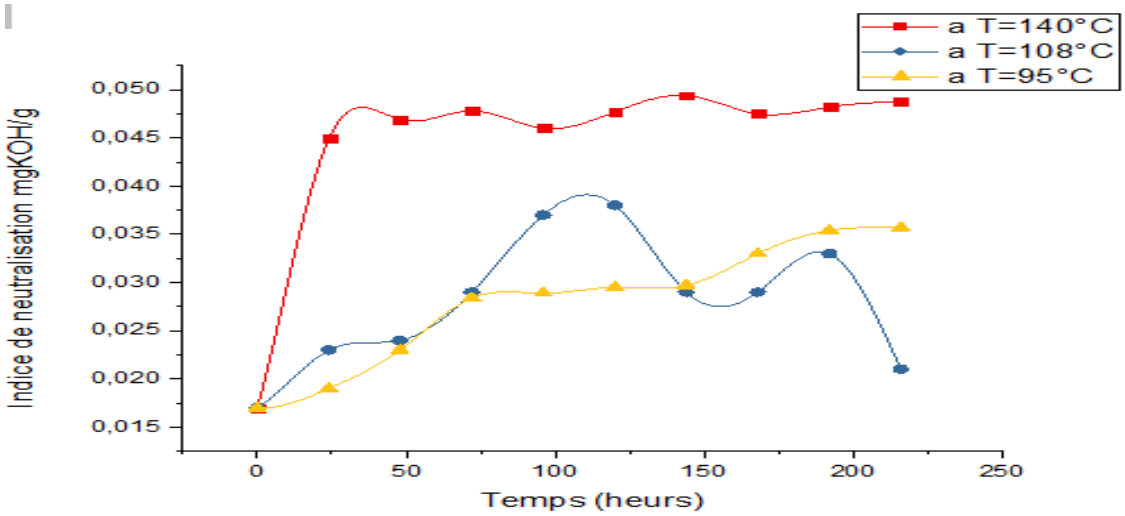


Figure IV.2 : Variation de l'indice de l'acidité en fonction de temps et sous Effet des températures 95°C, 108°C et 120°C.

Durant le processus de vieillissement, nous avons enregistré que l'indice d'acide total augmente sensiblement pour les trois températures de vieillissement. Ceci est principalement due à l'oxydation des huiles accélérée et catalysée par la présence d'ion de cuivre. Ce type de vieillissement permet à l'huile isolante de créer diverses molécules polaires entre autres les acides organiques. L'indice d'acide total d'huile a augmenté beaucoup, la qualité d'huile change au fur et à mesure que sa composition change. Ceci est le résultat d'un processus chimique

complexe qui se produit pendant les contraintes thermiques exercées sur l'huile**[40].** Les réactions chimiques aléatoires décomposent l'huile en cassant les liaisons d'hydrocarbures, avec la formation conséquente par défaut des molécules colloïdales**[41].** L'augmentation de l'indice d'acidité est plus importante pour la température de vieillissement la plus élevée.

IV.2.2. Variation de l'indice de couleur :

Nous présentons dans la figure (3) les variations de l'indice de couleur en fonction du temps pour les trois températures de vieillissement 120°C, 140°C, 160°C :

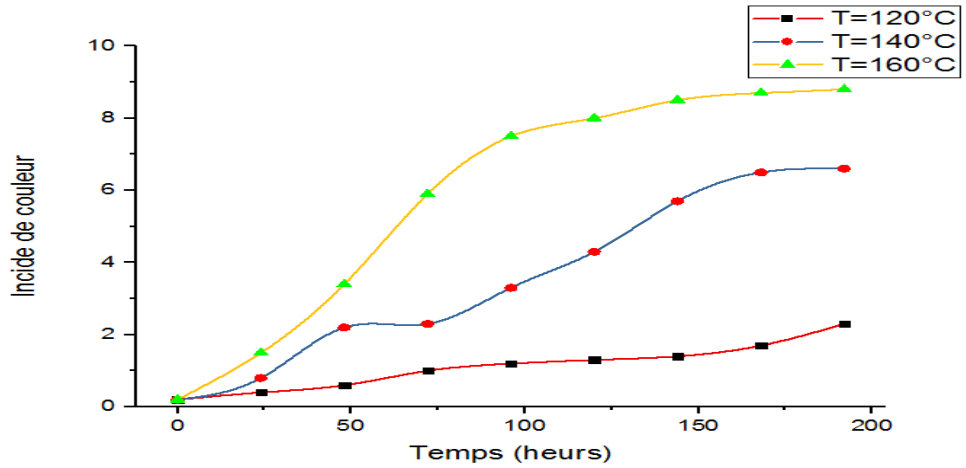


Figure IV.3 : Variation de l'indice de couleur en fonction de temps et sous effet des températures 120, 140,160°C.

La valeur de l'indice de couleur varie de (<0,5) à presque de (>8) pour la température la plus élevée. L'augmentation de la couleur peut indiquer une dégradation ou une contamination de fluide, l'indice de couleur dans la température 120°C réalise une dégradation et très faible (<2), mais dans les deux températures 140°C et 160°C la couleur de l'huile est très foncée car la dégradation est très importante.

IV.2.3. Variation de facteur de dissipation (tanδ) :

Nous présentons dans la figure (4) les variations du facteur de dissipation en fonction du temps pour les trois températures 120°C 140°C 160°C.

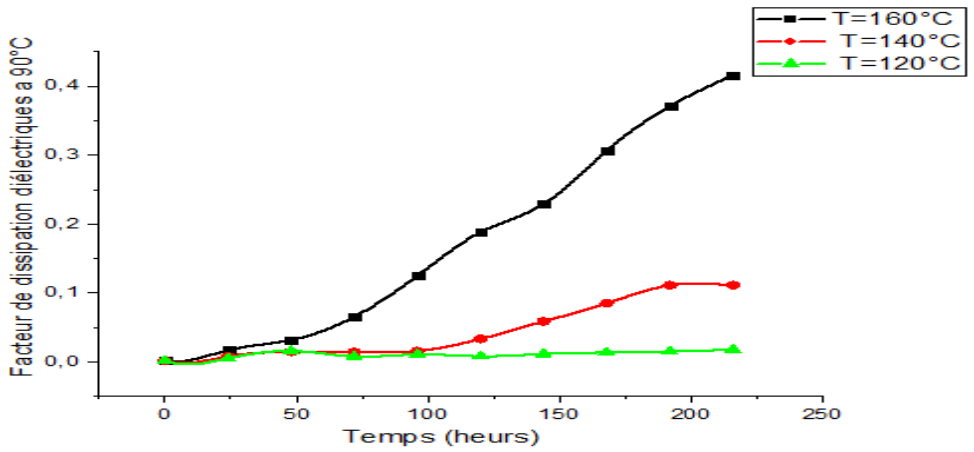


Figure IV.4 : Variation de facteur de dissipation(Tan δ) en fonction de temps et sous effet des températures 120°C, 140°C et 160°C.

