



الجمهورية الجزائرية الديمقراطية الشعبية
REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
وزارة التعليم العالي والبحث العلمي
Ministère de L'enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
جامعة أمحمد بوقرة ببومرداس
Université M'Hamed Bougara de Boumerdès
كلية المحروقات والكيمياء
Faculté des Hydrocarbures et de la Chimie



Département Génie des Procédés Chimiques et Pharmaceutiques

Mémoire de fin d'études en vue d'obtention du diplôme de Master

Spécialité : Génie des Procédés

Option : Hygiène Sécurité et Environnement

Thème

**Régénération d'une huile usagée diélectrique issue
des transformateurs de puissances à
l'Unité Opérationnelle SKMK UTH Blida**

Présenté par :

- Keramane khadidja

Encadrée par :

- Dr Mahdi Karima

Année Universitaire 2021/2022

Dédicace

Chaleureusement, je dédie ce modeste travail :

A la mémoire de mon père,

A la lumière de ma vie, ma chère maman, Source inépuisable de tendresse, de patience et de sacrifice et d'amour.

Mes très chère enfants Farah et Rouf ; que Dieu, le tout puissant, vous protège et vous garde.

MES CHERS ET ADORABLES FRERES

Mahdi et Réda, je vous souhaite une vie pleine de bonheur et de Succès ainsi que

Ma belle sœur Sabrina et mes deux petit neveux Nazim et Racim ;

Au plus gentil oncle du monde Malek Keramane et à ma très chère et douce tante Halima Méchakra, Je vous serais toujours très reconnaissante, et je ne vous remercierai jamais assez pour votre amabilité, votre générosité, et aide précieuse.

Ainsi que ma très chère amie et sœur Yamina. Y, Pour l'intérêt manifesté à l'égard de ce travail, et pour l'honneur qu'il me fait

Mes amies : souhila ; Samira Zemiri, Nawel Hamdi Monsour.

A tout mes collègues du département génie des procédés chimique et pharmaceutique en particulier madame Talamali Amaria et Amir Lynda

A tous mes collègues de la promotion MHSE 17 en particulier mon chère ami et binôme Oussama allouache ; mes chères amis Nora ; farés et Hocine.

Un dédicace particulier pour mes très chères amis : S.kamal ; B.karim et O.mohamed ; B.Boubekeur, pour leurs soutien morale et encouragements, et conseils précieux, merci d'être toujours a mes coté dans les moments difficile

A tous ceux qui m'aiment et qui me sont chers

Remerciement

En premier lieu, Je voudrais remercier particulièrement Monsieur HAMADA Boudjema professeur à l'université M'hamed Bougara de Boumerdés, pour ses multiples conseils, directives et Ses mots d'encouragement pour la réalisation de ce travail. Enfin, je tiens à témoigner mon extrême sensibilité à ses qualités humaines d'écoute et de compréhension et de patience tout au long des années de travail avec lui et pour la confiance qu'il m'a accordée.

Je tiens à remercier ma directrice de thèse, Madame, Karima mahdi. Qui s'est toujours montré patient, à l'écoute et aussi pour l'inspiration tout au long de la réalisation de ce travail.

Je tiens à témoigner ma reconnaissance et exprimer mes meilleurs sentiments de gratitude et de reconnaissance pour mes deux enseignantes à Madame Benrahou Fatima et madame Younssi Feroudja, pour leurs encouragements et soutien tout au long de la formation HSE et dans les moments les plus difficiles.

J'adresse mes plus vifs remerciements à toute l'équipe du département de génie des procédés chimique et pharmaceutique : collèges et enseignants.

Je tiens à témoigner ma reconnaissance et exprimer mes meilleurs sentiments de gratitude pour les précieuses recommandations et orientations scientifique de Monsieur Kedour .O. Professeur à l'université M'hamed Bougara de Boumerdés.

Je voudrais remercier en particulier Madame Haderbache Latifa. Avec qui j'ai eu des échanges fructueux sur certains aspects de mon travail. Les précieuses heures de travail qu'elle m'a fait assister, pour argumenter la partie rédactionnelle du mémoire et qui m'ont permis d'améliorer mes connaissances sur la méthodologie et l'organisation de travail.

Je souhaite aussi exprimer mes sincères remerciements à tout le personnel de l'Unité SKMK UTH Blida (SONALGAZ) pour l'intérêt dont ils ont fait preuve envers mon travail les moyens qu'ils ont mis en œuvre pour me donner accès au terrain ainsi que pour leurs accueils enthousiaste à chaque fois que je l'ai rencontré. Madame oumert leila le chef d'unité de traitement des huiles a Blida. et un grand remerciement particulier pour l'équipe du laboratoire : madame rehaldalal, monsieur benali halim ; et madame sidi yahia samira ; pour le sérieux, l'organisation et la qualité de l'avancement du travail.

À TOUTES LES PERSONNES QUI ONT PARTICIPÉ AL'ÉLABORATION DE CE TRAVAIL À TOUS CEUX QUE J'AI OMIS DE CITER

Résumé

Les huiles minérales usagées sont classées comme des déchets d'activités économiques et dangereux. Elles sont très polluantes pour les milieux où elles pourraient être déversées. La dégradation d'huile isolante des transformateurs de grandes puissances a un impact d'incident financier très important pour les exploitants des réseaux d'énergies électriques. La prévention des pannes et l'optimisation des performances de ces équipements se basent sur de nombreux procédés, méthodes de traitement et de régénération. Ces derniers ont été développés pour prolonger la durée de vie de fonctionnement de l'huile isolante dans l'équipement.

Notre travail a été basé sur le procédé de la régénération de l'huile usagée du transformateur de puissances à l'**Unité Opérationnelle SKMK UTH Blida**, qui nous a permis via le procédé d'adsorption de restaurer les propriétés de l'huile, afin d'obtenir un produit présentant quasiment les mêmes propriétés qu'une huile minérale neuve.

Table des matières

Résumé

INTRODUCTION GÉNÉRALE	2
-----------------------------	---

Chapitre I : Les transformateurs de puissance et les huiles diélectriques

I.1. Introduction	5
I.2 Classification des transformateurs de puissance	7
I.2.1 Transformateurs de distribution	7
I.2.2 Transformateurs de moyenne puissance.....	7
I.2.3 Transformateurs de grande puissance	8
I.3 Constitution des transformateurs de puissance	8
I.4 Normes sur les transformateurs	9
I. 5 Le système d'isolation dans les transformateurs de puissance	10
I.5.1 Huiles minérales isolantes	11
I.5.2 Huiles synthétiques.....	13
I.5.3 Les huiles végétales ou esters naturels	14
I.6. Les huiles isolantes assurent plusieurs fonctions	15
I.7. Propriétés des liquides isolants	16
I.7.1. Propriétés électriques de l'huile.....	16
I.7.1.1 Permittivité ou la constante diélectrique	17
I.7.1.2 Conductivité et Résistivité.....	17
I.7.1.3 Facteur de dissipation diélectrique ($\tan \delta$)	18
I.7.1.4 Rigidité diélectrique et Tension de claquage	18
I.7.2. Propriétés physiques de l'huile	19
I.7.2.1 Couleur et aspect	19
I.7.2.2 Viscosité	19
I.7.2.3 Point d'écoulement.....	20
I.7.2.4 Le point de congélation	20
I.7.2.5 La capacité thermique.....	20
I.7.2.6 La conductivité thermique.....	21
I.7.2.7 La masse volumique et le coefficient de dilatation volumique	21
I.7.3. Propriétés Chimiques	21
I.7.3.1 Acidité	21
I.7.3.2 Teneur en eau	22
I.7.3.3 Teneur en soufre	22
I.7.3.4 La stabilité à l'oxydation	22
I.7.3.5 Gassing	23
I.7.3.6 Teneur en particules	23
I.7.4. Les propriétés au feu	23
I.7.4.1 Le point de feu.....	24
I.7.4.2 Le point d'éclair	24
I.8. Impact sur l'environnement.....	25
I.9. Vieillessement et dégradation des huiles minérales	25
I.9.1 Les causes de vieillessement des huiles isolantes	25
I.9.2 Dégradation de l'huile minérale.....	26
I.9.3 Mécanisme de l'oxydation.....	26

Conclusion.....	28
------------------------	-----------

Chapitre II: Adsorption

II. Définition	30
II.1. Les type d'adsorption	30
II.1.1 Adsorption physique	30
II.1.2 Adsorption chimique.....	31
II.2 Mécanismes d'adsorption	31
II.2.1 Adsorption par liaison ionique ou échange d'ions.....	32
II.2.2 Adsorption par liaison hydrogène (oxygénées, hydroxyles...)	32
II.2.3 Adsorption par les forces de Van der Waals.....	32
II.2.4 Rétention hydrophobe	32
II.3. Paramètres affectant l'adsorption	32
II.3.1 Caractéristiques de la molécule.....	33
II.3.2 Structure de l'adsorbant	34
II.4. Cinétique d'adsorption	35
II.5 Grands types d'adsorbants	36
II.5.1 Principaux adsorbants	36

Chapitre III: Le processus de régénération des huiles usagées

III.1 Collecte et transport	46
III.2 La collecte en Algérie	47
III.3 Le transport des huiles stockées	48
III.4 Gestion des huiles usagées	48
III.5 définition de la régénération.....	49
III.5.1 Technique de régénération.....	50
III.6 Procédés de régénération	51
III.7 Traitement de finition	53
III.8 Description du processus de régénération d'huile à l'unité SKMK UTH de Blida	55
III.8.1 Processus de régénération d'huile à l'unité SKMK UTH de Blida	56
III.8.2 Etape réception huiles usagées	56
III.8.3 Mode de processus de régénération de l'huile usagée mis en œuvre par l'unité SKMK UTH	57
III.8.4 Schéma d'organisation de traitement et régénération des huiles	58
III.8.5 Subdivision des procédés de traitement et régénération d'huile	59
III.9 Diagnostic des opérations élémentaires de régénération d'huile usagée	60
III.10 Sous-produits	62
III.11 Déchets solides et liquides	62
III.12 Nécessité de la Gestion des déchets	62
III.14. Conclusion.....	63

Chapitre IV: Matériels et méthodes

IV. Présentation de l'établissement.....	69
IV.1 Présentation	70
IV.2 Organisation.....	71
IV.3. Diagnostique général	72
IV.4. Régénération d'huile isolante usagée par la méthode d'adsorption sur charbon actif et sur bentonite	73

IV.5. Description du matériel.....	74
IV.5.1 Aspect et couleur	74
IV.5.2 Indice d'acidité (nombre de neutralisation).....	75
IV.5.3 La teneur en eau.....	76
IV.5.4 Appareillage de mesure de la densité	77
IV.5.5 Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier FTIR.....	78
IV.5.6 Analyse BET (Brunauer, Emmett et Teller) pour déterminer la Structure poreuse et surface spécifique	78
IV.6 Adsorption en système batch	79
IV.6.1 Système de filtration utilisé	80
IV.7 étude de la variation de la dose de la bentonite(BA)	80
IV.8 étude de la variation de la dose du charbon actif(CHA)	81
IV.9. Étude du mélange entre les deux adsorbants bentonite et charbon actif (BA+CHA).....	82
IV.10. Étude du mélange optimum entre les deux adsorbants (bentonite 30% +charbon actif 30 %) avec variation de température.....	83
IV.11. Conclusion	84

CHAPITRE V: RESULTATS ET DISCUSSION

V.1. Spectroscopie FTIR DES HUILES	86
V.2 Analyses effectuer sur les adsorbons.....	88
V.2.1 Caractéristiques physiques et chimiques	88
V.2.2 Analyses BET pour les adsorbons	89
V.3 L'huile usagée	92
V.3.1 Échantillons d'huile usagée (tableau 12)	92
V.3.2 Régénération	93
V.4 Effet de la variation de la concentration de la bentonite sur la régénération de l'huile usagée.....	93
V.5 Effet de la variation de la concentration du charbon actif sur la régénération de l'huile usagée	94
V.6 Effet de la variation de la concentration du mélange bentonite charbon actif sur la régénération de l'huile usagée	95
V.7 Influence de la variation de la température sur la régénération de l'huile usagée en utilisant le mélange bentonite 30%+ charbon actif 30%.....	95
Conclusion générale	98

Liste des Figures

Figure I.1 : Réseau électrique	6
Figure I.2 : Les principaux organes qui constituent un transformateur	9
Figure I.3 : Vue intérieure d'un transformateur, type colonne	10
Figure I.4 : Fabrication d'une huile de base minérale issue de l'extraction du pétrole brut ...	10
Figure I.5: Processus de raffinage pour les huiles brutes	11
Figure I.6 : Principaux constituants de l'huile minérale issue du pétrole brut.....	12
Figure I.7: Structure générale d'une huile végétale	14
Figure I.8: Évaluation de l'état de l'huile isolante	28
Figure II.1 : Schéma de l'adsorption physique de polluants par un charbon actif.....	31
Figure II.2: Différentes étapes de transfert d'un soluté lors de son adsorption sur un Matériau microporeux d'après <i>WEBER et SMITH</i> [8]	35
Figure II.3: Structure cristalline (a) graphite (b) charbon actif	38
Figure II.4: Représentation des tétraèdres de silicium et des octaèdres d'aluminium et de Magnésium ainsi que leur agencement en couche	40
Figure II.5: Représentation schématique des minéraux argileux	40
Figure II.6: Représentation de l'espace inter foliaire (distance basale) entre deux feuillets de Montmorillonite	43
Figure III.1: Station de régénération Figure III.2: Citernes Station de régénération	57
Figure III.3: Schéma d'organisation de traitement et régénération des huiles.....	58
Figure III.4 Diagnostic des opérations élémentaires de régénération d'huile	59
Figure III.5: Diagnostic des opérations élémentaires.....	60
Figure III.6: Représentation des consommations des opérations élémentaires.....	61
Figure III.7 : Représentation des résultats et émissions des opérations élémentaires.....	61
Figure IV.1: Schéma d'organisation de l'unité SKMK UTH Blida.....	71
Figure IV.2: Colorimètre.....	74
Figure IV.3 : Acidimètre.....	75
Figure IV.4: Titrimétrie.....	76
Figure IV.5: Appareillage de mesure de la densité	77
Figure IV.6: Adsorption en système batch.....	80
Figure IV.7: L'obtention de l'huile régénérée après filtration.....	80
Figure IV.8: La variation de la concentration de la bentonite :.....	81
Figure IV.9: L'huile après traitement avec la variation de la concentration de la bentonite :...	81
Figure IV.10: La variation de la concentration du charbon actif.....	82
Figure IV.11: L'huile après traitement avec la variation de la concentration du charbon actif : CHA 10% ; CHA 20% ; CHA 25% ; CHA 30%	82
Figure IV.12: La variation de la concentration de la bentonite du charbon actif.....	83
Figure IV.13: L'huile après traitement avec la variation de la concentration la bentonite et du charbon actif :.....	83
Figure IV.14: L'huile après traitement avec la variation de la température : de la T= 22°C ; T =40°C ; T= 60°C ; T= 80°C avec le mélange (BA30%+CHA 30%).....	84
Figure V.1: Le spectre FTIR de L'huile neuve	86
Figure V.2. : Le spectre FTIR de l'huile usagée	86
Figure V.3: Le spectre FTIR l'huile après traitements avec de la bentonite à 30% (BA30%).	86

Figure V.4. : Le spectre FTIR de L'huile après traitements avec du charbon actif à30% (CHA30%)	87
Figure V.5: Le spectre FTIR de l'huile après traitements avec de la bentonite30% et du charbon actif à 30% (BA30%+CH30%)	87
Figure V.6: Les spectres FTIR en superposition de l'huile neuve ; l'huile usagé ; l'huile après traitements avec la bentonite a 30% ; l'huile après traitements avec du charbon actif à 30% ; l'huile après traitements avec (la bentonite à30% +le charbon actif à 30%).	87
Figure V.7: Échantillon d'Huile usagée	92
Figure V.8: Schéma de procédé de régénération d'huile usagée[11].....	93
Figure V.9: Effet du traitement sur la teneur en eau (TE), indice de couleur (IC), indice d'acidité(IA) avec une variation de la concentration de la bentonite.....	93
Figure V.10: Effet du traitement sur la teneur en eau (TE), indice de couleur (IC), indice d'acidité(IA) avec une variation de la concentration du charbon actif.	94
Figure V.11: Effet du traitement sur la teneur en eau (TE), indice de couleur (IC), indice d'acidité(IA) avec une variation de la concentration de la bentonite le charbon actif.....	95
Figure V.12: Effet du traitement sur la teneur en eau (TE), indice de couleur (IC), indice d'acidité(IA) avec la concentration de (bentonite30% + charbon actif30%) avec une variation de la température.	96

Liste des Tableaux

Tableau II.1: Principales caractéristiques du charbon activé	37
Tableau III.1: Procédures de classification des huiles usagées	56
Tableau IV.1: Présentation de l'établissement	70
Tableau IV.2: Diagnostique de La société SKMK (Sharikat Khadamet Mouhaouilat Kahrabaia) filiale du Groupe Sonelgaz.	72
Tableau V.1: Caractérisation par la spectroscopie infrarouge (FTIR) de l'huile neuve et l'huile usagée ainsi que les huiles après traitements par la bentonite à 30% ; puis avec charbon actif à 30% ; et les deux a la fois.....	88
Tableau V.2: Caractéristiques physiques et chimiques de l'échantillon de bentonite activée..	89
Tableau V.3: Caractéristiques physiques et chimiques de l'échantillon de charbon actif.....	89
Tableau V.4: Mesure de la surface spécifique	89
Tableau V.5: Analyses des échantillons prélevés sur les fûts d'huile neuve.....	90
Tableau V.6: Caractéristiques de l'huile usagée d'un transformateur de puissance.....	92
Tableau V.7: Résultats obtenus par la variation de la concentration de la Bentonite	93
Tableau V.8 : Résultats obtenus par la variation de la concentration du charbon actif	94
Tableau V.9 : Effet de la variation de la concentration du mélange "charbon actif+ bentonite" sur la régénération de l'huile usagée.....	95
Tableau V.10 : Résultats obtenus par la variation de la température	96
Tableau V.11: Récapitulatif des Résultats obtenus	97

Liste des abréviations

ASTM : Organisme de Normalisation qui élabore des normes techniques concernant les matériaux

BA : Bentonite

BET : Brunauer, Emmett et Teller (surface spécifique)

BT : Basse tension

BTA : Basse tension aérienne

BTS : Basse tension souterraine

CAG : Charbon actif en grains

CAP : Charbon actif en poudre

CEI : La commission Electrotechnique internationale

CHA : Charbon actif

D : Densité

DBPC : 2,6- ditertio-butyl para – cresol

FTIR : Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier

HT : Haute tension

IA : Indice d'acidité

IC : Indice de couleur

ISO : L'organisation internationale de normalisation

KRAFT : Papier Kraft

KVA : Kilovoltampère

MVA : Mégavoltampère

MT : Moyenne tension

MTA : Moyenne tension aérienne

MTS : Moyenne tension souterraine

NFC : Norme française régleme les installations électriques

NOMEX : Fibre intrinsèquement résistante à la chaleur

PCB : Polychlorobiphényles

SKMK : Sharikat Khadamet Mouhaouilat Kahrabaia

SPA : Société par action

TE : Teneur en eau

THT : La très haute tension

UTH : Unité de traitement des huiles.

ViAHT : Vieillessement de l'Appareillage de Haute Tension

Liste des symboles

<i>Tanδ</i>	Tangente électrique
ϵ_r	la permittivité relative
P	la Résistivité
Cst	centistokes
Λ	La conductivité thermique
W/ (m.K)	watts par mètre-kelvin
K_f	coefficient de transfer
D_f	coefficient de diffusion
D_s	coefficient de diffusion de surface
le mesh (ou US mesh)	une convention américaine de mesure de maille en granulométrie
dB	Decibel

Introduction générale

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Le transformateur de puissance représente une partie très importante de l'investissement dans les réseaux de transport et de distribution de l'énergie électrique à travers le monde. Il est également bien connu que les pannes de transformateurs de puissance ont un impact économique considérable sur le fonctionnement d'un réseau électrique. Par conséquent, il est nécessaire qu'ils fonctionnent dans de bonnes conditions afin d'atteindre les objectifs de maximisation du retour sur investissement et de réduction des coûts totaux liés à l'exploitation du réseau électrique. Pour les puissances élevées, les transformateurs à huile sont préférables à ceux de type sec, car l'huile assure non seulement **la fonction d'isolation**, mais aussi **la fonction de refroidissement**. Les huiles minérales sont les huiles les plus utilisées (90% à 95% de la consommation mondiale) dans les équipements électriques de puissance et plus particulièrement dans les transformateurs de haute tension. même si leurs caractéristiques techniques ont été optimisées au cours du siècle dernier pour répondre à l'évolution des besoins, leur disponibilité dans l'avenir dépendra des ressources pétrolières qui sont des sources non renouvelables.

La plupart des transformateurs à travers le monde approchent leur fin de vie utile. Il est devenu primordial de trouver de nouvelles solutions pour améliorer la conception des transformateurs de puissance, mais surtout d'augmenter leur durée de vie utile.

Les huiles alternatives (esters synthétiques, huiles végétales) sont largement utilisées dans les transformateurs de distribution. Ces huiles, en plus d'être biodégradables, ont des points de feu et d'éclair plus élevés comparés à ceux de l'huile minérale. Ces huiles alternatives sont donc très utiles là où **la sécurité anti-incendie et la protection de l'environnement** qui constituent des critères importants.

Le haut niveau d'inflammabilité et l'impact environnemental élevés des huiles minérales des transformateurs de puissance sont deux facteurs qui ont une influence négative sur les objectifs de maximisation du retour sur investissement et de réduction des coûts totaux liés à l'exploitation du réseau électrique.

L'huile isolante est soumise aux conditions physiques et chimiques imposées par l'environnement, les contraintes qui en résultent peuvent provoquer des dégradations spécifiques ou aggravés le fonctionnement des équipements, et causé à long terme des impacts environnementaux.

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.

Ce présent travail intitulé : «*Régénération d'une huile usagée diélectrique issue des transformateurs de puissances à l'Unité Opérationnelle SKMK UTH Blida*» fait partie des axes de recherche de la chaire institutionnelle sur le Vieillissement de l'Appareillage de Haute Tension (ViAHT) dont le but est de développer et d'étudier de nouvelles techniques permettant de diagnostiquer et d'améliorer l'état de l'isolation liquide des transformateurs de puissance.

La régénération des huiles usagées est nécessaire pour éliminer les sous-produits de la dégradation qui permet de résoudre plusieurs problèmes sur le plan économique et environnemental. Les huiles isolantes régénérées peuvent durer presque indéfiniment par répétition du recyclage.

Au niveau de l'Unité SKMK UTH Blida (SONALGAZ) nous avons procédé au traitement et la régénération de l'huile usagée par la méthode d'adsorption : par la variation des paramètres de deux adsorbants : bentonite et charbon actif, puis une comparaison des huiles neuves aux huiles usagée régénérées.

Cette méthode est adapter pour l'amélioration et la restauration des propriétés de l'huile usagée, qui seront confirmées par les résultats des analyses de : l'indice de couleur, l'indice d'acidité, la teneur en eau, les groupements fonctionnels organiques (la méthode spectrophotométrie infrarouge FTIR) pour les huiles ; puis l'analyse des adsorbants solides sur la surface spécifique ainsi que le volume mésoporeux par la méthode (BET).

La régénération et la réutilisation des huiles usagées permet d'une part, l'économie de l'utilisation de nouvelles quantités d'huiles neuves et d'autre part, de réduire le jet de ces huiles usagées, contenant des sous-produits de dégradation dans la nature.

Ce travail regroupe l'ensemble des travaux qui sont organisés autour de cinq chapitres. :

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

- Dans le deuxième chapitre en a présenté le phénomène d'adsorption, puis les différents adsorbants sur lesquels nous avons travaillé : le charbon actif et la bentonite.

-Le troisième chapitre est présenté sur la régénération des huiles usagées.

- Le quatrième chapitre traite les matériels et méthodes utilisés dans la partie expérimentale de cette étude ; Le procédé expérimental de la régénération réalisé au laboratoire de la station de l'Unité SKMK UTH Blida.

- Le cinquième chapitre repose sur une discussion des résultats obtenus. Notre étude est clôturée par une conclusion générale.

CHAPITRE I

LES TRANSFORMATEURS DE PUISSANCE ET LES

HUILES DIELECTRIQUES

1. INTRODUCTION

Les transformateurs de puissance sont les organes vitaux des réseaux de transport et de distribution de l'énergie électrique, ils assurent la conversion et le maintien du flux de puissance [1]. Les réseaux électriques sont constitués par l'ensemble des appareils destinés à la production, au transport, la distribution et à l'utilisation de l'électricité depuis les centrales Jusqu'à la consommation.