La Figure (4) montre les résultats du facteur de dissipation (tan δ) de l'huile neuve sous l'effet d'un vieillissement thermique. Le facteur de dissipation tan δ d'huile augmente progressivement avec le temps. L'augmentation est importante pour la température de vieillissement de 160°C, et atteint la valeur de 0,4 après 216 heures de vieillissement. L'oxygène et le cuivre peuvent favoriser la dégradation significative du facteur de dissipation tan δ, qui devient plus grand lorsque le temps de vieillissement est le plus grand.

IV.3. Analyse de chromatographie :

Dans cette partie nous allons présentés les résultats des gaz dissous présents dans l'huile après un vieillissement thermique de 216 heure à trois températures différentes 95°C, 108°C, 140°C.

La figure (5) présente les variations des gaz dissous en fonction du temps à la température de vieillissement de 95°C :

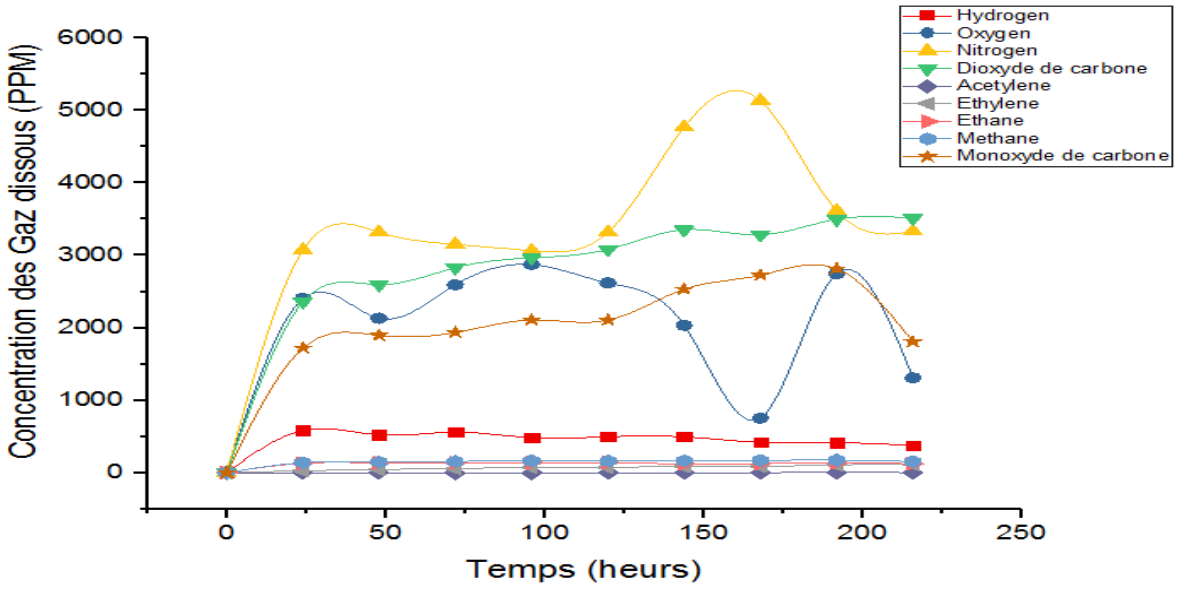


Figure IV.5 : Variations des gaz dissous en fonction du temps et température à 95°C.

Les concentrations des gaz dissous dans la température 95°C varie à 0 ppm à presque 5500 ppm, nous remarquons que la concertation des gaz ; nitrogène, CO_2, CO, oxygène est très important, tandis que la concentration de l'acétylène, l'éthane, l'hydrogène et le méthane) est très faible.

La figure (6) représente les variations des gaz dissous en fonction du temps et température à 108°C :

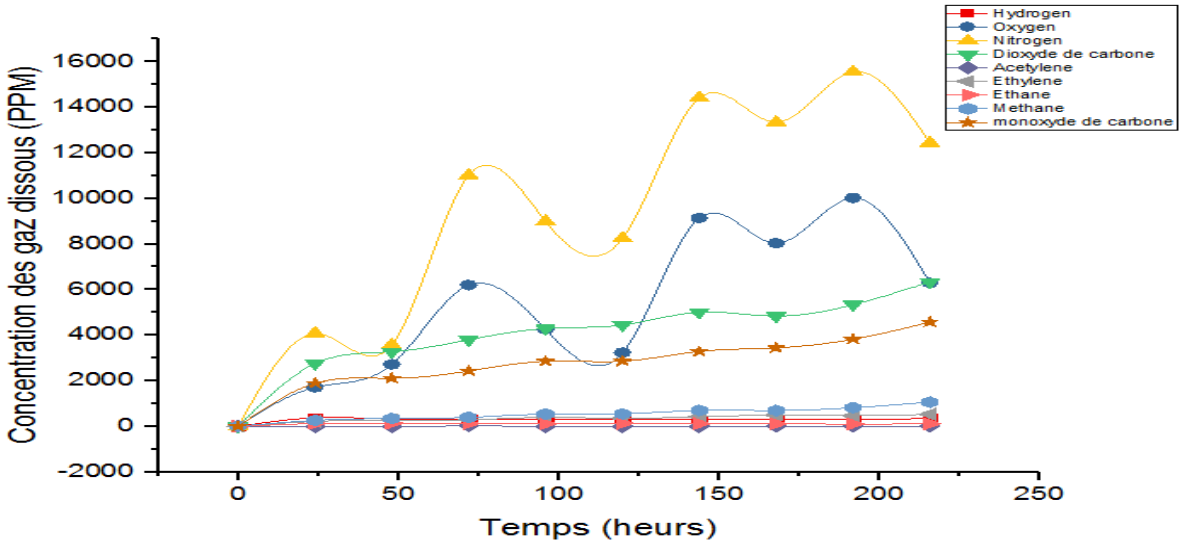


Figure IV.6 : Variations des gaz dissous en fonction du temps et température à 108°C.