Les transformateurs sont des composants clés dans ces réseaux électriques. L'indisponibilité de l'un d'eux a de fortes répercussions financières aussi bien pour les exploitants de réseaux de l'énergie électrique que pour les clients qui y sont connectés.

Leur bon fonctionnement est donc essentiel pour 30-35 ans de durée de vie admise, et même au-delà. Si cela apparaît justifié sur le plan économique et technique. Par conséquent, la qualité et la fiabilité de l'isolation dans un transformateur est très importante dans un contexte permanent de maîtrise des coûts.

Ils sont généralement utilisés dans les niveaux suivants :

- À la sortie des centrales pour élever la tension pour la transmission ;
- Dans les postes d'interconnexion ou de répartition;
- Dans les postes de distribution où la tension est réduite pour être adaptée à la tension de la distribution;
- Dans les postes de distribution où la tension est réduite pour être adaptée au niveau de la tension d'utilisation des entreprises et des résidences (Figure I.1).

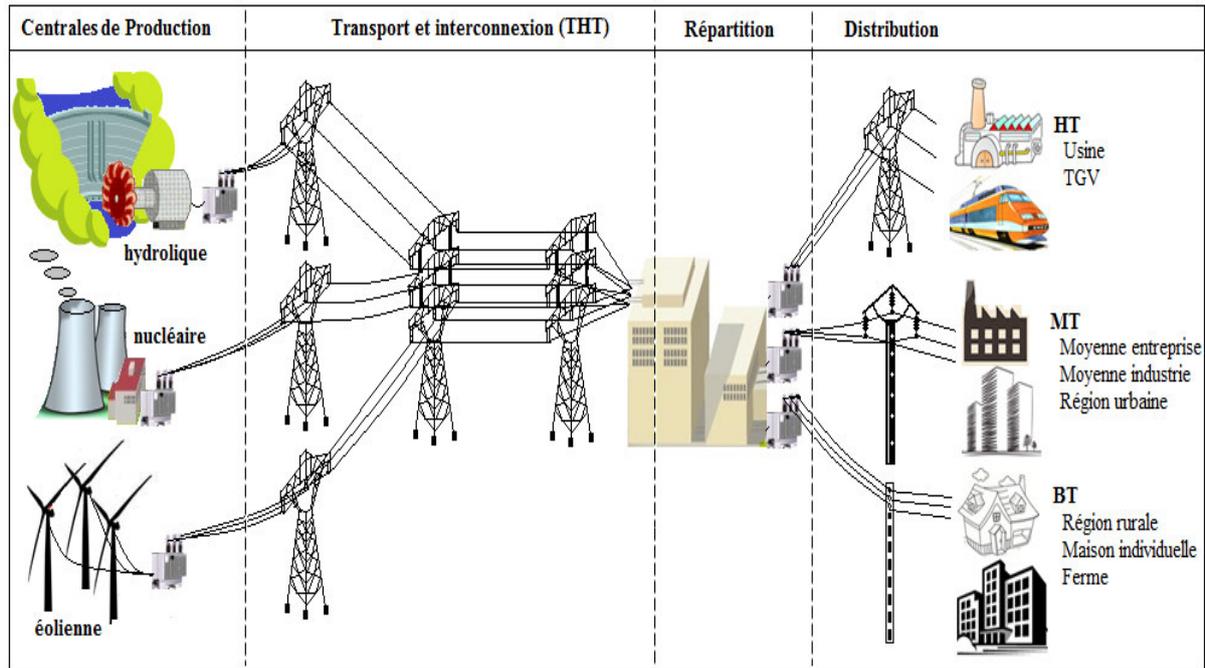


Figure I.1 : Réseau électrique [2]

Ces équipements comportent le plus souvent des structures d'isolation mixtes, combinant au moins deux phases : solide/liquide ou solide/gaz.

Le système d'isolation des transformateurs de puissance et d'autres équipements électriques est principalement constitué d'huile comme isolation liquide et de papier cellulosique comme isolation solide. L'huile isolante, par ses fonctions de refroidissement et d'isolation dans les transformateurs électriques, est le seul matériau accessible dans un transformateur. En l'analysant, on peut évaluer l'état de ce dernier. Elle contient en effet 70% d'informations sur les transformateurs ; ce qui constitue le vecteur principal de l'évaluation de l'état de santé de ces transformateurs. La majorité des informations recueillies sont exploitées pour des actions de maintenance. Ainsi cette anticipation consistant à analyser régulièrement le fluide dans lequel baignent les parties actives de l'appareil permet de planifier une éventuelle intervention sans interruption de production.

Le suivi de fonctionnement du transformateur nécessite une bonne connaissance des divers processus de vieillissement, car il est maintenant clairement établi que la capacité d'un liquide isolant à remplir efficacement son rôle est un facteur important dans la détermination de l'état de santé d'un transformateur en service. L'isolation solide ou liquide quant à elle subit continuellement et inexorablement un lent processus de dégradation sous l'effet des contraintes électriques, thermiques et chimiques. Ces contraintes induisent des changements irréversibles des propriétés physico-chimiques de l'isolation.

Ce phénomène de dégradation est connu sous le nom de vieillissement, terme qui regroupe l'ensemble des mécanismes avec lesquels les propriétés des matériaux en général et diélectriques en particulier, se dégradent dans le temps sous l'effet des contraintes de fonctionnement.

Les différents travaux sur le vieillissement électrique ou thermique de l'huile minérale seule ont montré le bon comportement de cette dernière pour un nombre élevé de claquages et pour des durées de vieillissement très longues. La dégradation de cette huile dans un transformateur reste donc une question posée et ne peut être justifiée par les résultats précédemment cités car divers produits (cuivre, papier isolant, tôles, etc.) baignent ensemble dans une même enceinte.

Les essais de vieillissement accéléré sont destinés à déterminer les changements irréversibles sur d'importantes propriétés des matériaux isolants. Ils doivent en outre simuler de façon aussi précise que possible l'environnement réel du matériau en service. Malgré son utilisation à longue échéance et sa large diffusion, les phénomènes inhérents à la dégradation l'huile minérale ne sont pas entièrement compris [3]

I.2 CLASSIFICATION DES TRANSFORMATEURS DE PUISSANCE [2]

Selon la commission Electrotechnique Internationale, un transformateur de puissance se définit comme un appareil statique à deux enroulements ou plus qui, par induction électromagnétique, transforme un système de tension et courant alternatif en un autre système de tension et courant de valeurs généralement différentes, de même fréquence, dans le but de transmettre de la puissance électrique [IEC 60076-1]. Cette commission classe les transformateurs de puissance en trois catégories en fonction de la puissance apparente [IEC60076-7, SCH 2001]

I.2.1 TRANSFORMATEURS DE DISTRIBUTION

Ils ont pour mission de faire l'interface entre l'utilisateur et le réseau de distribution. Leur puissance nominale est de 2500 kVa en triphasé (ou 833kVA par noyau monophasé) et la haute tension a une valeur nominale qui ne dépassant pas 33 kV.

I.2.2 TRANSFORMATEURS DE MOYENNE PUISSANCE

Assurent généralement l'interconnexion entre les réseaux de transport et de distribution d'énergie, leur puissance est au-delà de 2,5MVA et ne dépassent pas 100MVA dans le cas de transformateurs triphasés.

I.2.3 TRANSFORMATEURS DE GRANDE PUISSANCE

Sont des unités dont la puissance nominale dépasse 100 MVA en triphasé. Les installations de ce type sont utilisées pour élever la tension à la sortie des générateurs afin d'injecter le courant dans le réseau de transport d'énergie.

I.3 CONSTITUTION DES TRANSFORMATEURS DE PUISSANCE [2]

- les bornes de traversées basses et hautes tensions qui peuvent être isolées respectivement par de la porcelaine et du papier imprégné d'huile ou de résine époxy. Elles permettent le transit de la puissance. Certaines sont immergées, notamment pour les très hautes tensions, d'autres sont sèches.

- la cuve constituée de tôles d'acier. Les parois de la cuve sont, selon les modèles, radiantes à ailettes ou rigides équipées de radiateurs amovibles connectés par une vanne d'arrêt. La structure et les soudures d'assemblage peuvent être renforcées dans le cas où une bonne tenue au vide est nécessaire.

- le noyau magnétique constitué de tôles d'acier au silicium à grains orientés. L'empilage et l'assemblage des tôles doivent être réalisés de manière à ce que le transformateur ait les meilleures performances possibles.

- 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 réservoir d'huile (acier en général) 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 dénuder 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 (Figure I.2).

Certains transformateurs sont munis de sécheur permettant de limiter la teneur en eau et 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) [3].

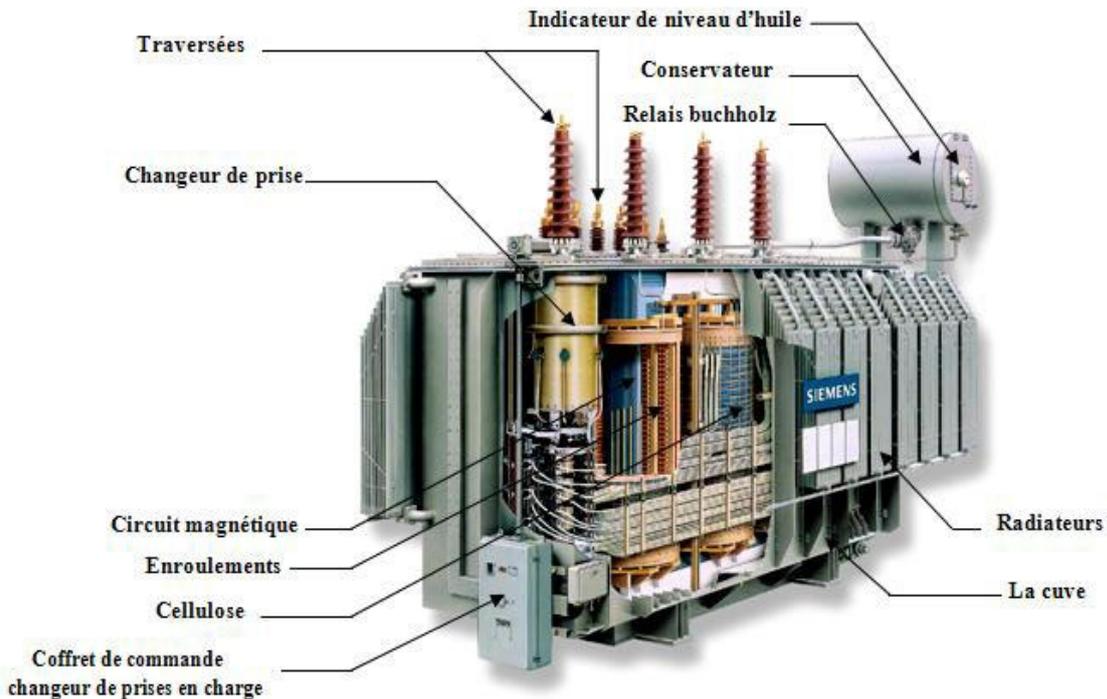


Figure I.2: Les principaux organes qui constituent un transformateur [2]

I.4 NORMES SUR LES TRANSFORMATEURS [4]

La Commission Électrotechnique Internationale (CEI) est la première organisation mondiale qui élabore et publie des normes internationales pour tout ce qui a trait à l'électricité, à l'électronique et aux technologies apparentées. Celles-ci servent de base à la normalisation nationale et de références lorsqu'il s'agit de rédiger des soumissions et des contrats internationaux.

Les normes représentent un consensus de plusieurs groupes d'experts sur un domaine donné. Elles servent généralement de base technique établie aux spécificateurs et aux constructeurs pour garantir certaines caractéristiques lors de la réalisation de matériels. Des normes peuvent avoir aussi des critères de recommandation sur l'utilisation de certains matériels.

Pour les transformateurs neufs la norme [IEC : 60076, 60551,60726], avec ses différents chapitres, est particulièrement répandue. Elle préconise de nombreux critères, comme des garanties : de tenue à certains essais contraignants, sur l'isolement interne ou sur les pertes en charge par rapport au cahier des charges initiales du client et les normes françaises [NFC : 52-100,52-161,52-726].

D'autres normes existent sur les transformateurs de puissance comme les normes anglaises BS, les normes indiennes IS, les normes chinoises GB, etc. Les normes françaises

NF, ou européennes EN, sont aujourd'hui, pour les transformateurs de puissance, pratiquement toutes des copies conformes des normes IEC concernées [4].

Dans ce qui suit, nous présentons en détail ces deux derniers constituants sur lequel est basé notre travail.

I. 5 LE SYSTEME D'ISOLATION DANS LES TRANSFORMATEURS DE PUISSANCE [2]

Les transformateurs de puissance sont tous remplis d'huile afin d'assurer une isolation électrique efficace par imprégnation avec des isolants celluloseux tels que les polymères naturels (bois, papier Kraft, carton) ou bien des polymères synthétiques (NOMEX), en plus de réaliser une bonne évacuation de la chaleur dégagée par le circuit magnétique et les bobinages (Figure I.3 et figure I.4).

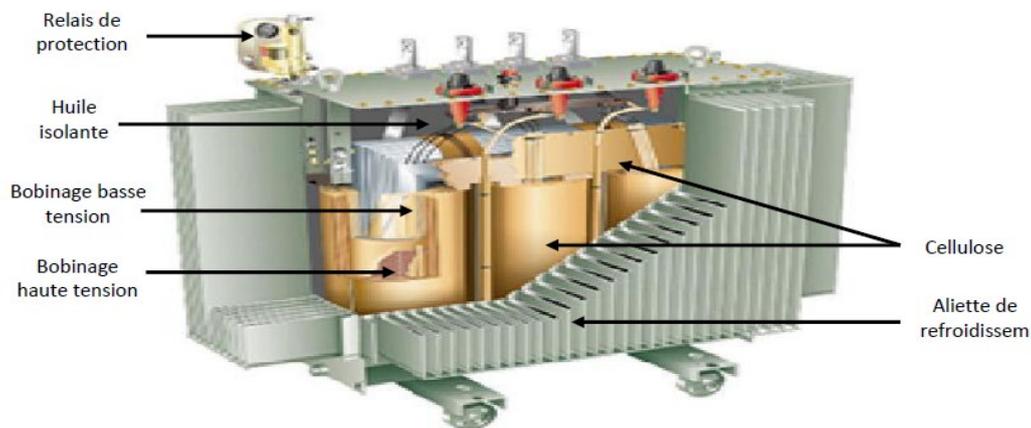


Figure I.3 : Vue intérieure d'un transformateur, type colonne [2]

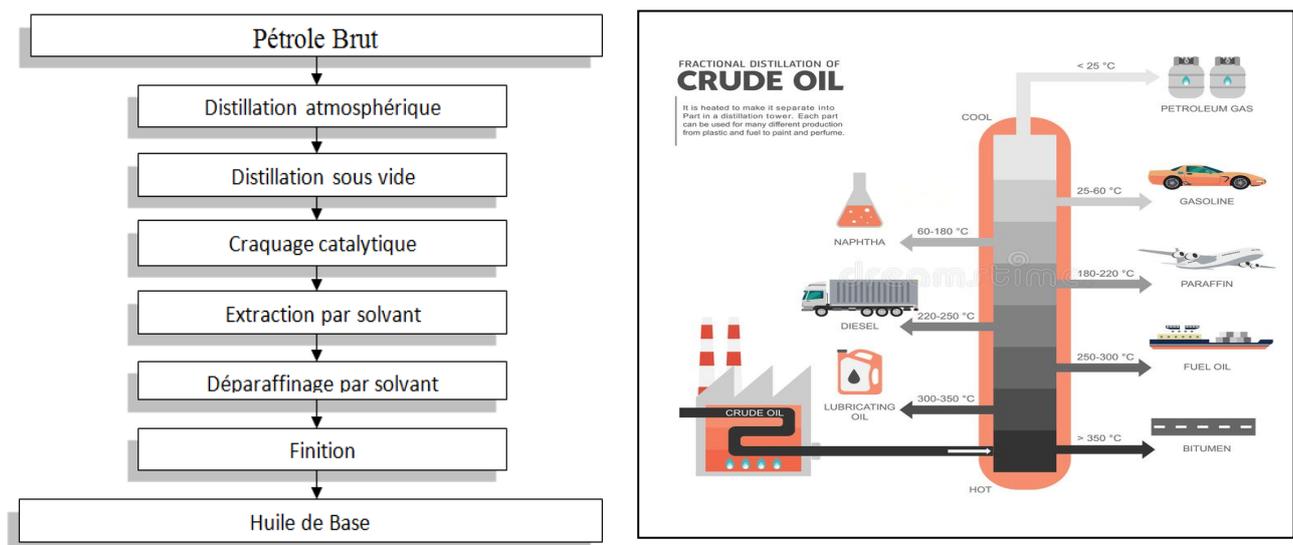


Figure I.4 : Fabrication d'une huile de base minérale issue de l'extraction du pétrole brut [5]

I.5.1 HUILES MINÉRALES ISOLANTES [6]

I.5.1.1 Définition et caractéristiques des huiles minérales

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

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

L'huile minérale est obtenue à partir du raffinage du pétrole brut. Selon l'origine du pétrole et du processus de raffinage, on peut identifier différents types d'huiles (figure 5).

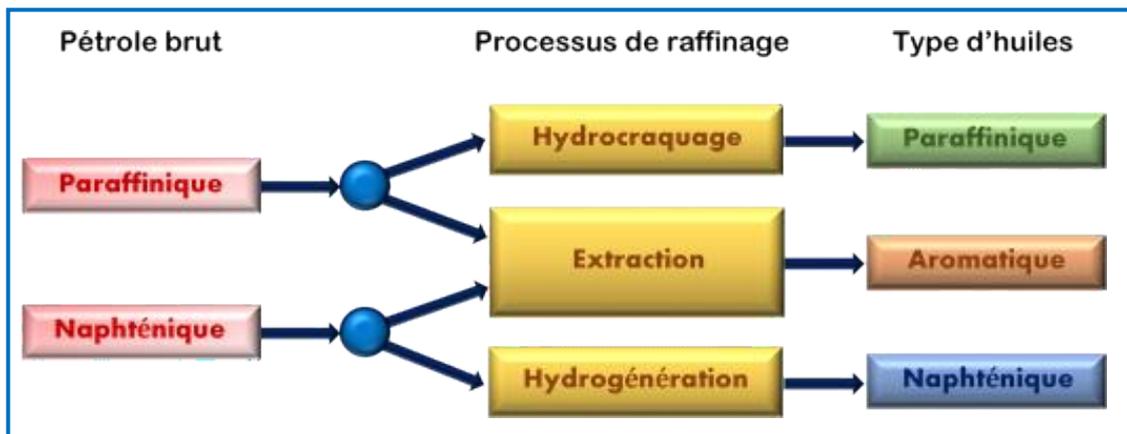


Figure I.5: Processus de raffinage pour les huiles brutes [6]

Une fois les impuretés enlevées, ces huiles deviennent des mélanges très complexes ; elles peuvent comporter plus de 3000 hydrocarbures différents. Ces molécules ne comportent que du carbone et de l'hydrogène. Elles sont divisées en trois groupes comme le montre la figure 6.

- *Les alcanes C_nH_{2n+2} (ou paraffines)* : molécules à liaisons saturées (-C-C-) à chaîne ouverte ou ramifiée.

- *Les cyclanes (ou naphènes) C_nH_{2n}* : Elles sont issues d'hydrocarbures saturés avec une longue chaîne paraffinée. Ce type d'huile possède une assez bonne résistance à l'oxydation et un bas point d'écoulement.

- *Les composés aromatiques C_nH_{2n-6}* : C'est une famille d'hydrocarbures à noyau benzénique composés facilement oxydables et très volatils. Ces constitutions sont indésirables dans la formulation des huiles de bonne qualité et ils sont généralement éliminés lors de la fabrication des huiles de base.

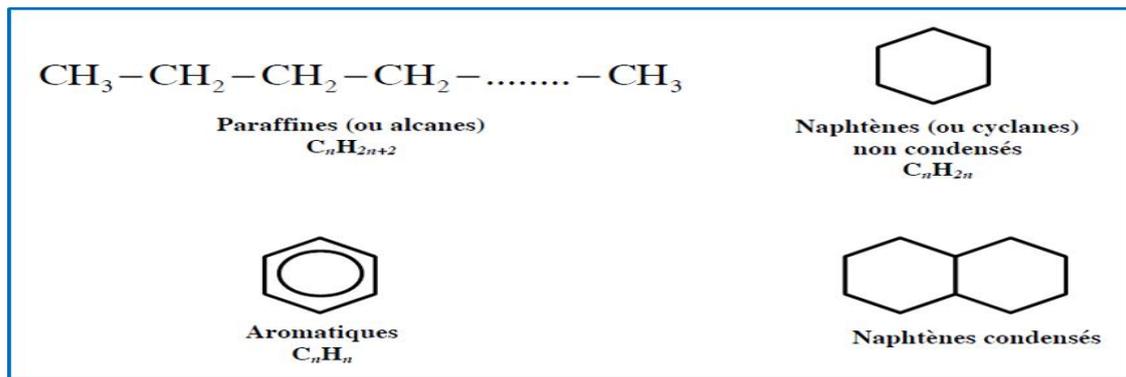


Figure I.6 : Principaux constituants de l'huile minérale issue du pétrole brut[6].

Les PCB (Polychlorobiphényles) : Ce sont des dérivés aromatiques chlorés et ce sont des produits de synthèse plus connus sous le nom de pyralènes ou Askarels. Pendant longtemps, ils ont été utilisés comme diélectriques de refroidissement des transformateurs. En plus de leurs propriétés diélectriques, ils sont ininflammables et ne présentent pas de point d'éclair et possèdent une bonne stabilisation à l'oxydation. Les PCB sont non biodégradables et leur décomposition à haute température (ou explosion) produit de la dioxine : substance extrêmement toxique. Actuellement, les PCB sont classés comme produits dangereux et polluants et leur utilisation est interdite.

I.5.1.2 Rôle des huiles minérales

L'huile est utilisée comme isolation électrique seulement dans les régions où par conception les contraintes électriques sont relativement faibles. Dans une transformatrice haute tension, l'huile minérale doit imprégner les papiers et les cartons qui ont été préalablement séchés et dégazés. Les huiles minérales ont trois fonctions principales :

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

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

I.5.1.3 Avantages et inconvénients des huiles minérales

- Meilleur compromis prix/performances, et un haut niveau de compatibilité avec les autres matériaux utilisés dans les transformateurs.
- Les huiles minérales naphthéniques, ont une fiable viscosité comparée aux autres huiles isolantes pour transformateurs, ceci permet une bonne évacuation de la chaleur et un démarrage à froid correct et une bonne imprégnation des isolants cellulosiques.
- L'un des inconvénients des huiles minérales est leur inflammabilité (un point éclair relativement bas entre 140 et 150°C).
- Du point de vue écotoxique, les huiles minérales peuvent être néfastes à l'environnement lorsqu'il y a des fuites au niveau du transformateur, dans le sens où elles sont potentiellement cumulables (bioaccumulation, contamination de la chaîne alimentaire possible).

I.5.2 HUILES SYNTHÉTIQUES

Les huiles synthétiques sont utilisées lorsque les caractéristiques requises ne sont pas remplies par les huiles minérales. C'est le cas en particulier lorsqu'il est question d'améliorer la résistance au feu (transformateurs) ou lorsque l'on cherche une meilleure stabilité thermique et de grandes performances diélectriques (câbles et condensateurs). Il existe quatre principaux types de liquides synthétiques :

- Les hydrocarbures aromatiques ;
- Les hydrocarbures aliphatiques tels que les polyoléfinés ;
- Les esters synthétiques ou esters organiques (esters de pentaérythritol, les phtalates) ;
- Les silicones.

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

1.5.3 LES HUILES VÉGÉTALES OU ESTERS NATURELS

Leur composition chimique est celle d'un triester provenant principalement de triglycérides. La formule d'un ester est R-COO-R'. La figure 7 donne la structure chimique d'une huile végétale.

Les huiles végétales (ou esters naturels) sont obtenues par estérification d'un tri-alcool simple, avec trois acides gras. Ces acides sont mono-carboxyliques (de formule R-COO-H), à chaîne linéaire non branchée, comprenant un nombre pair d'atomes de carbone. Ils peuvent être saturés (sans double ou triple liaison) ou insaturés et parfois hydroxylés. Les triglycérides sont obtenus par trituration (broyage et pression) des grains. Les huiles végétales sont en général très peu toxiques et possèdent une excellente biodégradabilité. Ces qualités sont dues notamment à une faible résistance à l'oxydation et l'hydrolyse. Ces deux caractéristiques, qui sont favorables à l'aspect éco-toxicologique, représentent un des avantages important pour les applications électrotechniques.