Les concentrations des gaz dissous dans la température 108°C varie à 0 ppm et presque de 15000 ppm. Nous remarquons que l'augmentation des gaz (CO_2, oxygène) est très important surtout la quantité de gaz nitrogène très efficace dans l'huile car li ya une augmentation remarquable de la température.

La figure (7) représente les variations des gaz dissous en fonction du temps et température 140°C :

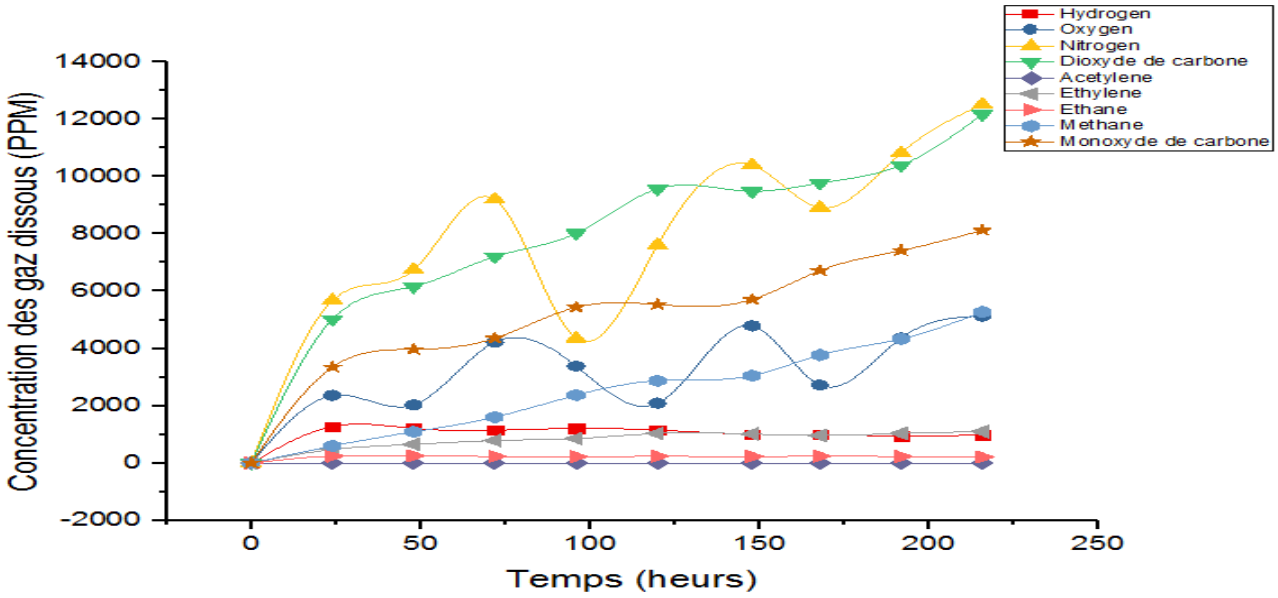


Figure IV.7 : Variations des gaz dissous en fonction du temps et température à 140°C.

Les concentrations des gaz dissous dans la température 140°C varie à 0 ppm et presque de 13000 ppm, les concentrations des gaz (acétylène, éthane, hydrogène) est toujours très faibles, mais la quantité des gaz (nitrogène, CO_2) est en évolution très remarquable en fonction de l'augmentation de la température.

IV.3.1 Concentration de l'Hydrogène à T= 95°C, 108°C, 140°C :

La figure (8) représente la variation des concentrations de l'hydrogène en fonction des temps et des températures de vieillissement (95°C, 108°C, 140°C) :

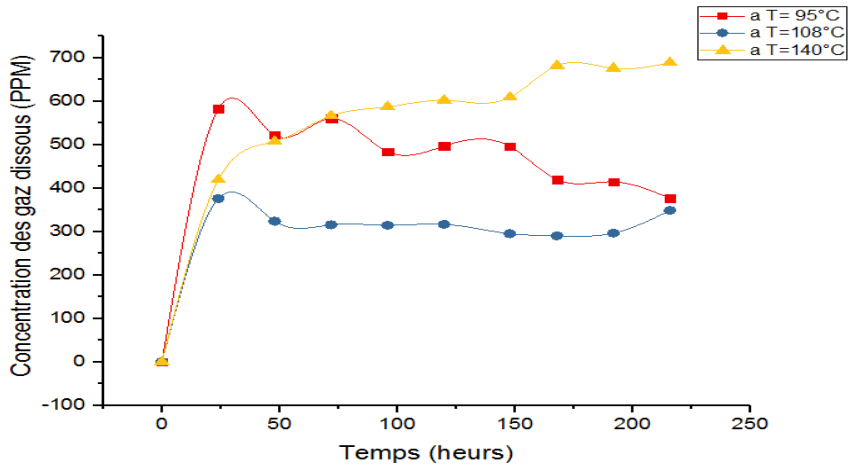


Figure IV.8 : Variation de concentration du L'hydrogène après vieillissement thermique.

Nous remarquons que l'hydrogène est en évolution très important et remarquable pour la température de 140°C, donc l'augmentation de la température de vieillissement provoque plus de gaz dissous dans l'huile.

IV.3.2 Concentration de CO_2 à T= 95°C, 108°C, 140°C :

La figure(9) représente la variation de concentration du CO_2 en fonction du vieillissement à différentes températures (95°C, 108°C, 140°C) :

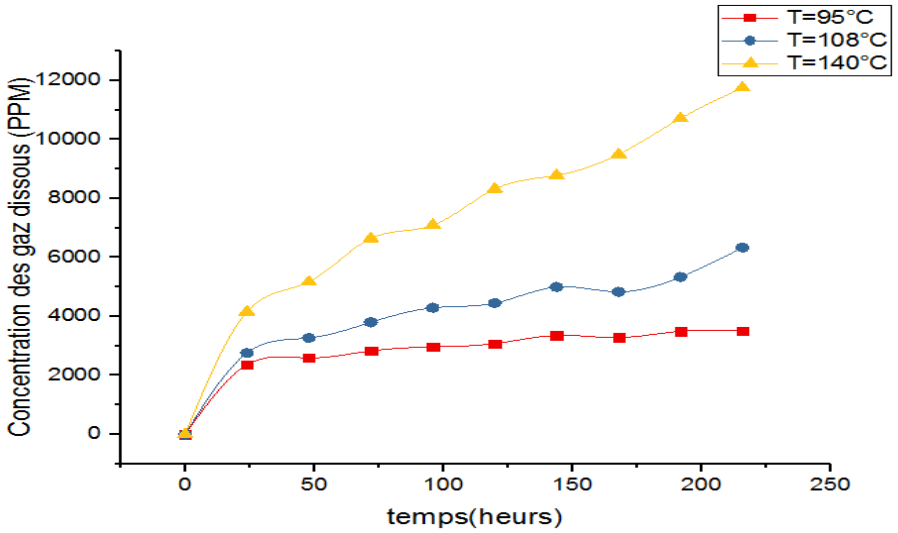


Figure IV.9 : Variation de concentration du CO_2 après vieillissement thermique.

La concertation de gaz CO2 varie à 0 à presque de 10500 ppm, nous remarquons que la concentration de CO_2 pour l'huile vieillie à la température 95°C à est faible. Pour les deux autres températures de 108°C et 140°C, la concentration est grande.

IV.3.3 Concentration de l'Acétylène à T = 95°C, 108°C, 140°C :

La figure (10) représente la variation de concentration de gaz Acétylène en fonction des temps et températures (95°C, 108°C, 140°C) :

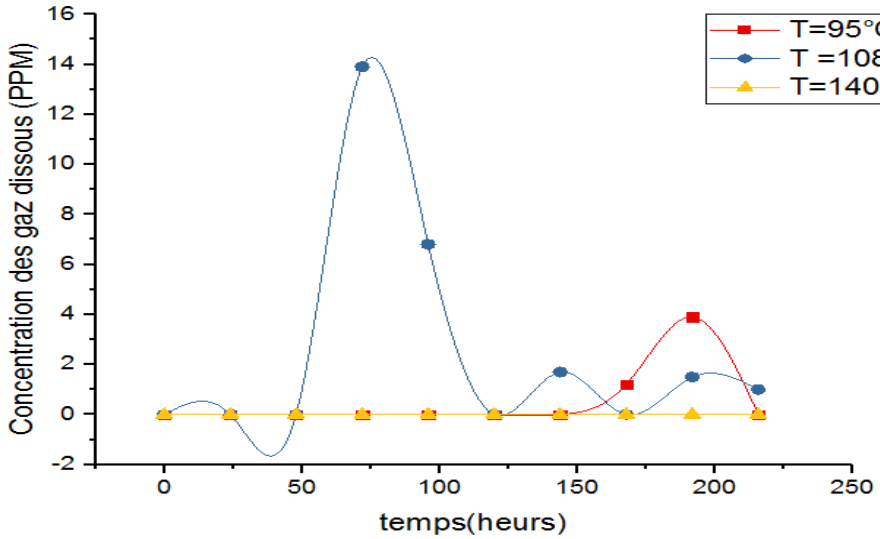


Figure IV.10 : Variation de concentration du l'acétylène après vieillissement thermique.

L'évolution de la concentration de l'acétylène est faible pour les trois températures de vieillissement.

IV.3.4 Concentration de l'Ethylène à T= 95°C, 108°C, 140°C :

Après un vieillissement thermique de 216 heures et de trois différentes températures 95°C, 108°C et 140°C, la concentration de l'Ethylène est présentée à la figure IV.11:

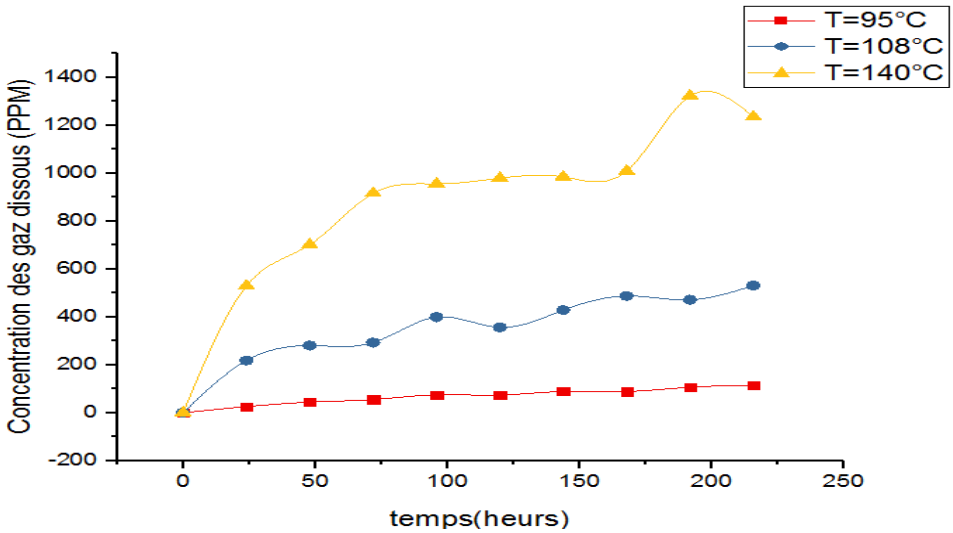


Figure IV.11 : Variation de concentration du l'éthylène après vieillissement thermique.

Nous remarquons que l'Ethylène est en évolution très importante et remarquable pour la température de 140°C, sa concentration varie de 0 à 1400 ppm car le vieillissement thermique à haute température provoque cette quantité de gaz dissoute dans l'huile. Pour les deux températures 95°C et 108°C, la concentration est faible et atteint en fin de vieillissement 400 ppm.