En outre, leur comportement diélectrique n'est pas très élevé. Malgré ces inconvénients, les huiles végétales sont déjà utilisées dans les transformateurs de distribution et des tentatives sont en cours pour étendre leur utilisation dans les transformateurs de puissance.

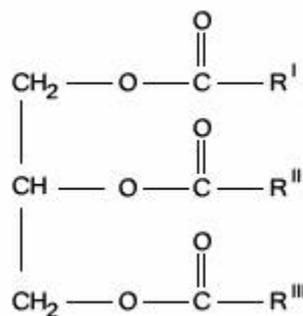


Figure I.7: Structure générale d'une huile végétale[6]

Huiles inhibées[6]

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

peu à près à la même vitesse que s'il n'y avait pas eu d'additif dans l'huile. L'inhibiteur le plus utilisé est le DBPC (2,6-ditertio-butyl para-cresol) ou le DBP (2,6-ditertio-butyl phénol).

I.6. LES HUILES ISOLANTES ASSURENT PLUSIEURS FONCTIONS [2]

a) Fonction diélectrique

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

➤ Par le diélectrique liquide seul, lorsqu'il s'agit d'une isolation entre deux pièces métalliques nues (plots de commutateur par exemple).

➤ Par une couche solide (papier ou carton) imprégnée de diélectrique liquide, c'est le cas par exemple de l'isolation entre deux conducteurs voisins d'un même enroulement.

➤ Par une isolation mixte: combinaison de films de diélectrique liquide et de barrières d'isolants solides, c'est le cas d'une isolation entre deux enroulements concentriques de tensions différentes.

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

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

b) Fonction transfert de chaleur

La chaleur à évacuer est véhiculée par circulation naturelle ou forcée de l'huile, vers les radiateurs extérieurs. Un dispositif de refroidissement bien dimensionné permet d'éviter la formation de points chauds grâce à une circulation importante et bien régulée. Le refroidissement se fait par convection et par conduction thermique, et les principales caractéristiques qui permettent de juger l'aptitude d'une huile à évacuer la chaleur, sont la viscosité, la conductivité thermique et la chaleur spécifique.

c) Autres fonctions

Les huiles peuvent être aussi utilisées pour leur pouvoir extincteur d'arcs électriques (dans les chambres de coupure des commutateurs en charge et de certains disjoncteurs), en raison de leur pouvoir lubrifiant pour les matériels renfermant des pièces en mouvement (sélecteurs de prises, pompes immergées) et dans certains cas pour améliorer la résistance au feu, comme c'est le cas dans les transformateurs de distribution à proximités de la population. Enfin, elles servent à ralentir l'oxydation directe de l'isolation cellulosique. [2]

d) Critères de choix des liquides diélectriques[3]

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

- La toxicité du produit (pollution froide) : la toxicité du produit est à prendre en compte en cas d'incident.

- Le vieillissement : le liquide a-t-il tendance à vieillir et s'altérer très vite en fonction du temps.

- L'embrassement du diélectrique dépend de son point d'ébullition et de la résistance mécanique du transformateur. Les huiles minérales isolantes remplissent ces conditions ; pour cela elles sont très utilisées.

- L'opacité des fumées : de toute évidence, un diélectrique ne dégage de fumées qu'à partir du moment où il a pris feu ; l'opacité des fumées peut gêner gravement les secours.

I.7. PROPRIETES DES LIQUIDES ISOLANTS[3]

LES PROPRIETES ET LES CARACTERISTIQUES DES LIQUIDES ISOLANTS SONT SOUVENT CLASSEES COMME SUIVANT :

Les propriétés électriques ;

Les propriétés physiques ;

Les propriétés chimiques ;

Les propriétés au feu.

Un Bon nombre de ces propriétés font l'objet de spécifications émises par les normes internationales.

I.7.1. PROPRIETES ELECTRIQUES DE L'HUILE[3]

L'utilisation efficace des liquides isolants électriques nécessite la connaissance du comportement du facteur de dissipation diélectrique en fonction de la température, de la tension et de la fréquence. Afin de minimiser la quantité d'énergie dissipée, qui se manifeste sous la forme de chaleur et qui conduit à une augmentation de la température. Il est important

que les pertes diélectriques à l'intérieur du système d'isolation soient faibles. Les caractéristiques électriques des liquides dépendent de leur formation (composition, constitution moléculaire, etc. ...) et de leurs conditions d'utilisation ou de conditionnement.

L'étude des propriétés électriques est un domaine qui se caractérise par sa pluridisciplinarité puisqu'il touche à la chimie, à l'électronique et à la mécanique des fluides.

La permittivité ϵ , la résistivité ρ , le facteur de pertes diélectriques $\tan \delta$ et la rigidité diélectrique sont les caractéristiques électriques principales. Outre la structure du liquide et le conditionnement, ces propriétés dépendent de la tension appliquée, de la fréquence et de la température. Dans l'industrie, ces mesures sont souvent rapportées à la température de 90°C.

1.7.1.1 PERMITTIVITE OU LA CONSTANTE DIELECTRIQUE

La permittivité est une caractéristique intrinsèque de l'huile. Elle dépend essentiellement de la structure chimique et caractérise la polarité de la molécule. Elle définit la possibilité, sous l'action du champ électrique, de libérer des charges. Elle est surtout due aux phénomènes de polarisation électronique et atomique. La permittivité décroît avec l'augmentation de la température et de la fréquence. Le milieu dont la permittivité est la plus faible peut supporter une contrainte électrique assez élevée.

1.7.1.2 CONDUCTIVITE ET RESISTIVITE

Un liquide, pour être isolant électrique, doit conduire le moins possible l'électricité lorsqu'une tension lui est appliquée. Sa conductivité doit donc être la plus faible possible. Cette dernière est due à la présence de charges libres positives et négatives (des ions). Sous l'effet d'un champ électrique, ces ions se déplacent provoquant ainsi un courant de conduction. La résistivité est une propriété fortement dépendante du conditionnement. Ainsi, la résistivité d'une huile est influencée par la présence de substances étrangères considérées comme impuretés (poussières, particules, gaz et humidité), qui même en quantité aussi faible que quelques *ppm (mg/l)* ont une influence sur les valeurs mesurées. La conductivité n'est pas une propriété intrinsèque d'un liquide isolant. Elle est liée à la présence d'infimes quantités (en général, inférieures à *1 ppm*) d'impuretés ionisables.

Plus la température est élevée, plus la viscosité du liquide est faible et plus la mobilité des ions est grande, et par conséquent plus la conductivité est élevée. Par ailleurs, la dissociation des impuretés dissociables en ions est d'autant plus forte que la température est élevée. La résistivité d'un liquide diminue lorsque la température augmente. Pour cette raison, la plupart des spécifications des produits indiquent une valeur de résistivité à 90°C.

1.7.1.3 FACTEUR DE DISSIPATION DIELECTRIQUE (TAN Δ) [ASTM D-924] [CEI 247]

Le facteur de dissipation diélectrique d'un matériau isolant est la tangente de l'angle de pertes qui est l'angle complémentaire du déphasage entre la tension appliquée et le courant qui en résulte. Tout diélectrique soumis à une tension continue ou alternative est toujours le siège de pertes diélectriques qui se traduisent par un échauffement du liquide plus ou moins important. La cause principale de ces pertes est la présence d'un courant de fuite qui traverse le liquide sous un champ électrique.

Cette caractéristique est très sensible à la présence de produits de vieillissement de l'huile. Il existe une relation entre le facteur de dissipation et l'acidité de l'huile. Une acidité élevée est accompagnée par une valeur élevée de $\tan \delta$, mais l'inverse n'est pas vérifié.

Une valeur défavorable de $\tan \delta$ peut être due à la dissolution dans l'huile des produits qui n'ont pas pour origine son altération. Une huile neuve possède en moyenne un facteur de dissipation diélectrique inférieur ou égal à $\leq 5.10^{-3}$.

1.7.1.4 RIGIDITE DIELECTRIQUE ET TENSION DE CLAQUAGE [ASTM D-877, CEI 60156]

La rigidité diélectrique d'une huile est la valeur maximale du champ électrique que l'on peut lui appliquer sans décharge disruptive. Dans l'industrie, elle est maximisée conventionnellement par la tension efficace nécessaire pour provoquer, dans des conditions normalisées, le claquage d'un volume de liquide compris entre deux électrodes dont la forme, la distance et la nature font l'objet d'une norme. Ce paramètre est connu sous le nom de tension de claquage.

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

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

Dans un liquide, le claquage est le résultat de l'initiation, puis la propagation d'un streamer (canal gazeux ionisé provoquant une décharge lumineuse) d'une électrode à l'autre.

Le déclenchement de ce phénomène, outre les propriétés intrinsèques du liquide, dépend des conditions de mesure telles que la nature, l'état de surface et la géométrie des électrodes (rayon, écartement), le temps d'application et la forme de la tension (fréquence), la

température et la pression, mais aussi de la présence d'impuretés telles que l'eau, les particules solides ou les bulles gazeuses (Pour cette raison les huiles subissent toujours un traitement avant leurs utilisation). Quand on mesure un grand nombre de fois la tension de claquage d'une huile, la valeur varie d'un essai à l'autre. Cette dispersion est due principalement aux impuretés

I.7.2. PROPRIETES PHYSIQUES DE L'HUILE[3]

Comme les propriétés électriques, les propriétés physiques des huiles isolantes ont une grande importance dans le traitement et la surveillance des transformateurs de grande puissance la densité, l'aspect et la couleur sont des paramètres très importants dans l'étude d'huile isolante pour transformateurs de puissance. Nous présenterons dans cette partie une description succincte de ces propriétés.

I.7.2.1 COULEUR ET ASPECT [ISO 2049, ASTM D-1500, D-1524]

La couleur et l'aspect fournissent rapidement des informations utiles qui peuvent être obtenues sur site. Une personne expérimentée peut remarquer immédiatement un phénomène anormal. L'aspect d'une huile peut indiquer la présence de corps étrangers en suspension dans l'huile : poussières, humidité, fibres, eau libre et d'impuretés telles que fibres ou particules de cellulose...etc. Le test visuel d'une huile permet aussi de détecter la présence de corps en suspension, et d'évaluer la couleur et la viscosité. Ce n'est pas une propriété de l'huile ; mais un contrôle visuel effectué sur l'huile pour évaluer son degré de pollution physique.

La couleur est une propriété intrinsèque de l'huile neuve, elle dépend des hydrocarbures qui la constituent. L'aspect, la couleur nous renseignent sur l'état général de l'huile. La consignation systématique de ces observations est néanmoins nécessaire pour assurer la continuité en cas de déchargement de personnel.

Une huile isolante doit être limpide.

I.7.2.2 VISCOSITE [ISO 3104, ASTM D445-09].

La viscosité et sa variation avec la température sont des paramètres de première importance pour le transfert thermique. En effet, plus le liquide est visqueux, plus il est difficile de le faire circuler dans l'appareil, pour refroidir les parties actives. Une légère variation de la viscosité peut amener une grosse perte de dissipation de chaleur ; La viscosité peut être définie comme étant la résistance à l'écoulement uniforme et sans turbulence se produisant dans la masse d'une matière. C'est donc, la résistance au mouvement que

manifestent tous les fluides. Les huiles pour transformateurs ont une viscosité très basse ;ce qui permet une circulation plus facile, donc un refroidissement plus efficace.

Lorsque la viscosité augmente, la capacité du fluide à s'écouler diminue. Pour un liquide, la viscosité tend généralement à diminuer lorsque la température augmente. Il existe deux types de viscosité : la viscosité dynamique qui visualise l'aspect microscopique et la viscosité cinématique exprimée en centistokes (cst) qui est la plus importante car elle traduit l'aspect macroscopique.

1.7.2.3 POINT D'ÉCOULEMENT

Le point d'écoulement est également un paramètre important dans le choix d'une huile. Il est défini comme étant la température au-dessous de laquelle le liquide ne coule plus. Deux phénomènes peuvent être responsables de la perte d'écoulement :

- l'augmentation de viscosité à basse température.
- la cristallisation de certains composants (notamment les paraffines dans l'huile minérale).

La connaissance de cette caractéristique est primordiale pour l'utilisation de transformateurs dans les pays froids. Les liquides isolants en électrotechnique se figent généralement à des températures allant de -60°C à -30°C .

1.7.2.4 LE POINT DE CONGÉLATION

Le point de congélation est la température la plus haute à laquelle le produit analysé reste immobile quand on incline à 45° le tube qui le contient. Pour une fraction pétrolière, le point de congélation s'étend sur tout un intervalle de température, du fait de la présence des différentes familles d'hydrocarbures. Cette caractéristique présente un avantage dans le domaine du raffinage, étant donné qu'elle est la base de la séparation par cristallisation fractionnée. Un point de congélation bas dénote une nature de tendance aromatique. Un point de congélation élevé (supérieur à $70-75^{\circ}\text{C}$) est relatif à des fractions riches en paraffines.

1.7.2.5 LA CAPACITÉ THERMIQUE

La capacité thermique massique ou chaleur spécifique est définie comme étant la quantité de chaleur pour augmenter d'un Kelvin la température d'un kilogramme d'une substance, sans qu'il y ait de changement de phase. Ainsi, pour une huile de transformateur, plus la valeur de chaleur spécifique est élevée, moins le transformateur s'échauffera. La capacité thermique croît avec la température et décroît avec la masse volumique.

1.7.2.6 LA CONDUCTIVITE THERMIQUE

La conductivité thermique (λ), mesurée en watts par mètre-kelvin, exprime le flux thermique s'écoulant, en régime permanent, sous l'effet d'un gradient thermique entre deux isothermes du liquide. Elle décroît lorsque la température et la masse volumique augmentent. Les valeurs usuelles sont de l'ordre de 0,14 W/ (m.K). A 20 °C, λ vaut 0.11 à 0.12 W/ (m.K).

1.7.2.7 LA MASSE VOLUMIQUE ET LE COEFFICIENT DE DILATATION VOLUMIQUE

La masse volumique est le rapport d'une masse m du liquide à son volume v déterminée à la température T . C'est une caractéristique intrinsèque d'un produit. Elle dépend de la composition chimique. Ainsi, les huiles minérales paraffiniques ont une masse volumique plus faible que les huiles naphthéniques. La masse volumique diminue lorsque la température augmente. Le coefficient de dilatation volumique caractérise cette variation. Pour les applications fermées, on recherche généralement des produits ayant le plus faible coefficient de dilatation.

1.7.3. PROPRIETES CHIMIQUES [3]

L'étude des caractéristiques chimiques d'un liquide diélectrique est très importante car d'une part, elle permet de connaître les composantes réelles qui constituent ce dernier et d'autre part, nous renseigne sur l'état d'évolution de ce liquide et son aptitude à remplir ses fonctions principales, à savoir l'isolation électrique et l'évacuation de la chaleur.

1.7.3.1 ACIDITE [CEI 62021, ASTM 1534]

L'acidité d'une huile en service résulte des produits d'oxydation acides (acides carboxyliques ou combinés sous forme d'esters, etc.). Cette mesure, qui est la plus représentative du vieillissement d'une huile, constitue l'outil majeur pour connaître l'état de vieillissement. L'acidité contenue dans les diélectriques, à des doses faibles habituellement, représente un témoin avertisseur de sa dégradation. Une huile acide peut endommager le papier et les parties métalliques du transformateur. D'autre part, elle indique la formation éventuelle de boues qui peuvent obstruer les canaux de refroidissement à l'intérieur du bobinage. L'acidité s'exprime par l'indice de neutralisation ou nombre de milligrammes de potasse alcoolique pour neutraliser un gramme d'huile.

Elle est de l'ordre de 0,005 mg KOH)/g pour une huile neuve, et atteint en fin de vie des valeurs de 0,5 correspondant au début des précipitations des boues. On peut effectuer ces mesures par titrage calorimétrique (ISO 6618), ou par titrage potentiométrique (CEI 62021-1).

1.7.3.2 TENEUR EN EAU [CEI 60814, ASTM D 1533]

En plus des produits d'oxydation, d'autres agents contaminants tel que l'eau peuvent apparaître dans l'huile en service et altérer ses propriétés. La présence de ces agents contaminants et de tout produit de dégradation de l'huile se traduit par la modification d'une ou de plusieurs propriétés. L'humidité joue un rôle néfaste pour la rigidité diélectrique aussi bien dans l'huile] que dans le papier avec lequel elle est associée. Cet effet de réduction est cependant plus important dans l'huile. L'augmentation de la teneur en eau joue donc un rôle prépondérant dans l'accélération du processus de cette dégradation. La teneur en eau d'une huile isolante donne une idée de la teneur en eau des isolants celluloses. Une teneur en eau trop élevée de l'huile indique que le papier contient également trop d'eau et que ce facteur va affecter le vieillissement du papier, c'est-à-dire déclencher la décomposition des fibres de papier, ce qui conduira à des dégâts irréversibles qui pourront provoquer une panne électrique dans le transformateur.

1.7.3.3 TENEUR EN SOUFRE

Une huile minérale peut contenir des traces de soufre, soit sous la forme de soufre libre, soit sous forme de composés sulfurés ; les premiers sont très corrosifs, les seconds le sont beaucoup moins, tant que la température ne dépasse pas 100°C environ. Sa présence est détectée par la corrosion d'une lame de cuivre électronique immergée dans une huile à 140 °C pendant 19h (CEI 296A) ; la coloration qu'elle prend permet de juger si les composés soufrés sont corrosifs ou non.

1.7.3.4 LA STABILITE A L'OXYDATION

L'oxydation des huiles minérales conduit à la formation d'acides organiques, dépôts insolubles et boues. Ces produits sont très nocifs dans les transformateurs électriques. Les acides et les composés polaires contribuent à l'augmentation des pertes diélectriques dans le liquide isolant et ont donc une influence néfaste sur le fonctionnement des transformateurs, et conduisant parfois à une perte totale de l'équipement. Des artifices sont utilisés sur les transformateurs électriques pour ralentir l'oxydation de l'huile isolante, en réduisant l'accès de l'oxygène (air) de plusieurs manières : Conservateur connectées au réservoir par l'intermédiaire d'un long tube, qui en plus de compenser les variations du volume de l'huile avec la température, réduit la pénétration de l'air en réduisant la surface d'huile-air. Scellage à l'azote ou dégazage continu peuvent réduire davantage, mais jamais complètement le transfert de l'air dans l'huile.

On réduit aussi le contact des huiles avec des métaux catalytiques, en utilisant l'aluminium, en substitution du cuivre dans les transformateurs de distribution. D'autre part, d'autres solutions sont possibles comme l'incorporation des antioxydants à l'huile pour la rendre inhibée, et retarder ainsi l'oxydation. Pour évaluer la résistance à l'oxydation de l'huile isolante, les méthodes d'essai ASTM

D 2440 et la norme CEI 60125 sont utilisées aussi bien pour les huiles inhibées et non inhibées. Un fil de cuivre roulé en spirale comme catalyseur est introduit dans un tube (de 25mm de diamètre, 210 mm de long) placé dans un bain thermo-régulé (à 100°C pour la CEI ; à 110°C pour l'ASTM) avec 25 g d'huile.

Lors de l'essai, la norme CEI prévoit une faible teneur en oxygène, pour se rapprocher des conditions réelles de service. L'huile est analysée à la fin de chaque période de vieillissement (72h et 164h) en mesurant la quantité d'acides formés.

1.7.3.5 GASSING

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

On appelle Gassing G la vitesse de variation du volume de gaz pendant 120 minutes d'application de la tension. Il s'exprime en (mm^3/min). La tension, la température et le temps d'application de la tension ont une forte influence sur le comportement d'un produit.

1.7.3.6 TENEUR EN PARTICULES

Le nombre de particules et leur taille variable affectent les propriétés diélectriques de l'huile, bien qu'il semble difficile établir des corrélations fiables. Selon la théorie de Krasucki, la rupture pourrait être associée à la formation et à la croissance dans le liquide d'une bulle gazeuse créée par la présence d'une particule, mais d'autres théories ont été également proposées. Les particules conductrices peuvent également induire les décharges partielles. La nature des particules (métal, poussière, fibre, boue) joue certainement un rôle important, aussi bien que la nature du métal (fer, aluminium, cuivre, etc.), car plusieurs défaillances de transformateurs ont été liées à la contamination accidentelle par les particules métalliques.

1.7.4. LES PROPRIETES AU FEU[3]

Les huiles minérales comme tout produit pétrolier, sont des produits inflammables. Elles présentent toutes un point d'éclair et un point de feu qui caractérisent leur

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

I.7.4.1 LE POINT DE FEU

C'est la température minimale pour laquelle la combustion des vapeurs d'un liquide est entretenue.

I.7.4.2 LE POINT D'ECLAIR

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

La température correspondante est appelée le point d'éclair du liquide. Le point d'éclair d'une huile est indiqué pour des raisons de sécurité, mais également parce qu'il signale le degré de volatilité de l'huile. Les parties légères de l'huile déterminent le point d'éclair qui est extrêmement sensible aux impuretés provenant d'huiles plus légères, telles que gas-oil ou l'essence. Le point d'éclair est atteint lorsque l'huile libère suffisamment de gaz pour rendre le mélange de gaz inflammable en présence d'une flamme. Cette propriété renseigne sur la présence de certains hydrocarbures gazeux dissous dans l'huile suite à un défaut électrique ou thermique. Elle correspond à la température pour laquelle l'huile émet un flash, c'est-à-dire, la température critique maximale à ne pas dépasser au risque de provoquer un incendie dans le transformateur. Les huiles les plus fluides doivent présenter un point d'éclair supérieur à 95 °C, alors que les huiles de *classe I* doivent avoir un point d'éclair supérieur à 140 °C.

Pour que le risque d'inflammation devienne négligeable, il faut que la température de fonctionnement dans un transformateur reste inférieure de 25°C à 30°C au point d'éclair. La combustion des huiles minérales libère une grande quantité d'énergie. La norme CEI 61100 permet de classer les liquides isolants en fonction de leur point de feu et de leur pouvoir calorifique inférieur (CPI qui caractérise la quantité d'énergie produite par la combustion totale du produit).

I.8. IMPACT SUR L'ENVIRONNEMENT [7]

Contrairement aux huiles esters dites aussi végétales présentant une bonne biodégradabilité, les huiles minérales le sont moyennement. Les huiles minérales sont considérées comme polluantes car elles proviennent des hydrocarbures. Cependant, il est important de rappeler que leur impact sur l'environnement est très relatif par rapport aux hydrocarbures courants. En effet, Les huile minérale ne représentent que 1% de la production des hydrocarbures par rapport à l'essence 96% et les bitumes 4% et sont produites pour être utilisées pendant des dizaines d'années, alors que l'essence est utilisée en quelques heures et pollue l'atmosphère en se transformant en gaz.

I.9. VIEILLISSEMENT ET DEGRADATION DES HUILES MINERALES [7]

Les isolants liquides, dans les conditions de leur utilisation, sont soumis à différentes contraintes (thermique, électrique, chimique) qui vont modifier leurs propriétés en fonction du temps.

Les mécanismes de vieillissement ainsi mis en jeu sont non seulement complexes mais, le plus souvent difficiles à prédire par le manque d'informations sur la composition chimique précise des liquides utilisés. Dans l'huile minérale, il a été montré que le vieillissement constaté dans les transformateurs et autres appareils est essentiellement produit par un mécanisme d'oxydation accéléré par la présence de métaux (cuivre, fer, etc.).

Le vieillissement est défini par la dégradation irréversible des propriétés du système d'isolation électrique due à l'action d'un ou plusieurs facteurs. Il s'ensuit de cette définition que l'un des paramètres déterminants pour qualifier le vieillissement d'un transformateur est le vieillissement des matériaux.

I.9.1 LES CAUSES DE VIEILLISSEMENT DES HUILES ISOLANTES [7]

Les principaux agents présents dans le transformateur, susceptibles de dégrader les huiles et le papier isolant, l'oxygène et l'humidité. L'oxygène est présent sous forme dissout dans l'huile et l'humidité est présente dans le papier même après le séchage des parties actives. Ces sources de vieillissement sont plus présentes dans les transformateurs respirant en contact avec l'atmosphère par l'intermédiaire d'un conservateur et d'un assécheur. L'oxygène et l'humidité amènent la dégradation de l'huile par oxydation et par hydrolyse.

A ces deux facteurs de vieillissement naturel, s'ajoutent deux facteurs non négligeables qui sont la température (pyrolyse) et le champ électrique.

Enfin, la présence de matériaux conducteurs tels le cuivre et le fer et même la cellulose s'ajoutent aussi dans le processus de vieillissement.