IV.3.5 Concentration de l'Ethane à T= 95°C, 108°C, 140°C :

La figure (12) représente la variation de concentration de l'Ethane après vieillissement pour les températures de 95°C, 108°C, 140°C :

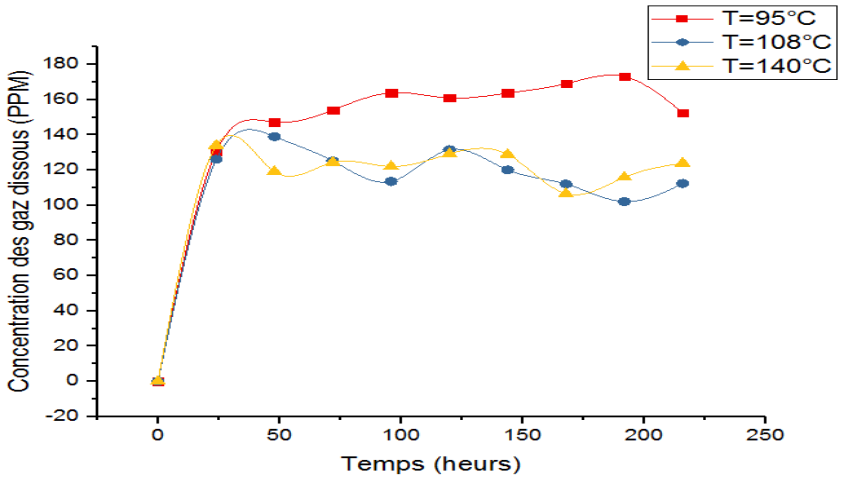


Figure IV.12 : Variation de concentration du L'éthane après vieillissement thermique.

Nous remarquons que la concentration de l'Ethane augmente légèrement après vieillissement pour les trois températures 95°C, 108°C ,140°C. Sa concentration est importante surtout dans la température de 95°C ou elle atteint 170 ppm.

IV.3.6 Concentration du Méthane à T= 95°C, 108°C, 140°C :

Les concentrations du Méthane en fonction du vieillissement à un temps de 216 heures et des températures de 95°C, 108°C et 140°C sont présentées à la figure (13) :

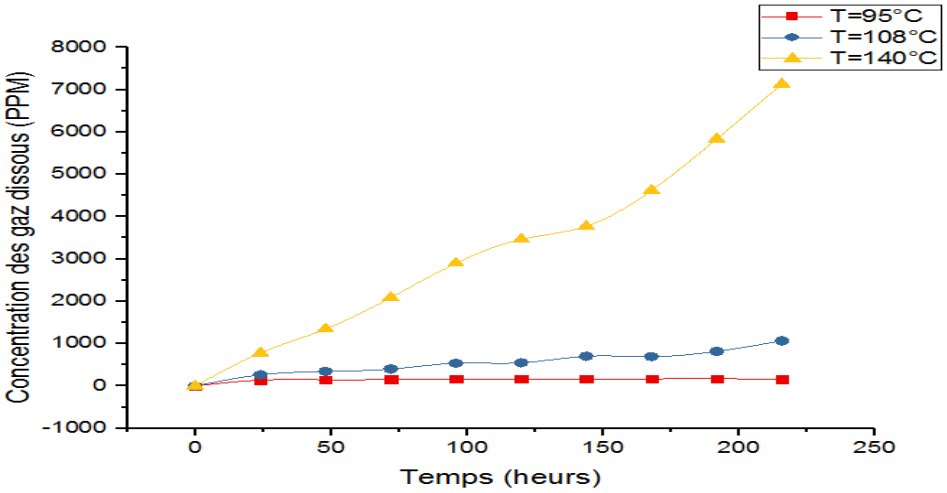


Figure IV.13: Variation de concentration du Méthane après vieillissement thermique.

La concentration du Méthane est grande pour la température la plus élevée de 140°C par rapport aux deux autres températures, elle atteint un taux de 7500 ppm.

IV.3.7 Concentration de CO à T= 95°C, 108°C, 140°C :

La figure (14) représente la variation de concentration de CO après un vieillissement thermique de 216 heures à différentes températures 95°C, 108°C, 140°C :

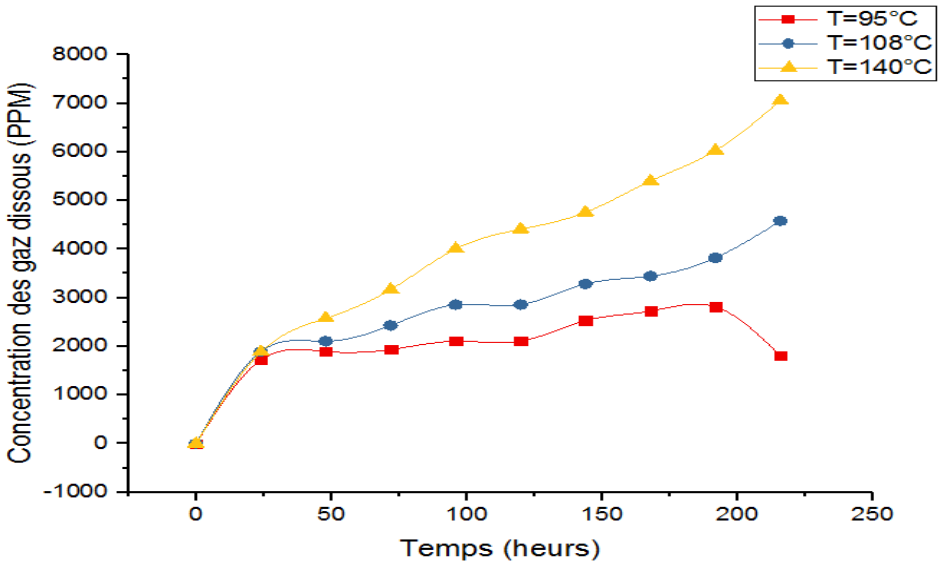


Figure IV.14: Variation de concentration du CO après vieillissement thermique.

La concentration de l'hydrogène augmente avec le vieillissement pour les températures de 95°, 108°C et 140°C. L'augmentation est importante pour la température la plus élevée de 140°C, et atteint un taux de concentration de 7000 ppm.