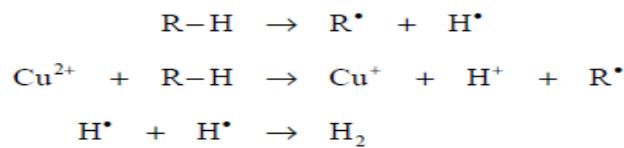
I.9.2 DEGRADATION DE L'HUILE MINERALE[6]

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

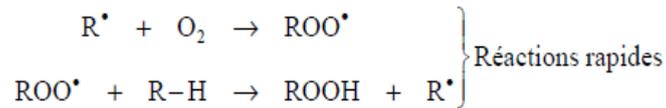
I.9.3 MECANISME DE L'OXYDATION[6]

L'oxygène présent dans l'huile provient non seulement de l'extérieur de la cuve, mais aussi de la dégradation thermique de la cellulose. Il réagit avec des hydrocarbures pour former des oxydes qui constituent un des facteurs de vieillissement de l'huile. En présence d'oxygène, il se produit une oxydation qui comporte un certain nombre d'étapes (initiation, propagation, ramification et terminaison). Cette oxydation procède selon un mécanisme de réactions en chaîne initiées par les radicaux libres. Les différentes réactions associées à ces étapes sont selon Boudraa [2].

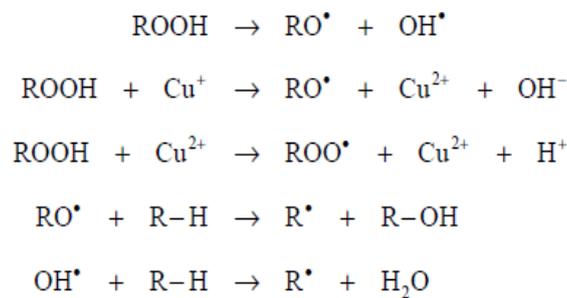
- Initiation



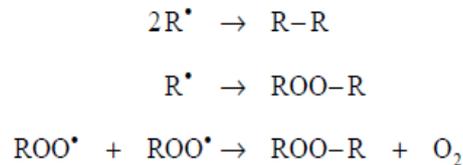
- Propagation



- Ramification



- Terminaison



où R-H est un hydrocarbure, ROOH des hydroperoxydes, ROO[•] un radical peroxyde.

Comme peuvent le décrire ces réactions, les produits finaux résultant de l'oxydation sont des alcools R-OH, des aldéhydes, des cétones, des esters, des acides, H₂O, CO, CO₂ et des hydrocarbures légers. Il se produit aussi des peroxydes (ROO-R) qui sont des produits intermédiaires du processus d'oxydation. L'ensemble de tous ces produits d'oxydation est la production de boues. Ce sont des substances partiellement conductrices qui précipitent hors de l'huile sur les isolants, la cuve, les surfaces du circuit de refroidissement, etc. Ces dépôts peuvent constituer des barrières conductrices en surface, diminuer la tenue mécanique du transformateur, obstruer les conduits de circulation d'huile et affecter le coefficient de transfert de chaleur entre les enroulements et l'huile. Le système de refroidissement perd ainsi son efficacité et l'élévation de la température qui en résulte accélère l'oxydation et la dégradation des isolants solides. Les principaux facteurs qui influencent l'oxydation des

huiles minérales sont l'oxygène, la température et les métaux agissant comme catalyseurs (figure I.8).

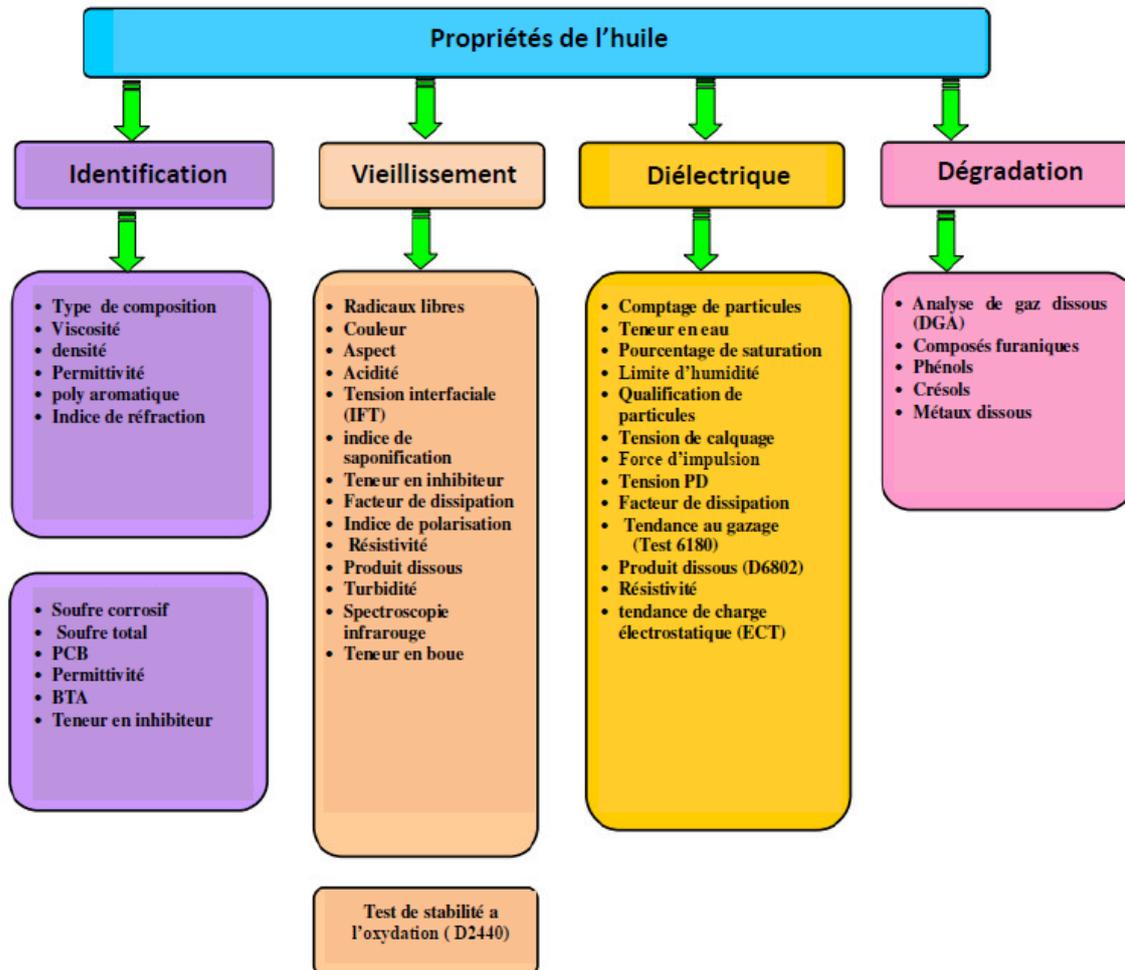


Figure I.8: Évaluation de l'état de l'huile isolante [6]

CONCLUSION

Certaines propriétés diélectriques de l'huile minérale isolante pour transformateurs à été abordée ; L'action combinée de la température et de l'oxygène en présence du cuivre, d'acier et du papier isolant dans les transformateurs électriques est le principal facteur de vieillissement d'une huile isolante. Dans les transformateurs électriques, en plus du phénomène de condensation, des gouttelettes d'eau peuvent parvenir également de l'isolation cellulosique puisque le séchage effectué sur les parties actives n'extrait pas la totalité de l'humidité emprisonné dans les pores du papier.

L'étude effectuée sur des échantillons d'huile minérale vieillis naturellement suite au fonctionnement normal des transformateurs de la gamme Electro-Industries en service. L'oxydation de l'huile minérale induit dans un premier temps une augmentation importante

de la conductivité pouvant conduire à des décharges partielles ou à une rupture diélectrique suivant le degré d'oxydation et les conditions d'exploitation ; la capacité de l'huile à évacuer la chaleur est une caractéristique à ne pas négliger car elle permet d'éviter l'échauffement du transformateur et de diminuer ainsi la dégradation prématurée de la cellulose et de l'huile. L'analyse de l'huile est un outil indispensable et reste une méthode efficace pour le diagnostic des transformateurs en service et l'évaluation du degré de vieillissement. En plus des conditions atmosphériques, les propriétés électriques et physico-chimiques de huiles minérales sont très influencées par les conditions d'exploitation notamment la charge réelle appliquée. .

Le choix d'un liquide destiné à l'isolation électrique n'est pas basé uniquement sur ses propriétés électriques mais aussi sur sa résistance au vieillissement ; par les conditions atmosphériques, notamment l'humidité et la température et sa capacité à évacuer la chaleur et de sa sécurité d'emploi. Cette garantie commence déjà par le bon choix de l'isolant liquide et cellulosique lors de la fabrication d'un transformateur ainsi que les conditions d'exploitation de ce dernier qui doivent être conformes au guide de charge [CEI 354].

CHAPITRE II
ADSORPTION

II. DEFINITION [8]

L'adsorption est un procédé de traitement, bien adapté pour éliminer une très grande diversité de composés toxiques dans notre environnement. Elle est essentiellement utilisée pour le traitement de l'eau et de l'air. Au cours de ce processus les molécules d'un fluide (gaz ou liquide), appelé adsorbat, viennent se fixer sur la surface d'un solide, [9] appelé adsorbant. Ce procédé définit la propriété de certains matériaux de fixer à leur surface des molécules (gaz, ions métalliques, molécules organiques, etc.) d'une manière plus ou moins réversible. Au cours de ce processus, il y aura donc un transfert de matière de la phase aqueuse ou gazeuse vers la surface solide qui met en jeu des forces, de faible intensité, appelées forces de Van-der-Waals et de Coulomb. Le processus d'adsorption se poursuit jusqu'à l'obtention d'un équilibre auquel correspond une concentration d'équilibre du soluté. La quantité du soluté adsorbée est liée donc à sa concentration résiduelle. L'adsorption est donc un phénomène d'interface pouvant se manifester entre un solide et un fluide (gaz ou liquide) [9]

Le solide acquiert alors des propriétés superficielles (hydrophobie ou hydrophilie) susceptibles de modifier l'état d'équilibre du milieu (dispersion, floculation). La nature des liaisons formées ainsi que la quantité d'énergie dégagée lors de la rétention d'une molécule à la surface d'un solide permettent de distinguer deux types d'adsorption : *adsorption physique* et *adsorption chimique*.

II.1. LES TYPE D'ADSORPTION

II.1.1 ADSORPTION PHYSIQUE

Ce type d'adsorption résulte de l'établissement d'un échange de forces de faible énergie entre la surface d'un solide et des molécules à proximité de cette surface. Dans ce cas, la rétention est le résultat des liaisons de nature électrostatique de type Van-Der-Waals. Du point de vue énergétique, la physisorption se produit à de basses températures avec des énergies de l'ordre de 10 Kcal.mol⁻¹ tous au plus. Elle correspond à un processus réversible (équilibre dynamique d'adsorption et de désorption) et ne conduit pas à une modification de l'identité chimique de la molécule adsorbée. Dans le cas d'une telle adsorption, le temps de rétention de la substance adsorbée est court et la surface adsorbante peut être recouverte de multiples couches moléculaires de produit adsorbé.

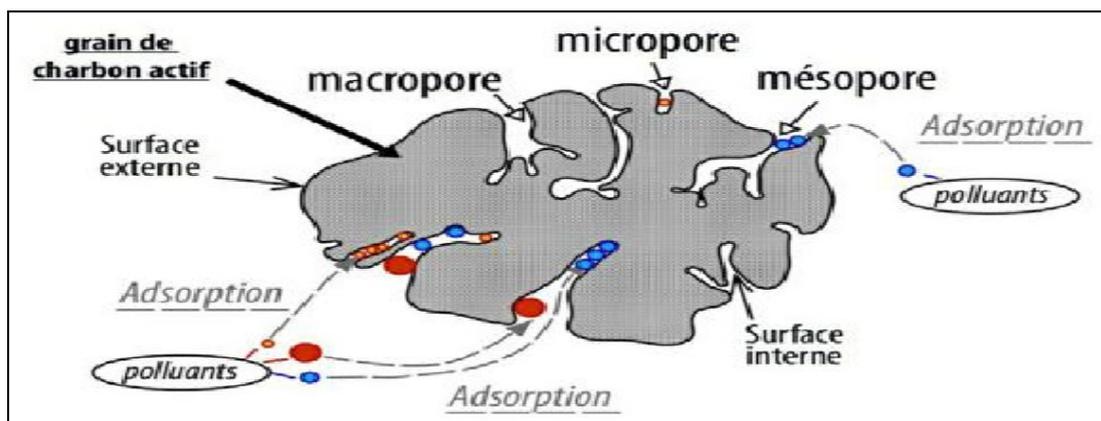


Figure II.1: Schéma de l'adsorption physique de polluants par un charbon actif.

II.1.2 ADSORPTION CHIMIQUE

Dans ce cas, l'adsorption est due à la formation d'une liaison chimique, covalente plus permanente, entre l'adsorbat et la surface de l'adsorbant. Par rapport au premier, l'adsorption chimique se distingue par des énergies d'adsorption plus élevées (2 à 100 Kcal mol⁻¹ contre quelques Kcal mol⁻¹) et par une fixation irréversible de l'adsorbat sur des sites d'adsorption très spécifiques. Elle est aussi favorisée à température élevée. Dans ce type d'adsorption, le temps de rétention est long ; et seule la première couche liée à la surface absorbante est chimiquement adsorbée, les autres couches, dans le cas où elles existent, sont retenues par physisorption. Il est à noter également que le phénomène d'adsorption constitue la première étape des réactions nécessitant l'emploi d'un catalyseur solide. Ce phénomène peut alors jouer un rôle prédominant dans la cinétique de réaction chimique.

II.2 MECANISMES D'ADSORPTION

Pour mieux qualifier et quantifier la rétention, il convient de s'intéresser aux phénomènes se produisant à l'échelle moléculaire, c'est-à-dire aux mécanismes d'adsorption. Les liaisons composés/adsorbant sont de deux types:

- Liaisons de fortes énergies (> 80 kJ. mol⁻¹) : liaisons ioniques et échanges de ligands ;
- Liaisons de faibles énergies (< 80 kJ. mol⁻¹) : interactions dipôle-dipôle, liaisons hydrogène, interactions hydrophobes.

Sur la base de ces liaisons, quatre mécanismes principaux peuvent être distingués.

II.2.1 ADSORPTION PAR LIAISON IONIQUE OU ECHANGE D'IONS

Ce mécanisme ne concerne que les produits sous forme cationique ou ceux qui peuvent le devenir, comme les bases faibles. Il s'agit d'une interaction entre la molécule et les groupements ionisés ou facilement ionisables de l'adsorbant, tels que les groupements phénoliques et carboxyliques présents dans la structure des charbons. Ces liaisons sont le plus souvent peu réactives.

II.2.2 ADSORPTION PAR LIAISON HYDROGENE (OXYGENEES, HYDROXYLES...)

Qui peuvent interagir par liaisons hydrogène avec les groupes complémentaires des molécules adsorbant, bien qu'il y ait une forte compétition avec les molécules d'eau pour ces sites d'adsorption.

II.2.3 ADSORPTION PAR LES FORCES DE VAN DER WAALS

Les forces de Van-der-Waals sont des attractions dipolaires de faible intensité qui agissent à courte distance. Leur action s'additionne à d'autres types d'interactions plus fortes. Dans le cas de molécules non-ioniques et apolaires, leur participation à la rétention n'est pas négligeable. Si la molécule est assez volumineuse et qu'elle peut s'adapter à la surface de l'adsorbant, ces forces sont alors additives et leur rôle peut devenir important.

II.2.4 RETENTION HYDROPHOBE

Ce type de mécanisme concerne en particulier les composés non-ioniques et apolaires. Deux approches peuvent être distinguées :

- Certains auteurs proposent un mécanisme d'adsorption hydrophobe indépendant du pH. Les molécules des produits phytosanitaires apolaires interagissent avec les sites hydrophobes du support comme les chaînes aliphatiques, les fractions lipidiques, les dérivés de la lignine (riches en carbone avec peu de groupes fonctionnels). Ces sites sont relativement accessibles car il n'y a quasiment aucune compétition avec les molécules d'eau.
- D'autres auteurs préfèrent ne pas parler d'adsorption mais plutôt d'une partition. Ils assimilent la surface de l'adsorbant à un solvant liquide non-miscible à l'eau [1].

II.3. PARAMETRES AFFECTANT L'ADSORPTION

Un grand nombre de paramètres et de propriétés, du support et du substrat, peuvent influencer le processus d'adsorption et notamment la capacité et la cinétique de rétention d'une substance sur un support, Il s'agit des paramètres suivants :

II.3.1 CARACTERISTIQUES DE LA MOLECULE

II.3.1.1 Taille de molécules adsorbées

La disposition des molécules sur la surface du matériau peut fortement affecter le processus d'adsorption. Nous citons comme exemple la fixation, sur un support et à la verticale, des acides et des alcools à longue chaîne carbonée par l'intermédiaire de leur groupement carboxylique (-COOH) et hydroxyle (-OH) respectivement dans le cas d'un recouvrement élevé (forte concentration du substrat).

Ceci conduit à une fixation forte du substrat. En effet, d'un point de vue purement mécanique, il faut que la taille de la molécule soit inférieure au diamètre du pore d'adsorbant pour que celle-ci puisse diffuser rapidement dans le volume poreux et atteindre le site d'adsorption.

II.3.1.2 Solubilité

Plusieurs chercheurs ont montré que les constantes d'adsorption ont tendance à être plus importants quand la solubilité du composé diminue. D'autres chercheurs, présentent un certain nombre de relations entre la constante d'adsorption et diverses propriétés de la molécule organique.

II.3.1.3 pKa

Un certain nombre de produits organiques sont caractérisés par des propriétés d'acides faibles ou de bases faibles. Le **pH** conditionne donc la forme sous laquelle se trouve la molécule (ionisée ou neutre). Ainsi, ce ne sont pas les mêmes éléments de la matrice qui interviendront dans le mécanisme d'adsorption. La majorité des études, montrent que la rétention est maximale lorsque le *pH* est égal au *pKa*. Toutefois, il ne faut pas confondre le *pH* de l'eau et le *pH* à la surface des sédiments.

En général, ce dernier est inférieur d'environ deux unités, car il dépend de la qualité de groupements carboxyliques et phénoliques. Le *pH* reste cependant un facteur limitant du milieu puisqu'il ne peut pas être facilement modifié.

II.3.1.4 Polarité et polarisabilité de la molécule adsorbée

L'adsorption va être fortement influencée par les dimensions du composé à piéger (surface, volume), mais aussi par les groupements fonctionnels de la molécule (alcools, aldéhydes, cétones, acides carboxyliques, amines, soufre, halogène...) induisant des effets de polarisabilité plus ou moins marqués. Des études importantes ont été entreprises afin de déterminer des relations quantitatives entre la structure moléculaire et les paramètres d'adsorption (capacité d'adsorption, énergie d'interaction). La forte réactivité de certaines molécules peut donner lieu à des réactions d'oxydation à la surface de l'adsorbant qui joue

alors le rôle de catalyseur. Un mélange de composés impliquera donc une compétition d'adsorption entre les divers composés et réduire les capacités unitaires d'adsorption.

II.3.1.5 Température [10]

L'adsorption est un phénomène exothermique. En pratique, il n'y a pas de modification significative dans l'intervalle 5-20 C°.

II.3.2 STRUCTURE DE L'ADSORBANT

II.3.2.1 Nature de l'adsorbat [10]

D'après la règle de LUNDENIUS : "moins une substance est soluble dans le solvant, mieux elle est adsorbée". D'après la règle de TRAUBE, l'adsorption à partir des solutions aqueuses, croit lorsqu'on parcourt une série d'homologues (équivalent).

Elle joue un rôle déterminant dans la fixation du substrat, par la taille de ses particules. En effet plus la taille est petite, plus la surface de contact sera grande. Ce qui va alors augmenter son pouvoir de rétention. En outre, cette surface s'accroît lorsque le support est poreux.

II.3.2.2 Porosité [10]

La distribution poreuse ou porosité est liée à la répartition de la taille des pores. Elle reflète la structure interne des adsorbants microporeux.

II.3.2.3 Surface spécifique [10]

L'adsorption lui est proportionnelle. La dépendance de la cinétique d'adsorption à la dimension de la surface externe des particules est fondamentale. Cette surface spécifique externe ne représente pourtant qu'une portion minime de la surface totale disponible à l'adsorption. Cette surface totale peut être augmentée par un broyage de la masse solide qui multiplie encore sa porosité totale [8].

Les solides dans les milieux naturels (argiles, silice...) possèdent des surfaces spécifiques variables avec l'état physico-chimique du milieu aqueux (pH, nature des cations liés, saturation de la surface par les molécules organiques...). Ainsi certaines argiles comme les bentonites (Montmorillonite par exemple) ont une surface, accessible à la plupart des molécules, variant de 40 à 800 m². g⁻¹. Leur capacité d'adsorption est très variable mais constitue le paramètre essentiel de la régulation des échanges et de la mobilité des éléments dans le milieu naturel.

Les adsorbants industriels (essentiellement les charbons actifs) développent des surfaces spécifiques énormes (600 à environ 1200 m².g⁻¹) caractéristiques d'une très forte microporosité. D'autres adsorbants comme les hydroxydes métalliques formés au cours de la coagulation-floculation développent eux aussi de très grandes surfaces dont l'extension est

étroitement dépendante du pH. Dans ce cas la capacité d'adsorption de la molécule à éliminer est proportionnelle à la surface spécifique de l'adsorbant. Plus la surface est importante, plus grande sera la quantité de molécules adsorbées. Il convient d'utiliser un adsorbant majoritairement microporeux (diamètre de pore < 2 nm) pour la plupart des applications en traitement de l'air afin d'obtenir une bonne adsorption.

II.4. CINÉTIQUE D'ADSORPTION [8]

Le transfert d'un adsorbat de la phase liquide vers un site d'adsorption, représenté par la **Figure 10**, fait intervenir les étapes suivantes :

- **1ère étape** (la diffusion externe) : le transfert des molécules de soluté de la phase liquide externe vers la phase liquide liée à la particule solide (par diffusion et par convection).
- **2ème étape** (la diffusion interne) : le transfert du soluté à travers le film liquide vers la surface externe de l'adsorbant (caractérisé par le coefficient de transfert K_f).
- **3ème étape** : la diffusion de l'adsorbat à l'intérieur de la particule de l'adsorbant sous l'effet du gradient de concentration. La molécule adsorbat peut diffuser d'un site d'adsorption à un autre soit à l'état libre (après désorption) dans la phase liquide intraparticulaire (migration caractérisée par un coefficient de diffusion D_f), soit à l'état adsorbé, d'un site d'adsorption vers un site adjacent (migration de surface caractérisée par un coefficient de diffusion D_s).
- **4ème étape** : l'adsorption.

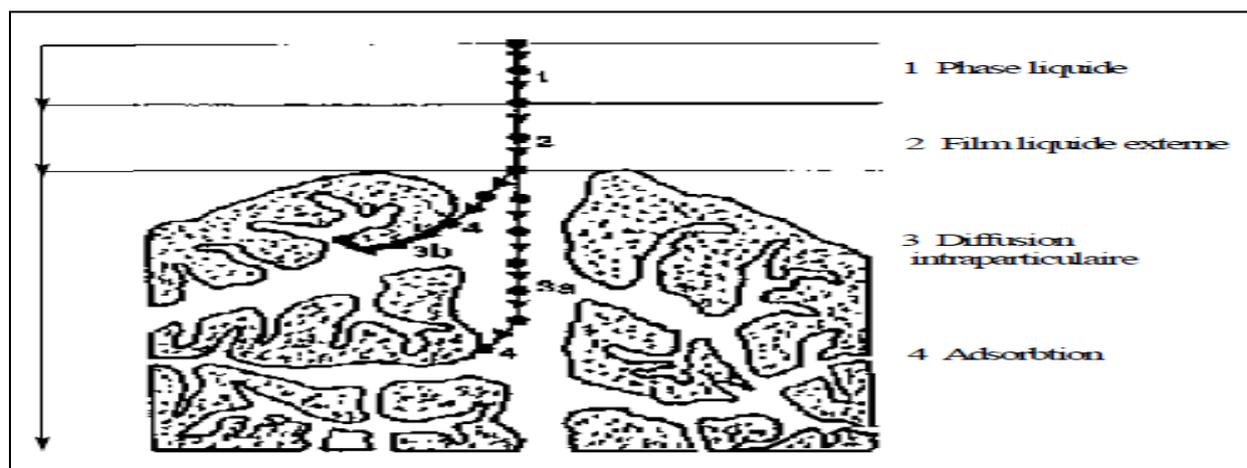


Figure II.2: Différentes étapes de transfert d'un soluté lors de son adsorption sur un Matériau microporeux d'après *WEBER et SMITH*[8]

II.5 GRANDS TYPES D'ADSORBANTS [8]

Tous les adsorbants sont caractérisés par un certain nombre de propriétés physiques :

- Porosité interne ;
- Fraction de vide externe correspondant à un garnissage en vrac ;
- Masse volumique de la particule ;
- Masse volumique réelle ;
- Surface spécifique des pores ;
- Rayon moyen des pores.