IV.4. Analyse des gaz dissous par les méthodes d'interprétation :

L'état du transformateur de puissance est évalué par l'analyse de l'huile isolante et au moyen de l'analyse des gaz dissous (AGD) qui est une approche très intéressante pour découvrir les défauts dans les transformateurs dans le but de le protéger contre les dommages catastrophiques qui peuvent se produire. Les méthodes de diagnostic des transformateurs basées sur l'analyse des gaz dissous sont **[42]**:

- Méthode des gaz principaux,
- Méthode des ratios de Roger,
- Méthodes des triangles de Doerenburg
- Méthode CEI
- Méthode de triangle de Duval.

On va choisir dans notre travail la méthode IEC et Duval pour le l'interprétation et la détection du défaut. Le résultat de l'interprétation est utile pour planifier une stratégie de maintenance dans le but de maintenir le transformateur de puissance dans des conditions acceptables. **[42]**

IV.4.1. Méthode CEI :

Cette méthode est issue du ratio de Roger, autre que le rapport C_2H_6/CH_4 a été abandonné car il indique seulement une plage de température de décomposition limitées. Le ratio IEC des codes sont indiqués dans le tableau suivant :

Ratio Code	*Range*	*Code*
C_2H_2/C_2H_4	< 0.1 0.1-1.0 1.0-3.0 >3.0	0 1 1 2
CH_4/H_2	<0.1 0.1-1.0 1.0-3.0 >3.0	1 0 2 2
C_2H_4/C_2H_6	<0.1 0.1-1.0 1.0-3.0 >3.0	0 0 1 2

Tableau IV.1: la méthode IEC de RATIO CODES. **[42]**

Les codes CEI sont utilisés pour détecter la nature du défaut dans l'huile qui a provoqué cette présence de gaz sont présentés dans le tableau IV.2 :

C_2H_2/C_2H_4	CH_4/H_2	C_2H_4/C_2H_6	Diagnostique de défaut
0	0	0	Vieillissement normal
/	1	0	décharge partielle de faible densité d'énergie
1	1	0	décharge partielle de haute densité d'énergie
1-2	0	1-2	Décharge de haute énergie (Étincelles continues)
1	0	2	Décharge ou haute énergie (Arc avec flux de puissance à travers)
0	0	1	Défaut thermique < 150 °C
0	2	0	Défaut thermique 150-300 ° C
0	2	1	Défaut thermique 300-700 ° C
0	2	2	Défaut thermique > 700 ° C

Tableau IV .2: Diagnostique des défauts CEI. **[42]**

IV.4.2. Méthode du triangle de Duval:

Le triangle de Duval implique trois gaz: le méthane (CH_4), éthylène (C_2H_4) et acétylène .la (C_2H_2) on concentration en (ppm) des gaz sont exprimés en pourcentage de la total de CH_4+ C_2H_4+ C_2H_2et tracé comme un point coordonné de %,CH_4, % C_2H_4, % C_2H_2 ,le triangle de Duval représenté dans la figure (15) montre les zones de défaut individuel telles que les décharges partielles, les défauts thermiques et les décharges électriques.

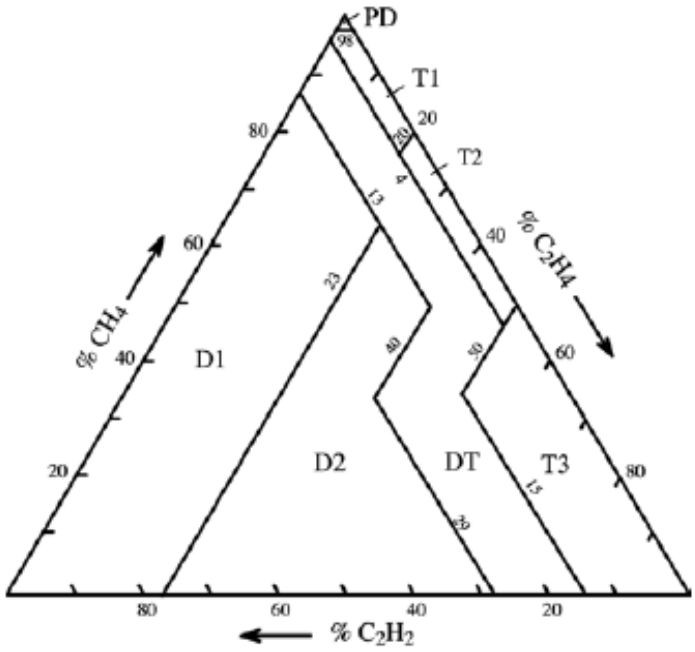


Figure IV.15 : Zones des coordonnées et des défauts du triangle de Duval. **[43]**

Code des défauts:

- PD: décharge partielle.
- T1: Défaut thermique dans la plage inférieure (inférieure à 300 ° C).
- T2: Défaut thermique moyenne portée (300-700ºC).
- T3: Défaut thermique haut de gamme (supérieur à 700 ° C).
- D1: Décharge électrique basse énergie (étincelles).
- D2: décharge électrique à haute énergie (arc électrique).
- DT: mélange de défaut thermique et électrique.

IV.5. Interprétation de la présence des gaz après vieillissement de l'huile :

IV.5.1. Méthode IEC :

On utilise la méthode CEI pour le diagnostique des défauts dans l'huile sur la base des concentrations des gaz dissous pour les trois températures de vieillissement de 95°C, 108°C et 140°C. Les trois les ratios $C_2H_2/\ C_2H_4$, $CH_4/\ H_2$ et $C_2H_4/\ C_2H_6$ sont pris en compte. Les résultats de ces ratios tels qu'ils figurent dans le tableau IV.3 montrent que transformateur de puissance peut être confronté à un problème de défaut thermique à cause du chauffage de l'huile à ces températures de vieillissement.

Température	C_2H_2/C_2H_4	CH_4/H_2	C_2H_4/C_2H_6	Diagnostique de défaut
95°C	4/100=0,04 ; le code est **0**	0/600=0 ; le code est **1**	100/150=0,5 ; le code est **0**	/
108°C	14/500=0,04 ; le code est **0**	1000/350=2,8 ; le code est **2**	500/140=3,5 ; le code est **2**	Défaut thermique >700
140°C	0/1300=0,1 ; le code est **0**	7000/700=10 ; le code est **2**	1300/140=9,2 ; le code est **2**	Défaut thermique >700

Tableau IV.3: Les résultats de Diagnostique des défauts CEI.

IV.5.2. Méthode du triangle de Duval :

La méthode du triangle de Duval utilise les trois gaz : (CH_4) , (C_2H_4) et (C_2H_2) , Les coordonnées du triangle de la figure IV.15 correspondant aux résultats d'analyse des gaz dissous en ppm, peuvent être calculées comme suit:

% C_2H_2=100x/(x+y+z), % = 100y/(x+y+z), et % CH_4 =100z/(x+y+z); si x=C_2H_2 , y=C_2H_4 , z=CH_4 .

Le tableau suivant représente les trois gaz ratios de la méthode du triangle de Duval triangle en fonction des températures (95°C, 108°C ,140°C.) :

Les codes des défauts	95°C	108°C	140°C
PD	/	/	/
D1	0%(CH_4)	66%(C_2H_4)	84%(CH_4)
D2	/	/	/
T1	/	/	16%(C_2H_4)
T2	/	33%(C_2H_4)	/
T3	4%(C_2H_2); 96%(C_2H_4)	0.9%(C_2H_2)	0%(C_2H_2)
DT	96%(C_2H_4)	/	/

Tableau IV.4 : Les trois gaz ratios de la méthode Duval triangle en fonction des températures (95°C, 108°C ,140°C.).

La figure(16) représente les résultats des défauts du triangle de Duval des trois gaz dans les Zones des coordonnées :

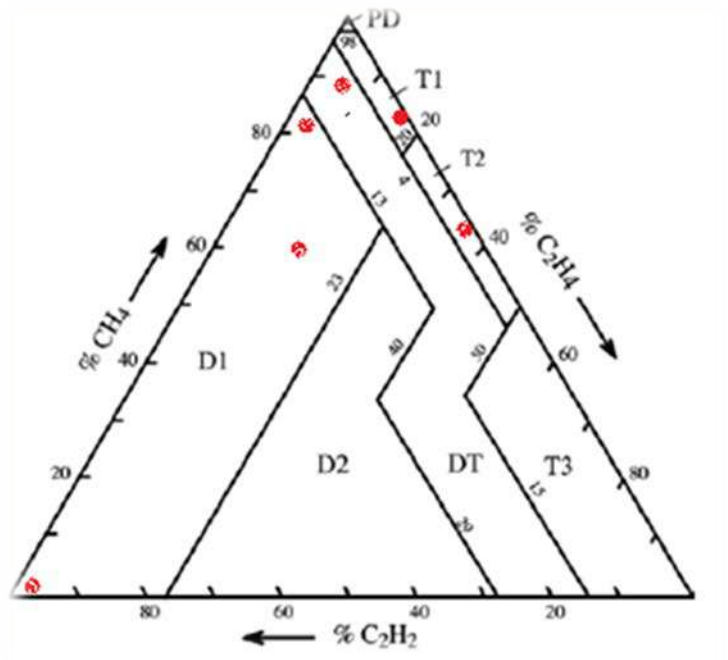


Figure IV.16 : Les résultats des défauts du triangle de Duval des trois gaz dans les Zones des coordonnées.

Nous avons remarquons dans ces résultats de diagnostique :

- **Pour T1**: il ya un seule défaut thermique dans la plage inférieure (inférieure à 300 ° C) à la température de 140°C.
- **Pour T2**: il ya un seule défaut thermique moyenne portée (300-700ºC) à la température de 108°C.
- **Pour T3**: il ya trois défaut thermique haut de gamme (supérieur à 700 ° C) à des déférents températures 95°C ,108°C et 140°C.
- **Pour D1**: il ya trois décharge électrique basse énergie (étincelles) à des déférents températures 95°C ,108°C et 140°C.
- **Pour DT**: il ya un seule mélange de défaut thermique et électrique à la température de 95°C.

IV.6.Conclusion :

Dans ce chapitre, nous avons vu que le vieillissement thermique des huiles de transformateur à un effet très important sur les caractéristiques électriques et physico-chimiques de l'huile. Cette influence est importante d'autant que la température de vieillissement est grande. On a aussi remarqué que le vieillissement de l'huile provoque la présence des gaz dissous dans l'huile, dont les concentrations varient selon le temps et la température de vieillissement. Les techniques d'interprétation peuvent nous indiquer la nature des défauts sur la base des concentrations.

Conclusion générale

Le but de ce travail était de détecter les gaz dissous dans l'huile des transformateurs après un vieillissement thermique de 216 heure à trois températures différentes (95°C,108°C,140°C) .

Le vieillissement thermique est effectué ce faire du laboratoire de l'huile de la société MEI et les caractéristiques telles que l'indice de couleur, la teneur en eau, le facteur de dissipation (tg δ), et l'indice d'acidité ont été mesure duvent le vieillissement .

L'ensemble des expériences réalisées ont conduit à mettre en évidence la dégradation des propriétés physico-chimiques de l'huile soumise à la contrainte thermique à un temps de vieillissement de 216 heures. Ceci est traduit par l'augmentation de l'indice d'acidité et de la teneur en eau et l'indice de couleur et facteur de dissipation.

- Pour les températures de vieillissement de 95°C et 108°C, la dégradation est légère,

et les valeurs des propriétés physico-chimiques telles ne dépassent pas les valeurs limites correspondant aux huiles de transformateur.

- L'effet du temps de vieillissement à ces deux températures n'est pas trop important.
- Pour les températures de vieillissement 140°C, la dégradation est importante et rapide et atteint des valeurs critiques à un temps inférieur à 216 heures.

Ces résultats est confirmé par l'analyse de chromatographie, les gaz dissous libéré que nous avons détecte sont (hydrogène, oxygène, nitrogène, Co_2, acétylène, éthylène, éthane, méthane et le Co).

- Pour les températures 95°C et 108°C la quantité des gaz dans l'huile est faible et n'est pas important, mais, pour la température 140°C la quantité des gaz dans l'huile est grand et remarquable.

En perspective de ce travail, pour mieux représentes le vieillissement thermique, il est préférable d'éviter l'utilisation des vials qui résistant à la température.une étude de l'huile régénérer et de l'effet de sont vieillissement sur le présence de gaz est nécessaire.

[1] P. Christophe, «Etude des Huiles et des Mélanges à Base d'huiles Minérale pour Transformateurs de Puissance –Recherche d'un Mélange Optimal », Thèse de doctorat, École Centrale de Lyon, 2005.