II.5.1 PRINCIPAUX ADSORBANTS

II.5.1.1 Charbons actifs

a) Généralité

Le principal adsorbant utilisé en pratique est le charbon actif. Il est obtenu à partir de matières organiques (bois, tourbe) carbonisées, puis activées (dégagement des cavités remplies de goudron lors de la carbonisation). Le charbon actif peut être obtenu soit sous forme de poudre avec des pores de quelques μm de dimension, soit sous forme de grain. Il peut être régénéré selon trois procédés de désorption : à la vapeur, thermique et chimique.

L'expérience montre que les charbons actifs sont des adsorbants à très large spectre : la plupart des molécules organiques se fixent à leur surface, les moins retenues étant les molécules les plus polaires et celles linéaires, de très faible masse molaire (alcools simple, premiers acides organiques...). En revanche, les molécules peu polaires, génératrices de goût et d'odeur, et les molécules à haute masse molaire sont, pour des raisons différentes, bien adsorbées sur les charbons.

Outre ces propriétés adsorbants, les charbons actifs sont également des supports de bactéries capables de dégrader une fraction de la phase adsorbée. Ainsi une partie du support est continuellement régénérée et susceptible de libérer des sites permettant de fixer des nouvelles molécules. Les charbons actifs sont disponibles sous deux formes : charbon actif en poudre (CAP) et le charbon actif en grains (CAG). Le CAG est, la plupart du temps, employé dans le traitement de l'eau. Sur **Tableau II.1** Sont regroupées quelques caractéristiques des charbons activés.

Tableau II.1: Principales caractéristiques du charbon activé [8]

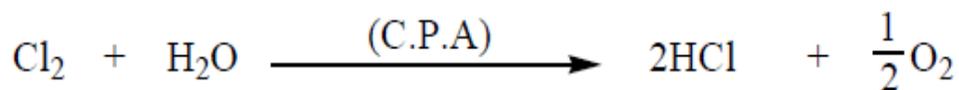
Caractéristique	Description
Diamètre Effectif	Poudre : 8-9 ; granules : 0,55 -1,05. Augmentation du taux d'adsorption et des pertes de charge lorsque la grosseur des grains diminue.
Surface d'adsorption	De 850 à 1500 m ² /g. Plus cette surface est grande plus le charbon activé est efficace.
Nombre de mélasse	Il est associé à la capacité du charbon activé d'absorber les impuretés de masses moléculaires élevées.
Densité brute	Evolution du volume de charbon activé utilisé.

b) Principales applications

Les charbons actifs sont utilisés dans plusieurs domaines :

- Le traitement des eaux potables ou des eaux industrielles qui sont produites à partir des eaux de surface. Le charbon actif fixe alors les composés organiques dissous qui n'ont pas été éliminés par autoépuration (ou élimination biologique naturelle). Nous citons en exemple les substances qui donnent le goût et la saveur à l'eau. Ces adsorbants retiennent également certains métaux lourds à l'état de traces.
- Le traitement tertiaire des eaux résiduaires ou industrielles. Dans ce cas le charbon actif peut être considéré comme un complément au traité biologique. Ce procédé est utilisé pour l'élimination des colorants.
- Le traitement des eaux résiduaires industrielles : ce traitement est employé lorsque l'utilisation des techniques biologiques n'est pas permise. Le but du charbon actif est donc d'éliminer les composés toxiques non biodégradables.
- La purification industrielle des produits pharmaceutiques, chimiques ou alimentaires (sucre, huiles végétales...etc.).
- Régénération d'une huile usagée issue des transformateurs de puissances
- L'action catalytique en tant que support de catalyseur :

Le charbon exerce un effet catalytique lors de la réaction d'oxydation de l'eau par le chlore libre :



Ainsi, on effectue la décoloration d'une eau ayant subi un traitement de chloration par excès. Enfin, Il est à noter que les traitements avec le charbon actif en poudre ou en grains sont d'un intérêt croissant car ils se caractérisent essentiellement par :

- Un faible coût dynamique.
- Une mise en œuvre simple.
- Une meilleure compétitivité par rapport à d'autres procédés de traitement telle que la biodégradation.

c) Structure du charbon actif

La structure du charbon actif est semblable à celle du graphite. En effet la structure cristalline de ce dernier consiste en un ensemble de couches planes d'atomes de carbone, ordonnés en hexagone réguliers, comparables aux cycles aromatiques (Figure II.3). L'analyse de diffraction aux rayons X, révèle que sa structure est graphitique, mais avec quelques différences, notamment par la disposition de ces couches planes d'atomes de carbone en un agencement désordonné et par la formation de groupements fonctionnels, dus à la présence d'hétéroatomes (oxygène, métaux, hydrogène, etc.) dans le réseau cristallin. Ces modifications de structure pourront engendrer des interactions spécifiques (groupements fonctionnels) et des interactions non spécifiques (hétérogénéité du réseau) pour cet adsorbant.

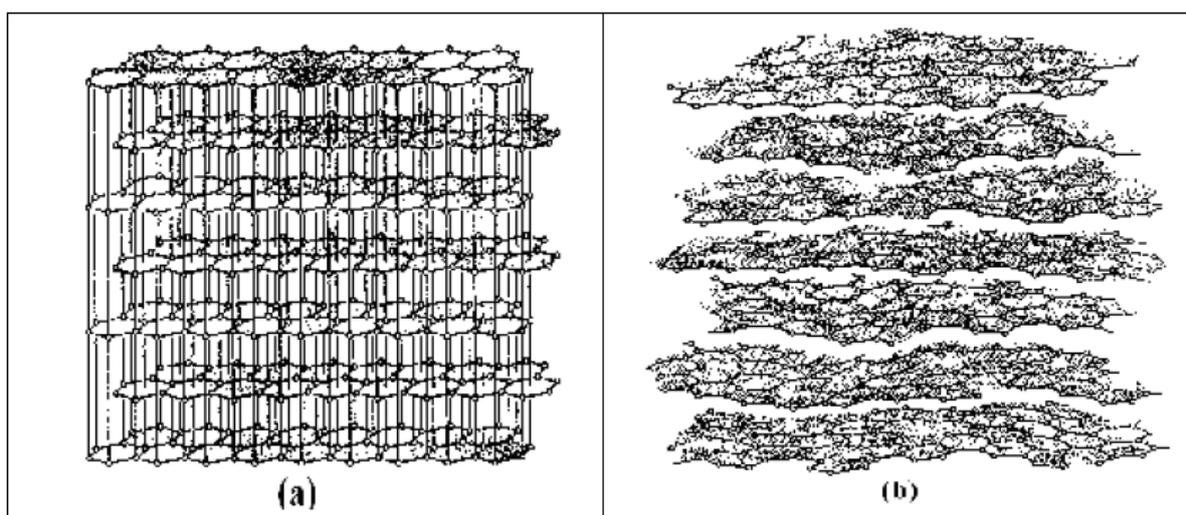


Figure II.3: Structure cristalline (a) graphite (b) charbon actif [8]

d) Texture du charbon actif

La texture du charbon actif se caractérise essentiellement par deux paramètres qui sont l'aire spécifique et la porosité. Ils sont essentiels pour la détermination des capacités et des cinétiques d'adsorption. Une classification simple permet de distinguer trois sortes de pores des :

- **Macropores**: ils possèdent un rayon moyen compris entre 500 et 1000 Å et peut atteindre jusqu'à 20000 Å. L'ordre de grandeur de leurs aires massiques (0,5 à 2 m²/g) montre qu'ils influencent faiblement la capacité d'adsorption.
- **Mésopores**: ils ont un rayon compris entre 18-20 Å et 500-1000 Å. Leurs surfaces spécifiques (25 à 75 m². g-1) montrent qu'ils peuvent influencer moyennement la capacité d'adsorption. En effet, les phénomènes de condensation capillaire ne peuvent se dérouler qu'à l'intérieur de ces Mésopores. Ils sont considérés comme des pores de transition en contrôlant le passage des adsorbats vers les micropores.
- **Micropores** : ils constituent pratiquement l'essentiel de la surface spécifique totale (95%). Leur rayon qui est inférieur à 18-20 Å (de l'ordre de la taille des molécules simples) leur confère un très grand rôle dans le processus d'adsorption. Concernant le pouvoir adsorbant du charbon actif, il a été clairement établi que la porosité peut limiter les capacités de ce matériau vis-à-vis des molécules complexes, principalement celles à haut poids moléculaire. Ce qui va contrôler la vitesse de diffusion des substrats à l'intérieur des particules du charbon actif.

II.5.1.2 Argiles

II.5.1.2.1 Définition

En tant que matière première brute, l'argile est un mélange de minéraux argileux et d'impuretés cristallines sous forme de débris rocheux de composition infiniment diverse. Le comportement des argiles dépend d'une manière générale de leur minéralogie, granulométrie et de leur histoire géologique. Une argile peut être définie en fonction de critères minéralogiques et granulométriques :

a- Du point de vue minéralogique : les argiles sont des roches sédimentaires, silico-alumineuses, constituées de variétés de minéraux très fins. Les constituants fondamentaux de cette roche sont les phyllosilicates en plus de divers autres composés tels que le quartz, les carbonates, les oxydes, etc.

Les éléments (Si-O) des argiles se disposent selon une géométrie hexagonale typique qui donne lieu à une séquence appelée tétraédrique (Te). Dans cette séquence, chaque

tétraèdre partage trois de ses sommets avec trois autres tétraèdres. De la même manière, les éléments (Al-O) forment d'autres séquences qui se disposent en forme de petits feuillets octaédriques (Oc).

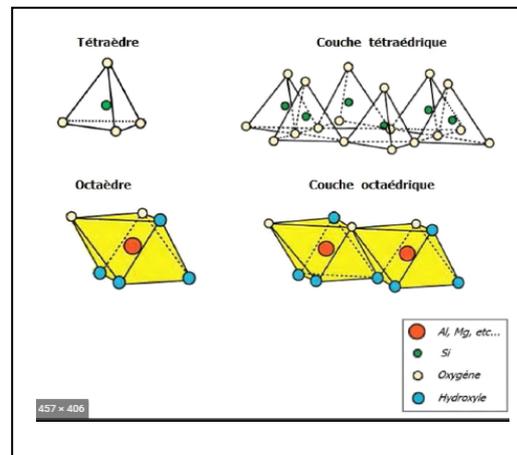


Figure II.4: Représentation des tétraèdres de silicium et des octaèdres d'aluminium et de Magnésium ainsi que leur agencement en couche [8]

L'union de ces deux types de feuillets par des liaisons (Si-O-Al) conduit à la formation de structures complexes appelées couches. Ainsi, la structure des argiles est formée généralement d'un empilement de feuillets séparés les uns des autres par des espaces interfoliaires. L'association d'un feuillet et d'un espace interfoliaire forme l'unité structurale du minéral. Selon la disposition des feuillets, deux types d'empilements peuvent être distingués (Figure II.4). Le cas le plus simple est celui où la couche est formée de deux feuillets, l'un Te et l'autre Oc, c'est le type 1 :1. L'autre cas est celui où les feuillets sont disposés de la manière suivant Te-Oc-Te, ce type est noté 2 :1.

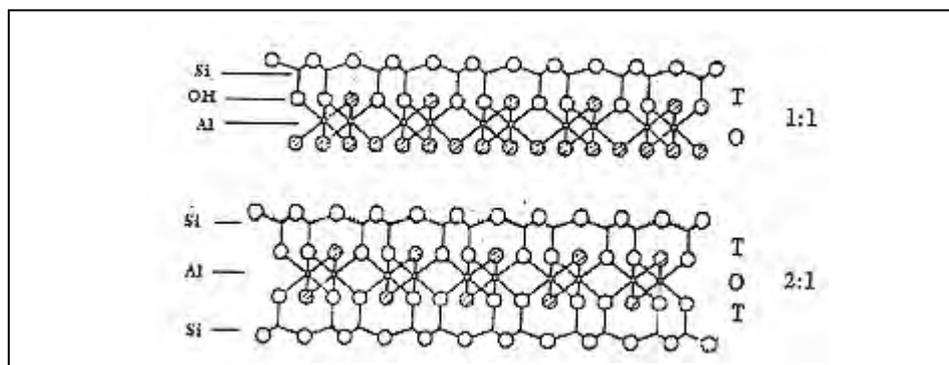


Figure II.5: Représentation schématique des minéraux argileux [8]

b- Du point de vue granulométrique, en pédologie et mécanique des sols, une argile (ou fraction argileuse d'un sol) est définie comme étant la fraction inférieure à 2 microns.

Cependant, dans tout matériau argileux, les fractions granulométriques supérieures (de 2 à 20 microns) contiennent également des minéraux argileux (phyllo silicates : mica, chlorite, vermiculite)

Dans un minéral argileux, deux feuillets successifs sont séparés les uns des autres par un espace inter foliaires. Cet espace peut être vide (talc, pyrophyllite) ou être occupé par des cations secs (micas), par des cations plus ou moins hydratés (vermiculites et smectites) ou par une couche complémentaire (chlorite).

L'ensemble, feuillet plus espace inter foliaire, constitue l'unité structurale dont l'épaisseur est mesurée en Angstrom ; cette distance fondamentale est comprise entre 7 Å et 17 Å dans le cas des minéraux argileux simples. Dans le cas d'interstratifiées, la composition, l'organisation et le nombre de feuillets ainsi que l'épaisseur fondamentale sont variables.

Les liaisons existantes entre les feuillets sont considérées de type ionique et sont par conséquent très fortes, contrairement aux liaisons qui agissent entre les couches et qui sont assimilées à des liaisons hydrogénées ou de Van-Der-Waals. Ces liaisons permettent de distinguer entre les différents types d'argiles et conditionnent leurs propriétés chimiques et physiques. En effet, elles permettent de déterminer la distance de base (distance entre la base d'une couche et celle de la couche suivante). Ainsi, plus les forces unissant les couches sont faibles, plus l'argile tend à se cliver présentant l'aspect typique en « écailles ». Aussi, ces liaisons influencent la tendance de la structure des argiles à se dilater en présence de certains liquides, notamment l'eau, qui par infiltration entre les couches, conduit au phénomène de gonflement, phénomène propre aux argiles.

On distingue deux classes d'argiles en fonction de leur capacité d'adsorption :

- Les argiles gonflables : cette classe se scinde en deux groupes, les smectites (montmorillonite, saponite, hectorite et beidillite) et la vermiculite.
- Les non gonflables : dans cette classe, on distingue trois types d'argiles qui sont l'illite, la chlorite et la kaolinite.

Les argiles gonflables présentent un grand pouvoir adsorbant, et accueillent un volume d'eau beaucoup plus important lors de leur hydratation par comparaison aux argiles non gonflables.

II.5.1.2.2 Les principaux adsorbants argileux

Les argiles les plus fréquemment étudiés en tant qu'adsorbant sont la montmorillonite, la kaolinite, l'illite et la bentonite.

a- La montmorillonite

Une argile de type (2 :1) et de structure $(M (Al_{1,67}Mg_{0,33} OH_2) Si_4O_{10})$ avec «M = Na, K ou Ca », elle se caractérise par d'importants phénomènes de dilatations et de substitutions isomorphes et est très répandue dans les sols. La montmorillonite est une smectites dioctaédrique où l'ion Na^+ joue le rôle de cation neutralisant de la charge induite par les phénomènes de substitution partielle soit de Al^{3+} octaédrique par Mg^{2+} ou Fe^{2+} soit du Si^{4+} tétraédrique par Al^{3+} .

Les propriétés particulières de ce type d'argile sont les suivantes :

- Les cohésions entre les feuillets sont faibles. Le clivage est aisé et spontané dans l'eau et par conséquent, il se produit une grande dispersion.
- Quand il n'y a pas de clivage, l'eau et ses électrolytes se placent entre les feuillets et les éloignent les uns des autres en causant le gonflement des argiles.
- La surface spécifique de la montmorillonite peut aller jusqu'à $800 \text{ m}^2/\text{g}$, ce qui explique sa tendance à fixer des actions échangeables.
- La surface de la montmorillonite présente une grande dispersion et une importante réactivité, notamment vis-à-vis de l'ion OH^- .

b- La kaolinite

Une argile de type (1 :1) et de structure $(Al_2Si_2O_5)$. Le feuillet de kaolinite résulte de la liaison d'une couche tétraédrique avec une couche octaédrique, la liaison se faisant par les atomes d'oxygène. La particule de kaolinite est formée d'un empilement de ces feuillets, de l'ordre d'une centaine. Les feuillets sont liés les uns aux autres par des liaisons hydrogènes relativement fortes qui empêchent le phénomène de dilatation et font de sorte que la distance de base ait une valeur faible de l'ordre de $7,2 \text{ \AA}$. Par conséquent il en résulte que :

- L'empilement est difficile à dissocier
- Le minéral est stable et l'eau ne peut ni circuler entre les feuillets ni provoquer un gonflement ou un retrait des particules.

Cette argile est particulièrement répandue dans les sols provenant de régions à climat chaud et humide.

c- L'illite

Cette argile est une phyllosilicates de type (2 :1). C'est un matériau de transition entre les micas muscovitiques et la montmorillonite. L'illite est une argile très répandue dans les sols et est un précurseur des minéraux tel que la vermiculite et les smectites. Elle se transforme dans la couche intermédiaire par substitution des cations non échangeables avec des cations hydratés échangeables.

d- La bentonite

C'est une argile en partie amorphe avec une composition variable. Elle contient plus de 75 % de montmorillonite, mais d'autres minerais d'argile telles que l'illite et la kaolinite peuvent être présents, aussi bien qu'une quantité variable de minerais détritiques non-argileux. Bien que certaines bentonites semblent relativement pures, la teneur des minerais non argileux est très rarement en dessous de dix pour cent 10 %. La cristobalite est fréquemment présente en bentonite.

La composition de la montmorillonite elle-même change d'une bentonite à l'autre, dans son treillis ou en forme d'ions échangeables. En conséquence, les caractéristiques de la bentonite peuvent changer d'un produit à l'autre (figure II.6).

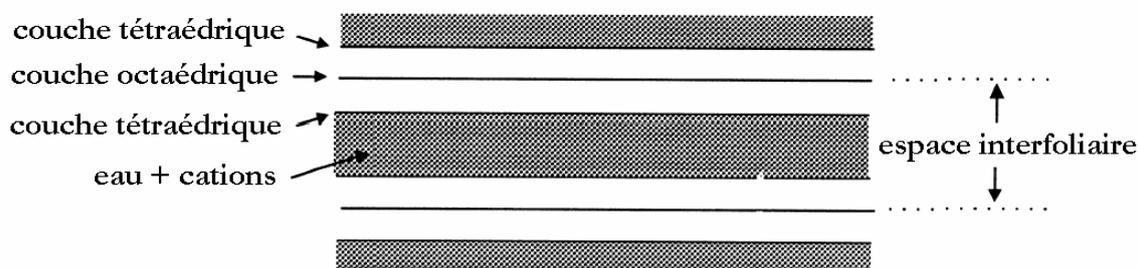


Figure II.6: Représentation de l'espace inter foliaire (distance basale) entre deux feuillets de Montmorillonite [8]

Les bentonites comme l'argile ont la propriété d'adsorber certains cations et anions à leurs surfaces et de la maintenir à un état échangeable, la réaction d'échange étant stœchiométrique.

Les bentonites se caractérisent par une capacité élevée d'adsorption, d'échange ionique et de gonflement, ainsi que par des propriétés rhéologiques particulières (thixotropie).

Elles ont de ce fait de larges applications, toujours plus nombreuses et dans différents domaines (forage, fonderie, céramique, peinture, pharmacie, terres décolorantes, etc.).

La majeure partie de la bentonite exploitée dans le monde est utilisée comme liant du sable de moulage, dans l'industrie de la fonderie et aussi pour épaisir les fluides de forage.

Avant leurs applications techniques, les bentonites brutes doivent être soumises à une préparation adaptée aux exigences de leur utilisation (activation).

Ainsi, lors de l'activation alcaline, les bentonites calciques, les plus fréquentes, sont transformées par traitement avec de la soude en bentonites de sodium, qui se caractérisent notamment par une capacité dégonflement plus élevée.

L'activation avec des acides comme l'acide chlorhydrique augmente la porosité par dissolution périphérique des smectites. Il en résulte un produit de haute capacité d'adsorption.

Les principaux pays producteurs sont les Etats-Unis (environ 4 millions de tonnes par an) la Grèce et l'Allemagne.

En Algérie, les gisements de bentonite les plus importants économiquement se trouvent dans l'Oranie (ouest algérien). On relève en particulier la carrière de Maghnia (Hammam Boughrara) dont les réserves sont estimées à un million de tonnes et de celle de Mostaganem (M'zila) avec des réserves de deux millions de tonnes.

II.5.1.2.3 Autres adsorbants

En plus des adsorbants naturels déjà mentionnés, de nouveaux adsorbants sont développés.

a- Les zéolithes

Ce sont des silico-aluminates hydratés à l'état cristallin. Ces composés possèdent la propriété de perdre lentement leur eau de cristallisation par chauffage modéré, sans changer de structure cristalline. Ils deviennent spongieux et très adsorbants. Il existe des zéolithes artificielles, avec des pouvoirs adsorbants très importants. Ils possèdent la propriété de fixer les sels de métaux lourds qui se trouvent dans les eaux.

b- Adsorbants minéraux

Les alumines et oxydes métalliques divers ; bien que présentant, pour certains, des surfaces spécifiques importantes (300 à 400 m².g⁻¹). Ces solides adsorbent plus sélectivement que les charbons. Leur capacité dépend étroitement du pH et de leur méso porosité. En dessous du point isoélectrique, seules les molécules chargées négativement sont adsorbées sur les sites positifs.

Dans l'état actuel de leur développement, ils ne peuvent être compétitifs vis-à-vis du charbon actif. Cependant, certains de ces solides, comme les alumines ou les oxy-hydroxydes ferriques, présentent un réel intérêt pour l'élimination du fluor, des phosphates des nitrates etc.

c- Adsorbants organiques

Résines macromoléculaires à surfaces spécifiques comprises entre 300 et 750 m². g⁻¹; leurs capacités sont très médiocres par rapport à celles des charbons actifs. Cependant, ces résines ont une meilleure cinétique d'adsorption et sont souvent plus faciles à régénérer (énergie de liaison faible)

CHAPITRE III

LE PROCESSUS DE REGENERATION DES HUILES

USAGEES

III. Introduction à la régénération [7]

Selon la Commission Electrotechnique Internationale CEI, la régénération correspond à un processus qui, grâce à des moyens chimiques et des absorbants, élimine les contaminants et produits acides entraînant la détérioration de l'huile afin d'obtenir une huile aux caractéristiques similaires à celles d'un produit neuf. La régénération n'est pas un processus de séchage.

Si l'isolation du transformateur est très humide, le séchage du transformateur doit être associé à la régénération. Le dégazage et le filtrage ne sont pas des processus de régénération. En supprimant les acides, la boue et les autres produits responsables de la dégradation, le vieillissement de l'huile est ralenti. Ce procédé a également un effet bénéfique sur le vieillissement de l'isolation en papier.

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

Etant donné que le vieillissement de l'isolation est un processus irréversible, il est essentiel de régénérer l'huile avant que la dégradation ne soit trop avancée. A l'aide d'un appareil de régénération de l'huile, la totalité du volume d'huile du transformateur traverse plusieurs fois (8 à 12 fois) les colonnes remplis d'adsorbons.

Lors du processus d'absorption, le matériau est économiquement viable pour supprimer les produits responsables du vieillissement de l'huile et de l'isolation. Lorsque l'huile est remplacée ou que la quantité d'absorbant est insuffisante, sa durabilité est compromise. Toutefois, il est moins coûteux de remplacer l'huile que de la régénérer pour les transformateurs de moins de 2 MVA. Pour les transformateurs de plus de 10 MVA, le changement d'huile est 30 % plus cher que la régénération de l'huile.

III.1 COLLECTE ET TRANSPORT [5]

Les systèmes de collecte des huiles sont conditionnés par la typologie des centres de production. Les industries se consacrant à la récupération et au traitement des huiles sont peu nombreuses : chacune de ces industries doit donc se charger d'une vaste zone géographique.