[2] F. Hafsaoui, « Régénération des Huiles Diélectriques Usagées des Transformateurs par Bentonite Traitée (Tonsil®) », Mémoire de master, Université Djilali Bounaamaa Khmis Miliana, 2017.

[4] M. J. Heathcote, A PRACTICAL TECHNOLOGY OF THE POWER TRANSFORMER, Thirteenth ed. Great Britain: Elsevier Ltd., 2007.

[5] Janvier-Sylvestre N' Cho. Développement de nouvelles méthodes de diagnostic et de Régénération des huiles pour transformateurs de puissance. Engineering Sciences. École Centrale de Lyon, 2011. France,p09.151.

[6] Amidou Betie, Contribution à l‟amélioration de l‟interprétation des techniques diagnostics Des transformateurs de puissance par spectroscopie diélectrique, Université de Québec Chicoutimi 2012, Canada.

[7] Alain Schenk, «Surveillance continue des transformateurs de puissance par réseaux deneurones auto-organisés », École polytechnique fédérale de Lausanne ,Suisse 2001

[8] Koutoua Simon KASSI « Étude de l'isolation hybride en vue de son application dans les transformateurs de puissance » 2013 volume 37 .181

[9] N. BERGER. Liquides isolants en electrotechnique. *Techniques de l'ingénieur_ D2470*.20

Pages

[10]Christophe Perrier. Etude des huiles et des mélanges à base d'huile minérale pour transformateurs de puissance – Recherche d'une mélange optimal. Autre. Ecole Centrale de Lyon, 2005. Français. <tel-00141418> volume 91/94.233 P

[11] Norme CEI 61203 (Ed 1) «esters organique de syntése a usages électrique- guide de maintenance des esters pour les transformateurs dans les matreils » décembre 1992 µ

[12] transformer oil handbook copyright Nynas Naphtenics AB sweden 2004

[13] G.R .DIMELER, J.W. MILLS, J.J. MELCHIOR. «the scope of the hydrogénation as a refining tool for manufacture of tranformer oils» IEEE Trans, Elect, Insul, El-4 , n°1 Mars 1969, pp 7-12

[14]Norme IEC 60296 «fluides pour les applications électrotechniques –huiles minérales neuves pour transformateurs et appareillages de connexion». 2012-02

[15] A .MECHOUEK «information sur les huiles isolantes» Ecole technique de blida

[16] Janvier Sylvestre N'CHO «développement de nouvelles méthodes de diagnostic de régénération des huiles pour transformateur de puissance »l'école doctorante électrique, électrotechnique, automatique de Lyon, pp 12 -151

[17]Norme CEI 60247 ; « Liquides isolants – Mesure de la permittivité relative, du facteur de

Dissipation diélectrique (tan δ) et de la résistivité en courant continu», Avril 2004.

[18] T.O. Rouse ; « Mineral insulating oil in transformers », IEEE Electrical Insulating Magazine, Vol. 14, n°3, pp. 6-16, May/June 1998.

[19] M.R. Meshkatoddini ; « A practical method for lifetime estimation of the used mineral oils », IEEE Proceedings of International Conference on Dielectric Liquids (ICDL), pp. 305-308, Graz (Austria), 7-12 July 2002.

[20] T.K.Saha and P. Purkait ; « Investigations of temperature effects on the dielectric response Measurement of transformer oïl-paper insulation system », IEEE Transactions on Power Delivery, Vol. 23, n°1, pp. 252-260, January 2008.

[21] S. Abdi, A. Boubakeur and A. Haddad ; « Influence of thermal ageing on transformer oïl properties », IEEE Proceedings of International Conference on Dielectric Liquids (ICDL), pp. 409-412, Poitiers (France), 30 June-04 July 2008.

[22] I. Fofana, V. Wasserberg, H. Borsi and E. Gokenbakh ; « Challenge of mixed insulating liquids for use in high-voltage transformers. Part 1: Investigation of mixed liquids » IEEE Electrical Insulating Magazine, Vol. 18, n°3, pp. 18-31, May/June 2002.

[23] B. Richardson, **"**Transformer Life Management, Bushings and Tap Changers**"**. Colloquium on Transformer Life Management, pages 8/1-8/4- October 1998.

[24] 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.

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

[26] G. Breen, on the behalf of Study Committee 12, **"**Essential requirements to maintain transformers in service**"**, paper 12-103, *CIGRE session*, Aug. 30–Sept 5, 1992.

[27] 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.

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

[29] 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

[30] https://www.lachimie.fr/analytique/chromatographie/

[31] https://www.lachimie.fr/analytique/chromatographie/HPLC/HPLC.php

[32] https ://www.lachimie.fr/analytique/chromatographie/CCM/ccm.php

[33] http://culturesciences.chimie.ens.fr/la-chromatographie-en-phase-gazeuse-principe-et-exemples-dapplications-12

[34] https://www.futura-sciences.com/sante/definitions/biologie-chromatographie-phase-gazeuse-11186/

|**35] norme ASTM D1500** : Équivalent à NFT 60 – 104 et NFT ISO 2049 produits pétroliers « détermination de la couleur ».

[35] La Norme CEI 60814 ,. « Détermination de la teneur en eau ».

[37] norme CEI 247 : « Mesure du facteur de dissipation ».

[38] norme CEI 296 : « Mesure du Indice d'acidité pour les huiles neuve ».

[39] norme CEI 422 « Mesure du Indice d'acidité pour les huiles en service ».

[40]:R. Sanghi, "Chemistry behind the life of a transformer," *Resonance*, vol. 8, pp. 17-23, 2003.

[41]:S. K. Singh, A. K. Agarwal, D. K. Srivastava, and M. Sharma, "Experimental investigation of the effect of exhaust gas recirculation on lubricating oil degradation and wear of a compression ignition engine," *Journal of engineering for gas turbines and power*, vol. 128, pp. 921-927, 2006.

[43] : J .Haema, R . Phadungthin (Department of Electrical Engineering Technology), College of Industrial Technology-King Mongkut's University of Technology North Bangkok Bangkok, THAILAND

[44] : M. Duval, J Dukarm, "Improving the reliability of transformer gas-in-oil analysis" IEEE Electrical Insulation Magazine,Vol.21, No.4, p21, 2005.