A l'effet de la logistique de collecte, il faut faire la différence entre :

- La collecte et le stockage initial de l'huile usée, qui doit être effectué au sein des points de génération, c'est-à-dire dans les industries, les ateliers mécaniques, etc.
- Le retrait et le transport depuis les points de génération jusqu'aux centres ou industries de traitement.

Le critère le plus important au niveau de l'organisation des systèmes de collecte

La séparation des différents types d'huiles usées à la source facilite le traitement postérieur et augmente par conséquent la valeur de l'huile usée.

En effet, ceci entraîne une réduction des niveaux d'éléments polluants dans les produits finaux. La collecte des huiles usagées est gratuite uniquement pour les huiles qui n'ont pas été mélangées à d'autres déchets liquides (eau, solvants, hydrocarbures, huiles solubles, huiles de friture, pyralène et autres produits contenant des PCB).

Par conséquent, il faut prendre en compte pour tout système de collecte, les différentes sources de production de l'huile usée et s'efforcer de procéder à la séparation à la source, ce qui facilite les traitements postérieurs et réduit les coûts de ces derniers.

Les collectes en général des huiles usagées se font auprès de :

- Garages, concessionnaires, stations de vidange, stations-services ; Sociétés de transports routiers, fluviaux, aériens, ferroviaires, de personnes et de marchandises ;
- Usines, ateliers, entreprises industrielles ; Professionnels du secteur agricole et garages spécialisés dans le machinisme agricole ;
- Collectivités et services de travaux publics ;
- Déchèteries disposant de conteneurs à huiles usagées destinés aux particuliers
- Services de l'armée et de la gendarmerie ;
- Entreprises traitant des déchets renfermant de l'huile usagée (ex : démolition automobile, traitement de filtres à huile.

Il faut également souligner que, de manière général, et selon la réglementation des divers pays, le rejet non-contrôlé des huiles usées est illégal. Cependant, il est évident que cette pratique est toujours en vigueur dans de nombreux pays, soit parce que ceux-ci ne disposent pas d'un système de collecte et de traitement, soit parce que la population n'est pas réceptive aux questions liées à l'environnement.

III.2 LA COLLECTE EN ALGERIE [5]

En Algérie, c'est à partir de 1984 que l'on peut avancer l'idée du lancement du processus de récupération et de valorisation des huiles usagées.

Selon le ministère de l'Aménagement du territoire et de l'environnement, en Algérie 180.000 tonnes de lubrifiants, utilisés annuellement dans les deux secteurs des transports et de l'industrie, génèrent près de 90.000 tonnes d'huiles usagées, soit 50% du volume global des lubrifiants. Sur l'ensemble de ces déchets, un volume de 72.000 tonnes représente des huiles de moteurs (huiles noires) alors que les 18.000 tonnes restantes sont des huiles industrielles (huiles claires).

Malgré l'importance du volume des lubrifiants usagés, en augmentation constante d'une année à une autre, le processus se limite à la collecte et au stockage des huiles usagées en vue de leur exportation à l'état brut ; où elles subissent des traitements dans des unités de régénération pour être mises, une deuxième fois, sur les marchés de ces pays.

Une dizaine de collecteurs sont agréés par le ministère de l'Environnement, mais qui n'arrivent même pas à ramasser tous les déchets générés.

III.3 LE TRANSPORT DES HUILES STOCKEES

Le transport des huiles stockées des centres de production aux entreprises de gestion doit être effectué par des entreprises habilitées à réaliser ce service ; ces entreprises dépendent généralement d'organisations nationales (celles-ci organisent et contrôlent les actions en dernier ressort).

Ces entreprises de transport doivent présenter un registre signalant les points de collecte, les quantités transportées et la typologie de l'huile collectée. Lors de la collecte, on effectue deux relevés, correctement codifiés. L'un des deux relevés revient au producteur, et l'autre est conservé par la compagnie de transport. Ces deux relevés sont indispensables pour régler les éventuels problèmes (détection d'anomalies dans la composition de l'huile usée).

En plus de l'huile collectée et transportée jusqu'aux centres de traitement dans des véhicules spécialement adaptés, le transporteur doit remettre à l'arrivée les relevés, qui serviront à réaliser les analyses correspondantes. Parmi les examens analytiques généralement effectués, on distingue les déterminations de densité, la teneur en eau, en sédiments, en PCB, en métaux, en soufre, en chlore, etc.

III.4 GESTION DES HUILES USAGEES

Le rejet non-contrôlé des huiles usées n'est accepté en aucun cas. Des orientations sont données sur les actions à mettre en place quant à la gestion de ce type de déchets. Les lignes d'actions élémentaires sont les suivantes :

1- Nouveau traitement, minimisation à la source

Pour les huiles industrielles utilisées dans les systèmes hydrauliques, l'entreprise et le système hydraulique eux-mêmes peuvent procéder à une réutilisation après un traitement de nettoyage de l'huile. Ce traitement permet de prolonger le cycle de vie de l'huile.

2- Re-raffinage / Régénération

Les différents processus actuels de régénération ont pour objectif l'obtention d'huiles de base qui seront utilisées pour la production de nouvelles huiles. Les autres produits secondaires issus des processus sont destinés à d'autres applications.

3- Combustion

L'objectif final de la combustion est la valorisation énergétique pour l'obtention de chaleur, ce que l'on obtient dans des cimenteries, des centrales thermiques, des raffineries, ou la valorisation énergétique au moyen d'installations de cogénération, pour obtenir de l'électricité.

Le processus de combustion est possible dès l'instant où les paramètres d'émission dans l'atmosphère sont respectés, particulièrement en ce qui concerne les émissions des métaux lourds présents dans les huiles usées. Ce processus peut se dérouler au sein d'installations dont la puissance est supérieure à 3MW.

III.5 DEFINITION DE LA REGENERATION

Les Huiles usées produites chaque année représentent la plus grande quantité de déchets liquides organiques dangereux au monde. Afin de diminuer le volume de ces huiles, beaucoup d'entreprises favorisent principalement la réutilisation et le recyclage des huiles usées et, au besoin, un traitement et une élimination appropriés. Les quantités des polluants présents dans les huiles usagées sont variables. Et la récupération de ces composants polluant est possible. Les huiles usées devraient être récupérées pour leur pouvoir lubrifiant.

Par définition, la régénération des huiles usées consiste à restituer l'huile dans un état voisin de celui où elle était avant l'incorporation des additifs destinés à la rendre propre à la lubrification.

Un nouveau traitement suppose la récupération de l'huile usée et sa reconversion en huile de première qualité, apte à être utilisée dans le processus de production. Ce type d'actions permet d'atteindre trois objectifs :

- Forte réduction de la quantité d'huile usée considérée comme déchet ;
- Au niveau de la gestion, importantes économies d'achat d'huiles neuves ;
- Prolongation du cycle de vie de l'huile grâce à la réintroduction de l'huile à nouveau traitée dans le même cycle de production.

III.5.1 TECHNIQUE DE REGENERATION

La technique de régénération d'huile lubrifiante usagée comprend les étapes de traitements successives suivantes :

III.5.1.1 Test préliminaire

Consiste homogénéisation des huiles collectées et élimination de celles-ci lorsqu'elles ne satisfont pas l'un des tests suivants :

- Test du chlore à la flamme (chlore test) ;
- Test de présence de fuel par le test de la tâche (Drop test) ;
- Test de présence d'acide gras à la soude (fat test).

III.5.1.2 Prétraitement de la charge

Cette étape consiste à la séparation des entraînements mécaniques, l'eau, les sédiments, les impuretés insolubles et des huiles légères à partir des huiles usées régénérables par des procédés physiques :

➤ **Filtration**

La filtration est un procédé de séparation permettant de séparer les constituants d'un mélange qui possède une phase liquide et une phase solide au travers d'un milieu poreux.

L'utilisation d'un filtre permet de retenir les particules du mélange hétérogène qui sont plus grosses que les trous du filtre (porosité). Le liquide ayant subi la filtration est nommée filtrat, tandis que la fraction retenue par le filtre est nommée résidu ou gâteau.

La filtration peut aussi désigner le phénomène passif d'épuration naturelle ou de diminution de la turbidité qui se produit quand l'eau pénètre un lit de sable ou de sédiment pour rejoindre la nappe.

➤ **Décantation**

La décantation est une opération de séparation mécanique, sous l'action de la gravitation, de plusieurs phases non-miscibles dont l'une au moins est liquide. On peut ainsi séparer soit plusieurs liquides non-miscibles de densités différentes, soit des solides insolubles en suspension dans un liquide.

➤ **Distillation (pré flash-déshydratation)**

C'est une distillation simple qui permet la purification de produits de masse molaire élevée et particulièrement thermosensibles. Cette technique est utilisée pour l'élimination des fractions légères issue de la dégradation des huiles sous l'effet de l'augmentation de la température.

III.6 PROCÉDES DE RÉGÉNÉRATION [5]

Différents procédés ont été mis en point pour la régénération des huiles usées. Ils diffèrent les uns des autres par les moyens de mis en œuvre pour éliminer les différents contaminants de l'huile.

a- **Traitement à l'acide**

Dans ce procédé l'élimination du contaminant est réalisée au moyen d'une précipitation acide. Le traitement à l'acide conduit à la floculation des fractions carbonées et à la sulfonation des produits oxydés, et ce, sans que l'huile ne soit attaquée elle-même.

L'huile et l'acide sulfurique sont mélangés dans un bac de décantation à fond conique on obtient ainsi, des boues acides qui précipitent dans le fond. Ce traitement permet d'obtenir une huile épurée qui contient une très faible teneur en métaux.

L'acide peut être considéré comme un bon agent de raffinage, il est bon marché et encore utilisé. Ce procédé peut s'appliquer à de faibles tonnages ce qui est très intéressant pour les pays dont la collecte annuelle ne s'élève qu'à quelques milliers de tonnes. Si la décantation des boues acides se fait bien, l'huile décantée peut donner un produit de qualité après adsorption sur terre décolorante.

Toutefois, trois inconvénients majeurs ont contribué au déclin de l'utilisation de l'acide :

- **Sur le plan écologique**

Production d'une quantité de boue d'acide malodorantes représentant plus que le double de la quantité d'acide ajoutée quel que soit le traitement subi par l'huile. Bien que tout à fait combustible, la forte concentration en soufre et le risque d'entraînement d'oxydes et à moindre degré de sulfates métalliques interdisent la valorisation de ce rejet par combustion directe. En outre, les coûts élevés de destruction de rejet ont rendu impérative la diminution de la consommation de l'acide avant sa quasi-suppression.

- **Sur le plan du rendement**

La production des boues représente 22% en masse de la quantité d'acide ajouté. Ainsi, 10% d'acide ajoutés (par rapport à l'huile déshydratée) conduisent en moyen à 22% de boues comprenant donc 12% de phase hydrocarbure lourde entraînée. Quand on sait que le résidu asphalte ultime représente environ 7% de l'huile déshydratées, on voit que la réaction avec l'acide entraîne 5% d'huile perdue dans le résidu.

- **Sur le plan de l'efficacité**

Le traitement est moins performant, compte tenu de l'évolution de la quantité d'additifs et de leur nature, ainsi que l'utilisation croissante des huiles de synthèse.

Toute évolution de la composition de l'huile usagée peut remettre en cause l'efficacité de l'acide. Dans ce procédé la décantation des boues est une étape clé d'importance capitale.

b- Extraction au solvant

L'extraction par solvant utilise un solvant qui est soit miscible avec la fraction d'huile de base ou une partie des impuretés contenues dans l'huile utilisée, ce qui permet une séparation des contaminants de poids moléculaire élevé à partir de la fraction d'huile lubrifiante avant d'être fractionné en différentes coupes dans le processus de distillation.

En effet, l'extraction par solvant a remplacé le traitement à l'acide pour améliorer la stabilité à l'oxydation et les caractéristiques de viscosité / température des huiles de base. Bien que l'huile obtenue à partir de ce procédé est coûteuse en comparaison avec celle produite par la méthode acide-terre.

Différents solvants ou mélange de solvants ont été utilisés lors du traitement des huiles usagées tels que méthyl-éthyle-cétone, butanone, propan-2-ol, butan-1-ol.

Le propane a été aussi utilisé comme solvant d'extraction, car il est capable de dissoudre la matière cireuse ou paraffinées et les matériaux intermédiaires oxygénés dissous.

Malheureusement ce procédé est coûteux et peut représenter des risques d'incendie.

c- Distillation sous vide

La distillation sous vide comprend la distillation des huiles sous pression sub-atmosphérique, ce qui abaisse la température de fonctionnement nécessaire et réduit les problèmes de dégradation thermique. L'utilisation d'évaporateur à couche mince, permet au matériel avec teneur importante en solides pour être plus facilement traitée avec une dégradation thermique réduite, est en augmentation.

C'est ce type de processus qui est le plus utilisé en Italie ; ces technologies traitent 93% de l'huile collectée, ce qui représente 175 700 Tm d'huile par an. 60 % des produits obtenus sont des huiles de base, et 8% sont des huiles légères. Les déchets produits au cours du processus de raffinage, déchets qui contiennent des additifs, des bitumineux, des composés issus des oxydations et des polymérisations, des métaux et d'autres impuretés, sont détruits via des processus de combustion dans des usines prévues à cet effet.

III.7 TRAITEMENT DE FINITION [5]

Les huiles de base régénérées n'ont pas en général, toutes les caractéristiques convenables pour les divers emplois. Elles possèdent encore des substances indésirables. Il s'agit d'hydrocarbures insaturés (dioléfines), non hydrocarbures (composés azotés, oxygénés sulfurés) ou composés instables qu'elles peuvent contenir. Pour cela, il est nécessaire de les faire subir une opération appelée raffinage des huiles ou traitement de finition. Le but de cette opération consiste à clarifier et à stabiliser ces huiles en éliminant les composés indésirables cités ci-dessus en vue d'obtenir des produits répondant aux exigences commerciales du marché par les caractéristiques imposées.

Ce traitement peut être réalisé par adsorption ou par voie catalytique en présence d'hydrogène sur catalyseur.

a- Traitement à l'hydrogène

C'est le processus le plus rentable et le plus efficace d'élimination du soufre, de l'azote et de l'oxygène, par rapport aux traitements à l'acide sulfurique et à la terre décolorante qui laisse des sous-produits encombrants et difficiles à faire disparaître, en particulier les goudrons acides.

Le soufre présent dans l'huile est converti en sulfure d'hydrogène (H_2S) et l'azote en ammoniac (NH_3). Les constituants aromatiques et insaturés sont hydrogénés en composés saturés et restent dans l'huile.

Vu ces grands avantages, l'hydrorafinage se substitue de plus en plus le raffinage final à la terre décolorante, et les traitements à l'acide sulfurique qu'on applique encore aux distillats déparaffinés pour en faire des huiles industrielles. En fin il faut noter que ce procédé est utilisé également aux huiles non traitées par solvant.

b- Traitement par adsorption

Le traitement aux adsorbant est encore largement utilisé dans l'industrie de la régénération et à même cru en importance avec la suppression de l'acide sulfurique qu'il faut compenser par une quantité plus importante d'adsorbants.

Le rôle des adsorbants :

- Neutraliser les huiles traitées à l'acide en adsorbant l'acide libre, les produits oxydés et sulfurés instables résiduels, ainsi que des traces d'acides sulfonique ;
- Améliorer la résistance à l'oxydation aux températures élevées et la stabilité de la couleur au stockage même à l'abri de la lumière.

Ces adsorbants sont destinés au traitement de finissage des huiles qui permet d'améliorer leurs qualités de différentes manières : décoloration, élimination des produits aisément oxydables, neutralisation...etc. On distingue :

➤ **Les terres naturelles et les terres activées**

Les premières, sont des argiles naturelles possédant un pouvoir décolorant Les secondes, sont des argiles de la famille montmorillonites auxquelles on fait subir un traitement à l'acide, ce traitement permet en particulier d'éliminer les sels alcalins et alcalino-terreux et confère à ces argiles leur pouvoir adsorbant.

➤ **Alumine**

L'alumine activée est produite par déshydratation thermique du tri hydrate d'aluminium $Al(OH)_3$. Selon la température d'activation ($400^{\circ}C$ à $800^{\circ}C$), des produits présentant une surface de 250 à $350(m^2/g)$ plus ou moins amorphes, peuvent être préparés. Une variété impure est également fabriquée par activation thermique de la bauxite.

L'alumine activée possède un réseau microporeux de 10 à 50 Å mais une partie très importante du volume poreux correspond à des pores plus grands. Elle présente une grande affinité pour l'eau, d'où son utilisation principalement dans le séchage des gaz.

La régénération se fait par voie thermique à $200 - 250^{\circ}C$.

➤ **Le charbon actif**

Cet adsorbant peut être préparé à partir d'un certain nombre de matière première dont les principales sont les coquilles de noix et le charbon. Le traitement s'effectue thermiquement en l'absence d'air. Dans le cas de charbon, il est suivi d'une activation par la vapeur d'eau à haute température.

On distingue deux techniques : la percolation et le procédé de contact :

➤ **La percolation**

Cette technique s'apparente à une filtration réalisable sur de nombreuses coupes. Les adsorbants (terres naturelles, bauxite, gel de silice, charbon actif,) se comportent comme de bons solvant sélectifs de raffinage dans l'adsorption des molécules à retirer du milieu. La granulométrie couramment utilisé se situe dans la fourchette [30 à 60] mesh [0,5 à 0,25mm].

Caractéristiques principales de la percolation

La Percolation : passage d'une substance à traverses une matière absorbante

- Temps de contact très long (plusieurs heures) conduisant à des appareillages volumineux ;
- Température basse mais compatible avec une fluidité suffisante pour assurer un écoulement correct ;

- Efficacité de l'adsorption variant tout au long de l'opération et rendant contraignant le suivi d'une production de qualité constante à la sortie de l'unité ;
- Débit décroissant en fonction du temps.

La régénération de l'adsorbant se fait par lavage avec un solvant léger, suivie d'un séchage et d'une calcination de 500 à 900°C selon la nature de l'adsorbant.

Dans le traitement des huiles par percolation, l'adsorbant est disposé à l'état de granulés en li fixe dans un ou plusieurs filtres cylindriques. L'huile est passée à travers la terre à une température aussi basse que le permet la viscosité.

Les premières gouttes de l'huile sont généralement très décolorées et les suivantes sont de moins en moins au fur et à mesure de l'épuisement des propriétés décolorantes de l'adsorbant.

On mélange donc les fractions successives obtenues pour réaliser l'huile de la couleur moyenne désirée.

➤ **Le procédé de contact**

A la différence de percolation, l'huile et l'adsorbant sont mélangés en continue, chauffés dans un ballon pendant un temps déterminé puis séparés par filtration, cette technique est caractérisée par :

- Une température élevée qui permet de mieux utiliser l'action catalytique de l'adsorbant,
- Un temps de contact de 20 à 30 minutes ;
- Une production de qualité uniforme.

Ce système donne de bons rendements en huile finie du fait de la température élevée à laquelle on peut filtrer ; à cette température, l'huile est en effet peu visqueuse et n'est par conséquent peu retenu l'adsorbant.

III.8 DESCRIPTION DU PROCESSUS DE REGENERATION D'HUILE A L'UNITE SKMK UTH DE BLIDA [11]

Nous rappelons que l'Unité SKMK UTH de Blida (Sharikat Khadamet Mouhaouilat Kahrabaia) filiale du Groupe SONALGAZ ; À pour activité principale la prise en charge et le traitement physique et chimique des huiles diélectriques collectées en provenance de toutes les Unités Opérationnelles SKMK de réparation et de maintenance réparties sur le territoire national.

III.8.1 PROCESSUS DE REGENERATION D'HUILE A L'UNITE SKMK UTH DE BLIDA [11]

Le processus de régénération de l'huile au sein de l'unité SKMK de Blida peut être résumé comme suit :

- L'huile isolante constitue un élément essentiel dans le fonctionnement et la durée de vie des équipements ce qui oblige les industriels du transformateur à maîtriser parfaitement les paramètres qualitatifs de l'huile minérale utilisée pour assurer son isolation électrique et son refroidissement.
- La durée de vie d'un transformateur est évaluée à une trentaine d'années, dans des conditions normales d'exploitation et, dépend fortement du système de remplissage, de l'état de conservation de l'huile et d'entretien du transformateur.
- Le vieillissement prématuré provoque une diminution importante de la rigide diélectrique et diminuent ses propriétés de refroidissement, par suite de formation de goudrons, provenant essentiellement de la saturation de l'huile par l'absorption des gaz.
- Le degré de pollution des huiles usagées réceptionnée par l'Unité SKMK UTH Blida est variable, elle est donc soumise à des procédures de validations.

III.8.2 ETAPE RECEPTION HUILES USAGEES

A la réception des huiles usagées en provenance des unités opérationnelles « SKMK », une procédure de classification est engagée (tableau III.1), elle vise notamment à analyser l'huile diélectrique usagée par les services du laboratoire intégré de l'unité citée plus haut L'analyse consistera à les positionner en différentes classes avant leur régénération. Cela pour faciliter leur traitement par la station de régénération. Cette classification s'effectue suivant les paramètres ci-après :

Tableau III.1 : Procédures de classification des huiles usagées[11]

Procédures de classification des huiles usagées	
Paramètre	Résultat/diagnostique
Couleur	Marron ou noir (indice de couleur > 3)
Indice d'acidité	>0.08mg KOH/g
Facteur de dissipation	<0.08
Point d'éclair	>140°C

A l'issue de cette analyse, il est établi un bulletin d'analyse reprenant les résultats du laboratoire intégré à l'unité SKMK UTH Blida (spécimen de Bulletin SKMK UTH joint en annexe).

Après validation du type et de la classe d'huile usagée, l'Unité SKMK UTH procédera, selon le cas, au traitement des huiles par traitement avec attaque acide et/ou à la terre de foulon (filtration par pression).

III.8.3 MODE DE PROCESSUS DE REGENERATION DE L'HUILE USAGEE MIS EN ŒUVRE PAR L'UNITE SKMK UTH [11]

L'unité SKMK UTH Blida utilise pour le traitement des huiles usagées la méthode dite de régénération. L'objectif de ce processus de régénération du diélectrique est d'améliorer la qualité du complexe liquide/ isolant solide afin de lui rendre son pouvoir diélectrique normal :

- En purgeant l'huile de tous les composants anormaux tels que : eau goudron, vernis gaz dissous.
- En purgeant les isolants solides.
- La durée du processus de traitement est fonction de la quantité d'huile à traiter et de la rigidité diélectrique finale sera supérieure à 50 KV (au laboratoire sel de 60KV). Ensuite, au cours du processus traitement des essais sont effectués afin de contrôler la progression des opérations. Nous pouvons alors, définir d'une manière « synthétique », que le processus de régénération d'huiles usagées effectuée par l'Unité SKMK UTH de Blida, aborde deux processus :

1- **Un processus chimique** : qui est un traitement réalisé par attaque acide (H_2SO_4), ayant pour finalité la dégradation de tous les composants anormaux tels que (eau goudron, vernis).

2- **Un processus physique** : qui consiste à séparer les impuretés dégradées par attaque acide, par centrifugation et filtration (terre de foulon)



Figure III.1: Station de régénération



Figure III.2: Citernes Station de régénération

III.8.4 SCHEMA D'ORGANISATION DE TRAITEMENT ET REGENERATION DES HUILES [11]

Le schéma fonctionnel d'organisation de traitement et régénération des huiles est présenté dans la figure III.3, pour reprendre ensuite le parcours des étapes de traitement au paragraphe suivant.

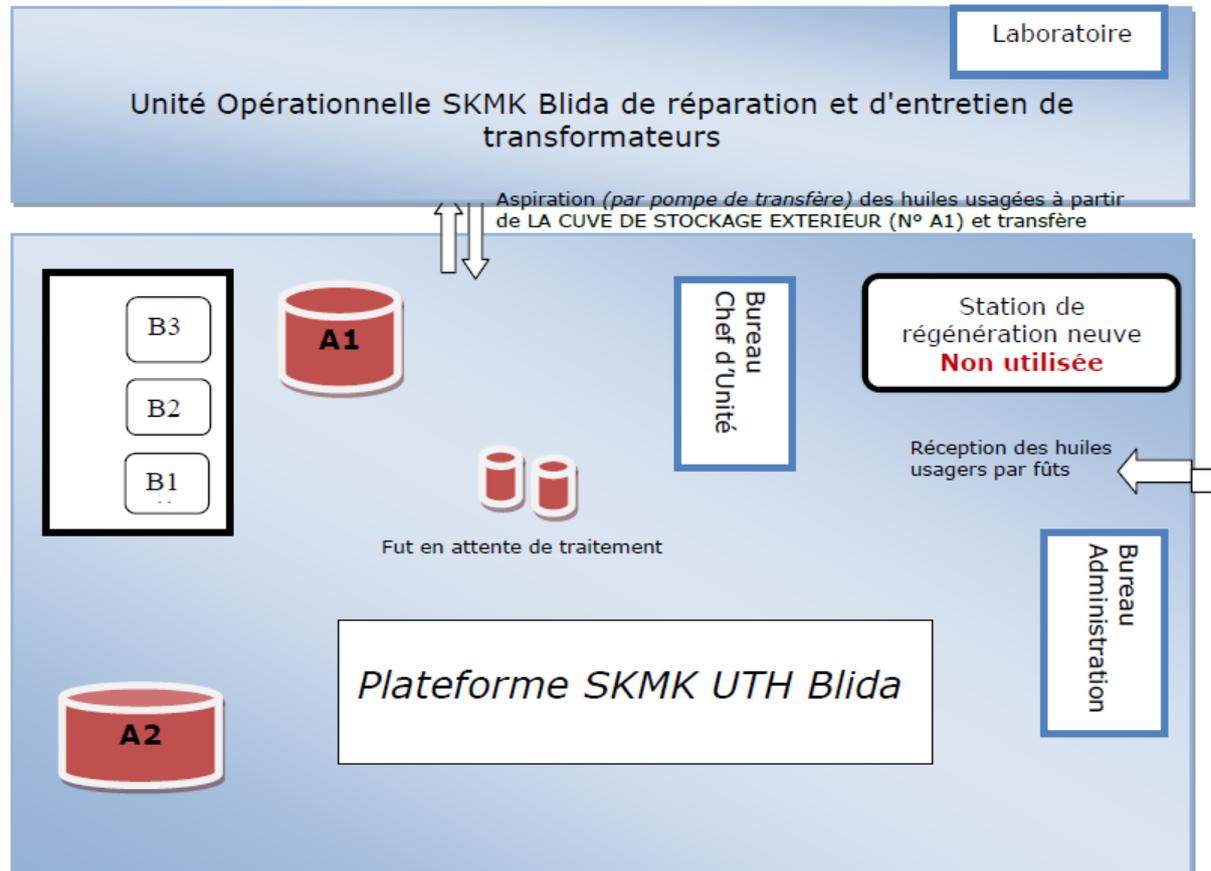


Figure III.3: Schéma d'organisation de traitement et régénération des huiles

III.8.4.1 Etapes du processus

- La première étape consiste à une vérification par analyse (vérification du degré de pollution), des huiles usagées réceptionnées.
- La deuxième étape consiste à effectuer le traitement suivant les processus opératoires ci-après :

1^{ère} processus: Effectué par la centrifugeuse (N°B1) éliminations des goudrons & impuretés par solution acide. Et transfère

2^{ème} processus: Effectué en cuve récepteur/malaxeur non couverte (N°B2) homogénéisation et filtrage par ajout de « Terre de Foulant » (argile) et transfère...

3^{ème} processus: Effectué par le filtre presse (N°B3) filtrage final par pression et transfère

4^{eme} processus: Transfère à cuve de stockage extérieur (N°A2)

NB : Les huiles usagées sont traitées :

- A partir des fûts en provenance des unités SKMK de réparation et maintenance de transformateur.

- Directement aspirées d'une cuve prévue à cet effet à partir des installations de l'Unité Opérationnelle SKMK Blida appartenant à l'unité SKMK UTH Blida.

III.8.5 SUBDIVISION DES PROCÉDES DE TRAITEMENT ET REGENERATION D'HUILE [11]

L'analyse des processus opératoires de traitement des huiles effectués par l'unité SKMK UTH Blida met en évidence les subdivisions suivantes (figure III.4):

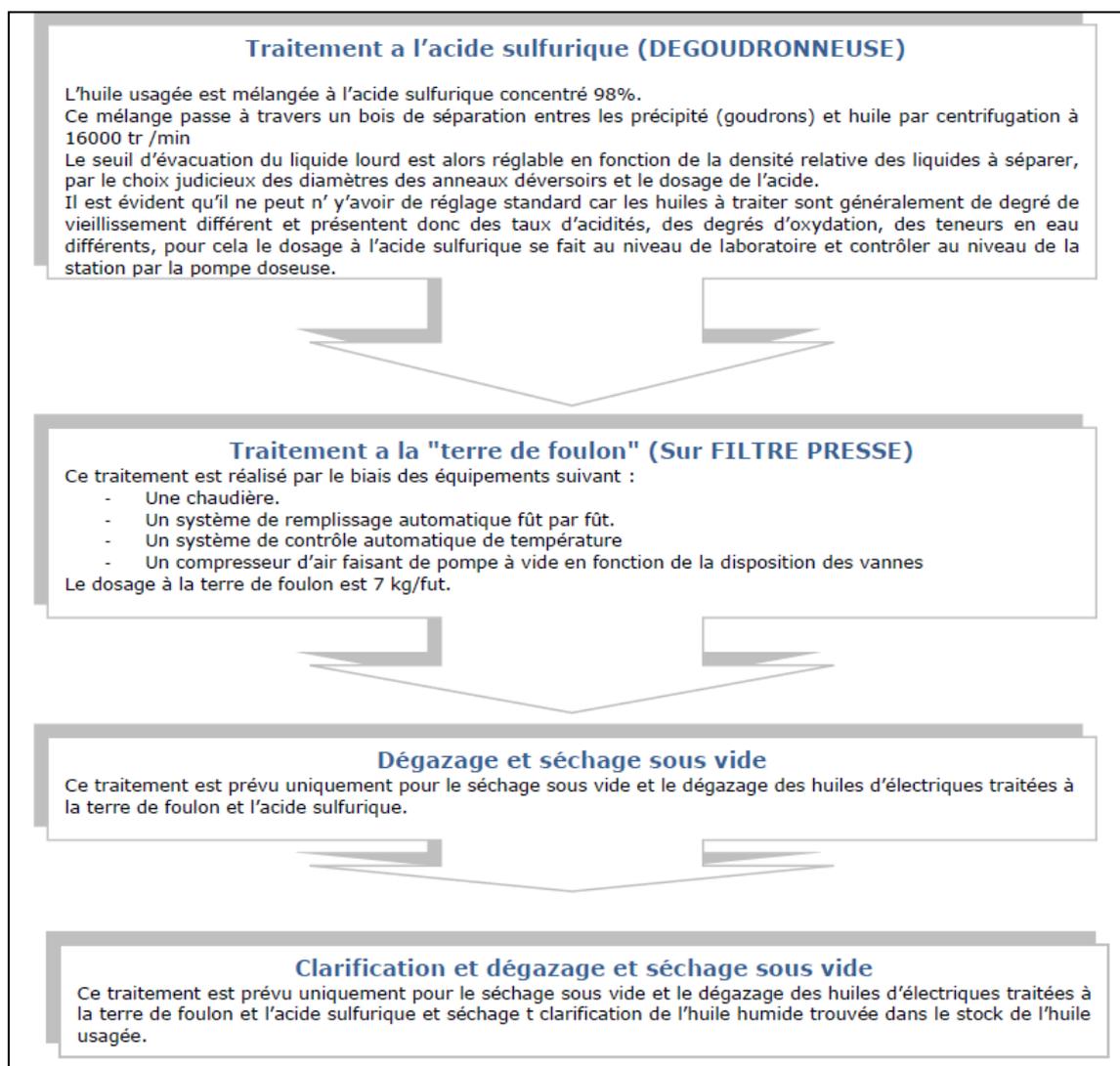


Figure III.4 : Diagnostic des opérations élémentaires de régénération d'huile

III.9 DIAGNOSTIC DES OPERATIONS ELEMENTAIRES DE REGENERATION D'HUILE USAGEE [11]

Après l'identification des matières consommables et les produits engagés dans les procédés de traitement des huiles usagées de l'unité SKMK UTH de Blida (consommable, produits chimique, eau et énergie), nous avons procédé à l'évaluation du diagnostic des opérations élémentaires à partir d'une grille de cotation graduée. Cette grille (figure III.5) renseigne des degrés d'emplois et de production de l'ensemble des flux d'entrée et sortie.

Opérations élémentaires	Entrées			Sorties					
	Consommable	Energie	Eau	Produits finis	Sous Produits	Déchets solides	Effluents liquides	Emission Gazeuses	Emission de bruit
1- Analyse (avant et après traitement)	+	+	+	+	-	+	+	-	-
2- Traitement à l'acide.	+++	+++	++	-	-	-	-/+	+++	++
3- Traitement à la terre de foulon	+++	+++	+	-	-	+++	-/+	++	++
4- Clarification et dégazage	+	++	++	+++	-	+	++	+	+

+	faible consommation	-	Aucune émission
++	Consommation modéré	+	Emission faible
+++	Consommation élevé	++	Emission élevé
		+++	Emission importante
		-/+	Emission accidentelle

Figure III.5: Diagnostic des opérations élémentaires

En affectant **un point** pour chaque (+) obtenu à travers le tableau de diagnostic des opérations élémentaires du procédé de traitement d'huile, nous obtenons une répartition de degrés de consommation comme suit :

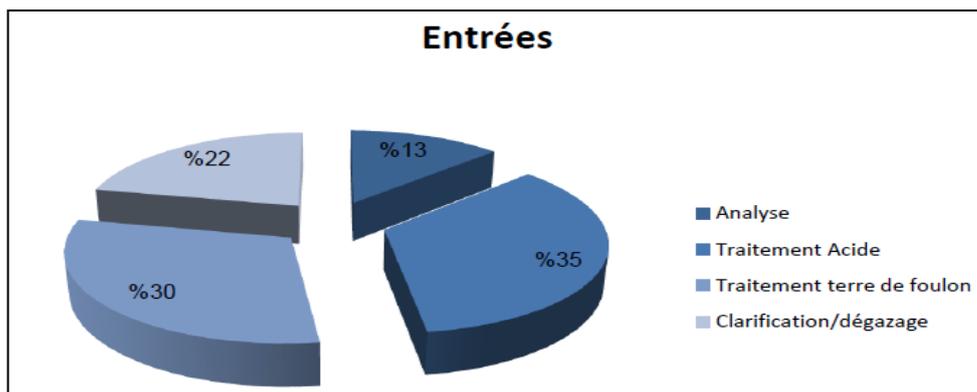


Figure III.6: Représentation des consommations des opérations élémentaires

La représentation graphique des consommations (Produits chimique, terre de foulon, Eau et énergie) relatifs aux opérations élémentaires des procédés de traitement des huiles met clairement en évidence les étapes à fort degrés de consommation. Nous pouvons les hiérarchiser comme suit (figure III.6):

- Le traitement acide (35%) en tête de classement avec une consommation importante de matière première, notamment l'acide sulfurique et l'énergie.
- Le traitement à la terre de foulon (30%) arrive en seconde position avec une consommation élevée d'énergie et de matières premières (terre de foulon).
- La clarification et le dégazage (22%) en troisième position avec une faible consommation d'eau et d'énergie.
- L'analyse implique une consommation de produits chimiques, d'eau et d'énergie, négligeable

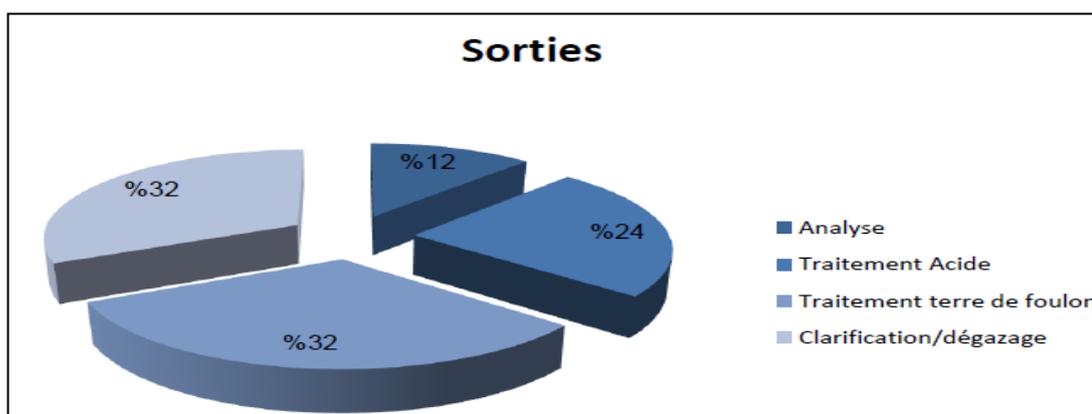


Figure III.7 : Représentation des résultats et émissions des opérations élémentaires

La représentation graphique des résultats (Huile régénérée, sous-produits, déchets, effluents générés et bruit émis) relatifs aux opérations élémentaires des procédés de traitement d'huile met clairement en évidence la hiérarchisation suivante :

- Les opérations de traitement acide et traitement à la terre de foulon arrivent en tête du classement avec des émissions de bruit, d'effluents et de déchets.
- Se positionnent en suite l'opération de clarification et de dégazage avec une émission de déchets et d'effluents moins importante.

Nous indiquons que l'ensemble de ces résultats sont la synthèse des constatations identifiées lors d'un audit sur site. Ce diagnostic a été renforcé par les interviews réalisées auprès du personnel de l'unité SKMK UTH Blida. L'ensemble de ces données a été ensuite rapprochée des bilans qualitatifs et quantitatifs des entrées/sorties affectés aux procédés d'entretien et réparation des transformateurs.

III.10 SOUS-PRODUITS [11]

Compte tenu, du procédé utilisé, au niveau l'unité **SKMK UTH Blida**, ce dernier ne génère aucun sous-produit.

III.11 DECHETS SOLIDES ET LIQUIDES

L'unité SKMK UTH Blida produit deux types de déchets :

1. Des déchets encombrants : tel que des débris de palettes en bois, des futs d'huiles endommagés, du papier, carton, et déchets de plastique.

2. Des déchets spéciaux : issus du processus de traitement et de régénération des huiles, tel que les boues (terre de foulon) chargées en huiles et produit chimiques.

III.12 NECESSITE DE LA GESTION DES DECHETS

Débris de palettes en bois, les papiers, carton et les débris de bacs plastique produit à une quantité globale de 20 tonnes environ par an. Ces déchets sont actuellement stockés sur site et évacués une fois par semestre vers la décharge publique du secteur.

- **Fûts métalliques vides réformés** sont stockés sur site. Cette situation anormale provoque un encombrement excessif de la plateforme de réception des huiles en attente de traitement. Par ailleurs, cet état de fait, rend le mouvement difficile au sein de la plateforme avec pour effet, une amplification de sources de risques.

- **La présence de boues**, ce sont les déchets issus des processus de traitement des huiles usagées. Nous précisons que ces boues (terre de foulon) sont contaminées par les huiles et les produits chimiques. Ces boues sont produites à hauteur de 1,4 Tonne/mois. Enfin, on

notera, que ces boues sont actuellement stockées sur site sans aucun traitement, depuis une note émise par les services de l'environnement de la wilaya de Blida, interdisant leur évacuation vers la décharge publique.

-Effluents liquides

Notons que les effluents liquides générés par l'unité SKMK UTH Blida, représente un volume d'environ 5(M³/mois). Ces effluents sont issus principalement du processus de traitement des huiles usagées. Les eaux de rejet générées sont directement évacuées dans le réseau d'assainissement.

-Émissions gazeuses

Le diagnostic de chacune des opérations élémentaires du processus de traitement des huiles usagées, a permis de mettre en évidence un dégagement gazeux de faible intensité pendant les opérations de traitement à l'acide sulfurique (dé goudronneuse), traitement à la "terre de foulon" (sur filtre presse), dégazage et séchage sous vide et enfin clarification et dégazage et séchage sous vide.

III.14. CONCLUSION

La prise de conscience mondiale dans le domaine de l'écologie, a incité de nombreux pays à mettre en place une politique de traitement des déchets. Protéger l'environnement, lutter contre le gaspillage de l'énergie et exploiter des ressources inutilisées, Aujourd'hui, la conjoncture économique commande de réduire le gaspillage de matières premières et d'énergie et les déchets rejetés. Les huiles diélectriques usagées Constituent une catégorie importante de déchets récupérables a recyclé par les méthodes de régénération. L'objectif est l'économie de matières premières ou la récupération d'énergie par la combustion de ces huiles usagées.

Par conséquent, on ne peut qu'apprécier que l'Unité SKMK UTH Blida s'inscrive totalement dans des engagements vis-à-vis du développement durable ainsi que dans l'amélioration et la valorisation des déchets, par la méthode de régénération dans la gestion de l'impact des activités éclectiques sur l'environnement.

CHAPITRE IV
MATERIELS ET METHODES

IV. PRESENTATION DE L'ETABLISSEMENT[11]

Dès le milieu des années 70, l'Algérie s'est engagée dans un ambitieux programme national d'électrification qui a eu pour objectif l'amélioration des conditions de vie des populations aussi bien dans les villes que dans les campagnes.

La concrétisation de ce projet a permis à l'Algérie d'hisser son taux d'électrification de 57% en 1977 à plus de 96% et acquérir un savoir-faire au service du développement socio-économique et du monde rural. La société **SONALGAZ**, l'opérateur national, a alors développé des moyens d'études et de réalisation considérables pour mener à bien ce programme. Elle a, par ailleurs, contribué à la définition de la stratégie industrielle de fabrication locale des principaux matériels électriques notamment les **transformateurs**, élément indispensable et nécessaires à la construction des réseaux de distribution. Pour assurer l'installation et la maintenance de ces transformateurs la société **SONALGAZ** s'est alors doté d'un savoir indéniable notamment dans le domaine de la régénération des huiles usagées, ce qui lui a permis de disposer d'un personnel hautement qualifié pour la maîtrise de cette technique de revalorisation.

De cette expérience forgée au cours de ces trois décennies est née : La société **SKMK** (**Sharikat Khadamet Mouhaouilat Kahrabaia**) filiale du Groupe **SONALGAZ**.

Cependant, en Algérie, la problématique des huiles usagées se pose sérieusement, pour la protection de l'environnement. Notamment les huiles qui proviennent des transformateurs et qui représentent un grand danger sur la nature.

En effet, selon les experts, un litre d'huile usagée peut polluer un million de litres d'eau, alors dans ce cas on peut imaginer le degré de la catastrophe écologique que risque notre pays en stockant cette matière sans collecte ni traitement.

On notera, que selon les pratiques internationales, le taux de collecte se situe dans certains pays à 80%, alors qu'en Algérie la collecte atteint difficilement les 10 %.

Dans ce contexte, l'Unité SKMK Traitement d'huile de Blida qui régénère la totalité (200 tonnes/ans) des huiles usagées issues des opérations de réparation et maintenance des Unités Opérationnelles SKMK reparti sur tous le territoire national, s'inscrit totalement dans des engagements vis-à-vis du développement durable ainsi que dans l'amélioration et la valorisation des déchets, et enfin dans la gestion de l'impact des activités sur l'environnement. Il y a lieu aussi de préciser que la société SKMK est une filiale du Groupe Sonelgaz pour qui

la question de l'environnement est au cœur de sa réflexion et constitue une préoccupation majeure.

IV.1 PRESENTATION [11]

SKMK désigne par abréviation Sharikat **K**hadamet **M**oualidat **K**ahrabaia. C'est une Société Par Action issue de la fusion des trois entreprises : Transfo Est, Transfo Centre et Transfo Ouest. Elle appartient à 100% au groupe SONALGAZ et fait partie de ses filiales périphériques avec comme principale activité la réparation et la gestion des transformateurs MT/BT en exclusivité ceux faisant partie du parc de SONELGAZ (tableau 5).

Tableau IV.1: Présentation de l'établissement

Raison sociale	Sharikat Khadamet Mouhaouilat Kahrabaia "SKMK"
Forme juridique	Société par action "SPA"
Capital social	75 Millions de DA
Propriétaire	SONELGAZ SPA
Date de création	14 décembre 2004
Date de début d'activité	Janvier 2005

L'entreprise SKMK est constituée d'une direction générale sise à BLIDA et de trois (03) directions régionales regroupant chacune d'elle trois (03) unités opérationnelles : Centre (Alger, Blida et Ouargla) Est (Sétif, Annaba et Constantine) Ouest (Oran, Chlef et Bechar).

SKMK réalise des prestations liées aux transformateurs, les postes de transformation et les huiles diélectriques.

Parmi ses missions, on compte :

- La réparation et l'entretien des transformateurs MT/BT
- Le montage des transformateurs en kits
- La maintenance des transformateurs THT/HT/MT/BT
- La réhabilitation et l'entretien sur site des postes BT / MT / HT
- La maintenance des postes MT par la technique de thermo vision
- La maintenance des systèmes de télésurveillance
- La maintenance et l'installation des systèmes photovoltaïques
- La fourniture et montage de batteries de condensateurs
- Le traitement physique et chimique des huiles diélectriques en atelier et sur le site de l'Unité de Traitement d'Huile de Blida ;
- L'expertise, conseils et assistance à la clientèle pour des projets industriels.

- Dans la perspective d'augmenter son chiffre d'affaire et eu égard à l'activité de réparation ; les dirigeants de SKMK se décident de conférer aux unités opérationnelles d'autres activités secondaires selon un contrat de gestion avec obligation de résultats, ces activités se résument à :
 - La fourniture et l'installation des équipements des postes électriques.
 - Le montage des transformateurs en KIT.
 - Le raccordement des câbles électriques en moyenne tension souterraine MTS et aérienne MTA, en basse tension souterraine BTS et aérienne BTA.
 - Réalisation du génie civil des postes.
 - Entretien sur site des transformateurs et des postes BT/MT/HT.
 - Le traitement physique et chimique des huiles diélectriques en provenance de toutes les Unités Opérationnelles de réparation et de maintenance prise en charge par l'Unité SKMK UTH de Blida.

IV.2 ORGANISATION

L'unité SKMK UTH Blida compte un effectif de 15 personnes dont 02 cadres. L'organisation de personnel est représentée à travers la figure suivante :

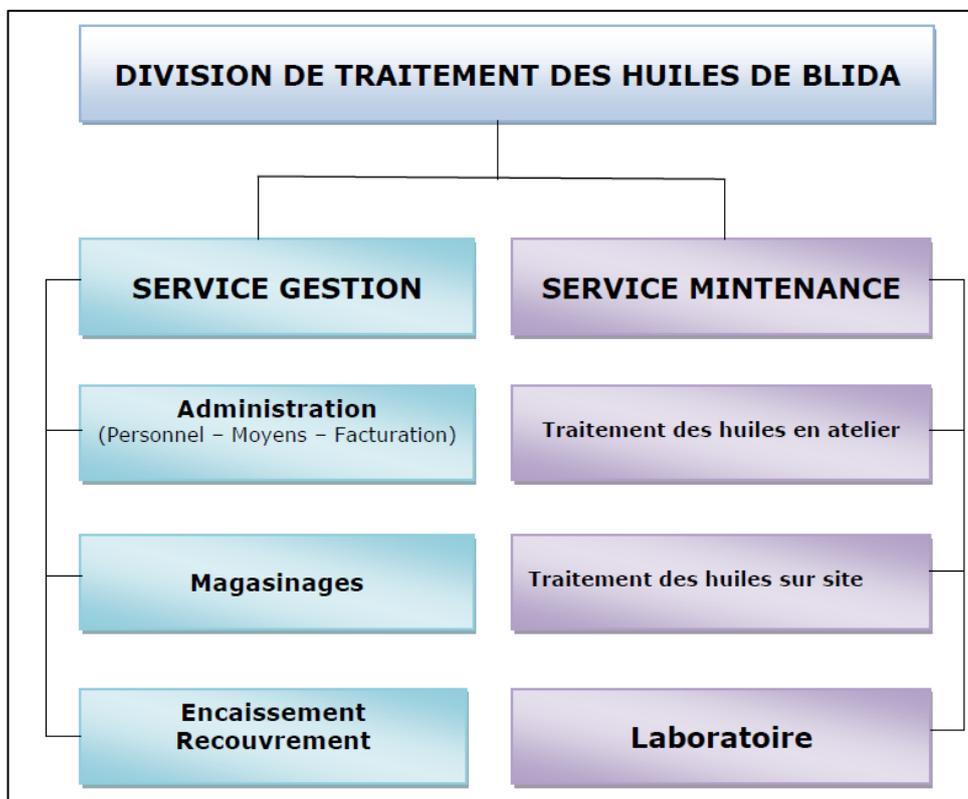


Figure IV.1: Schéma d'organisation de l'unité SKMK UTH Blida[11]

IV.3. DIAGNOSTIQUE GENERAL [11]

Après visite sur site, l'examen de l'unité SKMK UTH Blida nous a permis d'établir le diagnostic suivant (tableau IV.2):

Tableau IV.2: Diagnostic de La société SKMK (Sharikat Khadamet Mouhaouilat Kahrabaia) filiale du Groupe Sonelgaz.

INSTALLATIONS		DIAGNOSTIC
Infrastructure l'Unité SKMK UTH Bida est installée sur terrain plateforme en béton, de 2400 m ² , attenante à l'Unité SKMK réparation et maintenance de Blida (voir plan de masse). Les différentes infrastructures sont disposées et installées sur cette plateforme entièrement clôturée avec portail d'accès indépendant ainsi qu'un accès à l'Unité attenante par un portail intérieur.	Deux cabines sahariennes, qui servent de bureaux administration;	Etat moyen
	Une partie des équipements servant dans le traitement des huiles (cuves de stockage);	Etat moyen
	Un espace réservé pour accueillir l'huile usagée, l'huile neuve, les fûts réformés et les déchets;	Très endommagé présentant un réel risque d'infiltration (Vue 01)
	Un hangar abritant le reste des équipements utilisé dans l'opération de traitement des huiles;	Etat dégradé
	Laboratoire d'analyse des huiles	Très bon état Très bonne organisation (Vue 09)
Equipements de production l'unité SKMK UTH Blida est équipée d'une station de régénération, reliée avec les équipements par des conduites qui fonctionnent : soit en série, soit indépendamment.	Appareil de traitement à l'acide sulfurique (Dégoudronneuse)	Matériels vétustes, objet de pannes fréquentes. (Vue 03, 04, 05 et 06)
	Appareil de régénération à la terre de foulon (Filtre presse)	
	Appareil de dégazage et séchage sous vide (MAXEI)	
	Appareil de clarification et dégazage et séchage sous vide (Alfa Laval).	
	Citernes de stockage et de traitement qui sont : <ul style="list-style-type: none"> ▪ Citernes de stockage de l'huile brute usagée. ▪ Deux (2) Citernes de stockage de l'huile acidulée. ▪ Citernes de stockage de l'huile polluée. ▪ Deux Citernes de stockage de l'huile traitée et humide. ▪ Citerne de traitement de l'huile traitée humide. ▪ Citernes de stockage de l'huile raffinée. 	
station de régénération Non utilisée, pour cause de non disponibilité de consommable	Etat neuf (Vue 07 et 08)	
INSTALLATIONS		DIAGNOSTIC
Equipements de Laboratoire	Voire liste. (voir annexe)	Très bon état Très bonne organisation (Vue 09)
Matériels roulants	<ul style="list-style-type: none"> ▪ 01 Chariot élévateur 5T ▪ 01 camion grue K120 ▪ 01 Fourgon Citroën Jumpy ▪ 01 véhicule WW caddy 	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Bon état ▪ Bon état ▪ Bon état ▪ Bon état
Moyens de lutte contre l'incendie	02 Extincteur (poudre) 6 Kg 04 Extincteur (poudre) 9 Kg 01 Extincteur (poudre) 50 Kg 02 Lance incendie	Mauvaise disposition des extincteur/lance incendie défectueux.
Matériels de premier secours	01 valisette de premier secours	Insuffisant par rapport aux risques existants

IV.4. REGENERATION D'HUILE ISOLANTE USAGEE PAR LA METHODE D'ADSORPTION SUR CHARBON ACTIF ET SUR BENTONITE : [11, 12]

Les huiles isolantes sont sensibles à l'oxydation, ce qui conduit à la formation des composés tels que les acides, les aldéhydes, les esters, les cétones, les peroxydes et les alcools. Ces produits n'affectent pas seulement les propriétés isolantes du liquide, mais aussi provoquent l'augmentation de la viscosité de l'huile et à la formation des vernis et des boues, ce qui diminue le rendement de l'huile dans le transfert de chaleur. Ceci nuit gravement à la performance du transformateur, et réduit sa durée de fonctionnement.

L'oxydation est principalement causée par l'exposition de l'huile à haute températures en présence d'oxygène, de métaux (Cu et Fe) et d'humidité, et entraîne à la formation des composés polaires (oxygénés), qui sont responsables de l'augmentation de l'acidité d'huile et diminue donc sa rigidité diélectrique.

L'état du système d'isolation à l'huile-cellulose d'un transformateur est l'un des paramètres clés influençant les éléments suivants : Durée de vie ; Fiabilité.

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

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

La régénération de l'huile des transformateurs permet de restaurer les propriétés de l'huile afin d'obtenir un produit présentant quasiment les mêmes propriétés qu'une huile neuve. Dans notre travail, la régénération est réalisée, par adsorption de l'huile usagée sur deux types d'adsorbants charbon actif et bentonite.

Notre travail a été consacré dans une première partie à la régénération des huiles usagées en indiquant les différentes méthodes de mesure utilisées. Dans une autre partie le comportement d'une l'huile usagée régénérée est réalisé.

La régénération des huiles usagées était réalisée dans le laboratoire de l'unité *SKMK* UTH de Blida (Sharikat Khadamet Mouhaouilat Kahrabaia) filiale du Groupe Sonelgaz.

Ce chapitre est consacré à la caractérisation de l'huile usagée et la présentation du matériel, des appareils et des méthodes de diagnostic utilisés dans notre étude sont aussi cités.

- L'huile utilisée pour nos expériences est une huile minérale usagée, recueillie lors d'une opération de vidange d'huile d'un transformateur de puissance, au niveau d'un poste de transport pour le compte de la société de distribution de l'électricité et du gaz du centre à l'unité SKMK UTH de Blida (Sharikat Khadamet Mouhaouilat Kahrabaia) filiale du Groupe Sonelgaz.

Les huiles minérales usagées sont récupérées par l'unité opérationnelle de traitement des huiles des transformateurs aux niveaux des ateliers de maintenance de Sonelgaz Blida. Les protocoles adoptés par le laboratoire de l'unité SKMK UTH de Blida répondant eux-mêmes à des normes internationales.

Les appareils d'analyses et de mesures sont également présentés dans cette partie. Notons que tous les appareils utilisés pour contrôler les propriétés des huiles sont ceux du laboratoire de l'Unité SKMK UTH de Blida pour traitement des huiles.

IV.5. DESCRIPTION DU MATERIEL

Les propriétés physiques et chimiques et électriques des échantillons d'huile sont mesurées conformément aux spécifications des normes ASTM et CEI.

Les mesures de ces paramètres représentatifs des huiles testées ont été réalisées en utilisant les équipements et les normes suivantes :

IV.5.1 ASPECT ET COULEUR



Figure IV.2:Colorimètre

Testeur de colorimètres spectrophotométriques LOVIBOND PFX 195 Automatique (ROYAUME-UNI), utilisé pour mesurer la couleur des huiles conformément à la norme ISO 2049 (figure IV.2).

La coloration d'une huile neuve est une indication de son degré de raffinage, une variation de la couleur (l'indice de couleur élevé ou évoluant rapidement) peut indiquer un chargement dans l'origine de l'huile, c'est-à-dire une dégradation ou une contamination de l'huile. La surveillance de couleur et de l'aspect visuel de l'huile isolante fournit une évaluation rapide de la qualité d'huile.

Les huiles minérales font l'objet d'une vérification colorimétrique constante lors de leur traitement pour savoir quand elles ont été raffinées à la qualité voulue. La couleur est aussi une méthode de confirmation de l'utilisation de l'huile ou du carburant correct pour l'usage prévu, et de l'absence de contamination ou de dégradation de qualité.

ASTM D1500 est une échelle de couleurs unidimensionnelle, donnant un nombre unique allant de la paille pâle au rouge profond en seize étapes (0,5 - 8,0 unités par incréments de 0,5). Les comparateurs visuels peuvent atteindre une résolution de 0,5 unité, les instruments automatiques Lovibond® PFX et PFXi atteignent une résolution de 0,1. Un trajet optique de 33 mm doit être utilisé pour assurer la conformité aux spécifications.

Indice ASTM (ASTM D1500, ASTM D1524, ASTM D6045, ISO 2049, IP 196).

IV.5.2 INDICE D'ACIDITE (NOMBRE DE NEUTRALISATION)

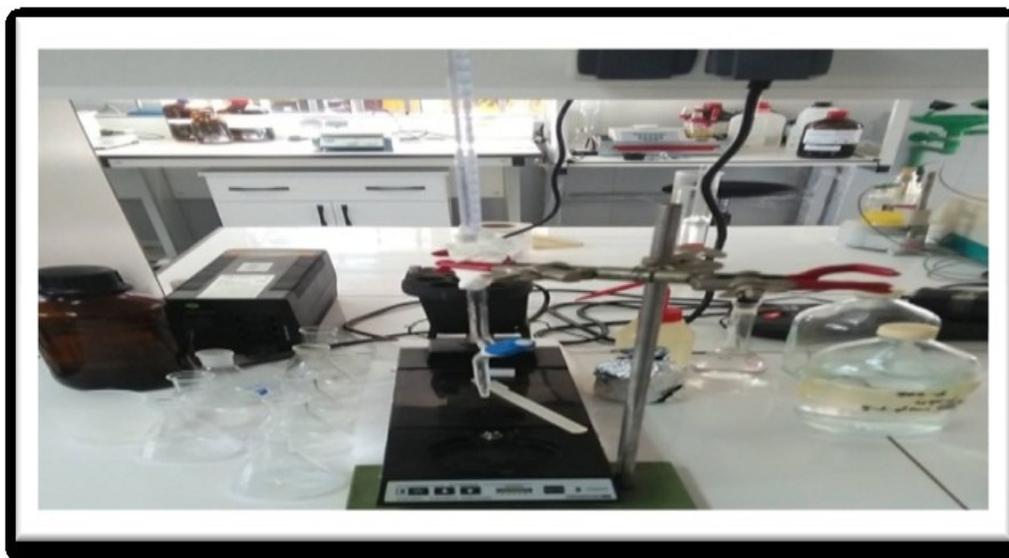


Figure IV.3 : Acidimètre.

Une burette digitale (figure IV.3), utilisé pour déterminer l'indice d'acidité selon la norme CEI 62021. L'indice d'acide indique le nombre de mg d'hydroxyde de potassium

(KOH) nécessaire pour neutraliser 1 g de l'échantillon d'huile. Le point final du titrage a été déterminé à l'aide de l'indicateur phénolphthaléine.

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 0,1N, nécessaire pour neutraliser un gramme d'huile à essayer.

Elle se calcule par l'équation suivante :

$$IA = 0,1 M_1 V / M$$

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

0.1 : Normalité de la solution de KOH [g/l].

M₁ : Masse moléculaire de la solution KOH (56.1 g/moles)

M : Masse d'huile [g].

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

L'acidité est déterminée par neutralisation chimique dite titrage acido-basique. Le nombre de neutralisation (NN) ou l'acidité du fluide isolant augmente principalement tant que l'huile s'oxyde. La mesure du NN permet la surveillance du processus d'oxydation de l'huile.

Plus la valeur du NN est élevée, plus l'ampleur de l'oxydation est grande et plus tôt les produits solubles et colloïdaux se formeront.

Pour ce faire, nous utilisons 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.

La valeur de l'indice d'acidité ne doit pas dépasser 0,03 mg KOH/g (normalisée), sinon il faut passer par un traitement physico-chimique.

IV.5.3 LA TENEUR EN EAU



Figure IV.4: Titrimétrie

L'appareil utilisé pour déterminer la teneur en eau selon la norme CEI 60814 est un METROHM 756 KF coulometer KARL FISHER (Suisse) (figure 25). Un gramme de l'échantillon d'huile injecté dans le titreur automatique et après réaction, la teneur en eau a été enregistrées. La mesure est répétée trois fois pour évaluer la répétabilité de l'analyse, la teneur en eau finale est la moyenne des trois teneurs 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.

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.

IV.5.4 APPAREILLAGE DE MESURE DE LA DENSITE



Figure IV.5 : Appareillage de mesure de la densité

Densité est mesurées selon la norme ISO 3675 (Valeur Limite $< 0,91$) en utilisant une éprouvette, un densimètre (figure 26) et un thermomètre.

C'est une caractéristique qui dépend de la constitution chimique de l'huile. Pour les huiles isolantes à tendance Naphténique elle se situe entre 0,8 et 0,88 à 20°C. La densité d'huile est déterminée au moyen d'un « densimètre ». On introduit soigneusement

ce dernier dans une éprouvette remplie d'huile à analyser, ensuite on effectue à la lecture de la valeur de la densité correspondante.

IV.5.5 SPECTROSCOPIE INFRAROUGE A TRANSFORMEE DE FOURRIER FTIR

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

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

Le spectrophotomètre infrarouge IRTF-ATR utilisé pour la détermination des fonctions principales de l'adsorbant est un appareil de marque « Nicolet 560 FTIR ». L'analyse est effectuée sur des pastilles de 1 cm de diamètre et de 2 mm d'épaisseur obtenues par un mélange de 2 mg de l'adsorbant avec 98 mg de KBr. L'enregistrement du spectre absorbance en fonction du nombre d'onde $A = f(1/\lambda)$ permet de mettre en évidence la présence des bandes caractéristiques de l'adsorbant.

IV.5.6 ANALYSE BET (BRUNAUER, EMMETT ET TELLER) POUR DETERMINER LA STRUCTURE POREUSE ET SURFACE SPECIFIQUE

La surface spécifique d'une poudre est estimée à partir de la quantité d'azote adsorbée en relation avec sa pression à la température d'ébullition de l'azote liquide et sous une pression atmosphérique normale. Les informations sont interprétées selon le modèle de Brunauer, Emmett et Teller (Méthode BET).

La structure d'un adsorbant est caractérisée par la mesure de sa surface spécifique et de son volume poreux, exprimés en m^2/g et cm^3/g , respectivement. La surface spécifique ou aire massique est la surface totale par unité de masse d'adsorbant accessible aux molécules.

Le principe de cette technique est basé sur la mesure du volume d'azote liquide nécessaire pour former une monocouche de molécule à la surface de l'échantillon relativement à la théorie d'adsorption isotherme en multicouches de gaz.

-Le volume total des pores est la grandeur la plus simple à mesurer, différentes méthodes ont été utilisées, telles que celle de Dubinin-Radushkevich (DR), de Horvath-Kawazoé (HK) et de BJH. Il a été évalué à partir du volume liquide de N₂ à une pression relative élevée près de l'unité 0,99.

- Le volume méso poreux a été calculé en soustrayant le volume microporeux du volume total.

-La distribution de la taille des pores a été déterminée à l'aide du modèle de Barrett, Joyner et Halenda (BJH).

-La surface externe, la zone microporeuse et le volume des micropores ont été calculés selon la méthode t-plot.

a- protocole opératoire d'analyse BET bentonite :

- La température de l'azote liquide est comprise entre 800°C-1000°C
- Le temps de séjours est compris entre 4h à 6h

b- protocole opératoire de analyse BET charbon actif :

- La température de l'azote liquide est comprise entre 73K à 77k
- Le temps de séjours est compris entre 4h a 6h

IV.6 ADSORPTION EN SYSTEME BATCH

Les essais d'adsorption (figure IV.6) ont été menés en réacteur batch en agitant les solutions des huiles en présence des adsorbants (charbon actif et bentonite). Nous avons étudié l'effet des principaux paramètres ayant une influence sur la capacité d'adsorption tels que la teneur en eau(TE) ; indice de couleur (IC); indice d'acidité(IA) ; densité(D) et l'influence de la vitesse d'agitation et la variation de la température, le temps de contact est maintenu à 20 min.

Les études expérimentales de la variation effectuée sont :

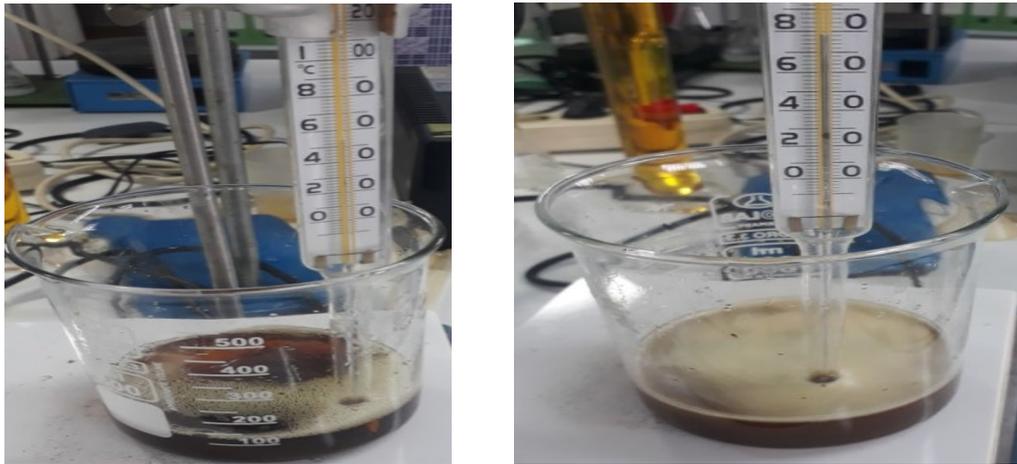


Figure IV.6: Adsorption en système batch

IV.6.1 SYSTEME DE FILTRATION UTILISE

L'huile usagée une fois régénérée est filtrée avec un système sous vide (figure IV.7).



Figure IV.7: L'obtention de l'huile régénérée après filtration.

IV.7 ETUDE DE LA VARIATION DE LA DOSE DE LA BENTONITE(BA)

En faisant varier la dose de la bentonite à savoir : BA 10% ; BA 20% ; BA 25% ; BA 30% ;

Ces quantités sont ajoutées dans des béchers contenant une quantité d'huile usagée qui est maintenue fixe à 100g ; La vitesse d'agitation et la température sont maintenues respectivement à 700 tours par minute et 80°C.

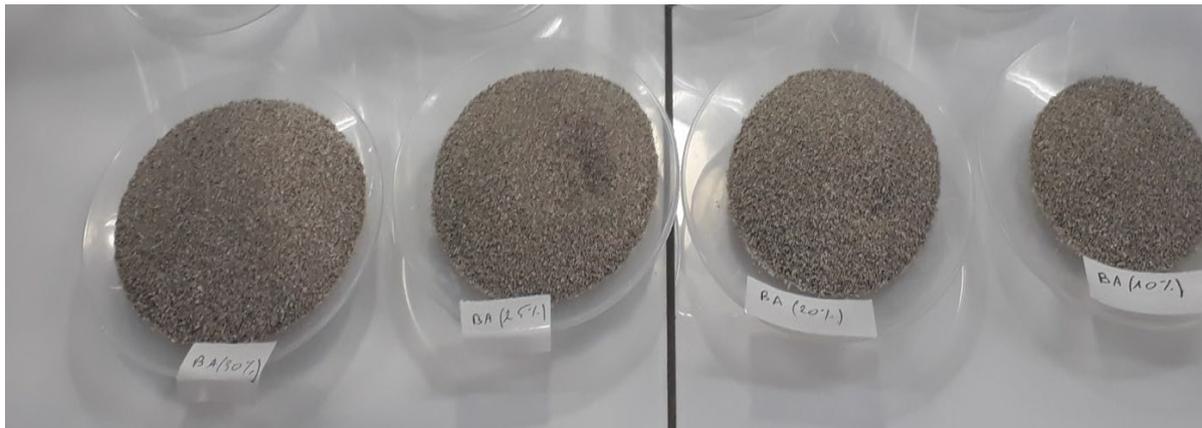


Figure IV.8: La variation de la concentration de la bentonite :

BA 10%; BA 20%; BA 25%; BA 30%



Figure IV.9: L'huile après traitement avec la variation de la concentration de la bentonite :

BA 10% ; BA 20% ; BA 25% ; BA 30%

IV.8 ETUDE DE LA VARIATION DE LA DOSE DU CHARBON ACTIF(CHA)

En faisant varier la dose du charbon actif à savoir : CHA10% ; CHA20% ; CHA25% ; CHA30% ;

Ces quantités sont ajoutées dans des béchers contenant une quantité d'huile usagée qui est maintenue fixe à 100g ; La vitesse d'agitation et la température sont maintenues respectivement à 700 tours par minute et 80°C.

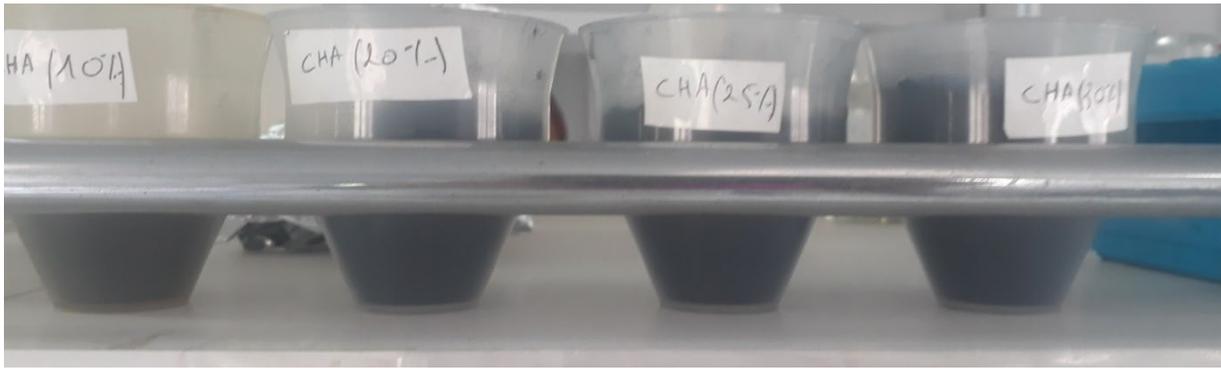


Figure IV.10: La variation de la concentration du charbon actif
CHA10% ; CHA 20% ; CHA 25% ; CHA 30%



Figure IV.11: L'huile après traitement avec la variation de la concentration du
charbon actif : CHA 10% ; CHA 20% ; CHA 25% ; CHA 30%

IV.9. ÉTUDE DU MELANGE ENTRE LES DEUX ADSORBANTS BENTONITE ET CHARBON ACTIF (BA+CHA)

En faisant varier la dose du charbon actif et de la bentonite à savoir :
(BA10%+CHA 10%) ; (BA20%+CHA 20%) ; (BA20%+CHA 25%) ; (BA30%+CHA 30%) ;
ces quantités sont ajoutées dans des béchers contenant une quantité d'huile usagée qui est maintenue
fixe à 100g ; La vitesse d'agitation et la température sont maintenues respectivement à 700
tours par minute et 80°C.

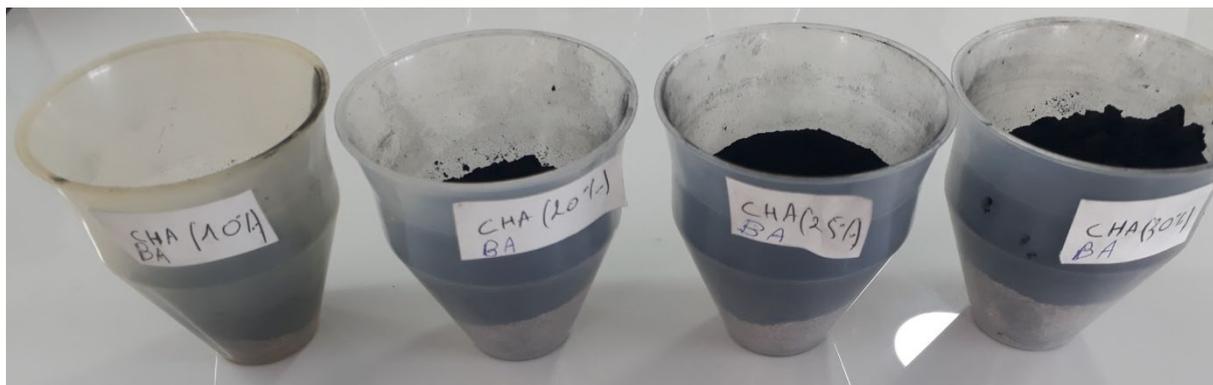


Figure IV.12: La variation de la concentration de la bentonite du charbon actif (BA10%+CHA 10%); (BA20%+CHA 20%) ; (A25%+CHA 25%) ; (BA30%+CHA 30%)



Figure IV.13: L'huile après traitement avec la variation de la concentration la bentonite et du charbon actif : (BA10%+CHA 10%); (BA20%+CHA 20%) ; (A25%+CHA 25%) ; (BA30%+CHA 30%)

IV.10. ÉTUDE DU MELANGE OPTIMUM ENTRE LES DEUX ADSORBANTS (BENTONITE 30% +CHARBON ACTIF 30 %) AVEC VARIATION DE TEMPERATURE

En faisant varier la température sur l'optimum du mélange bentonite à 30% et charbon actif à 30% à savoir les températures respectives suivantes : $T= 22^{\circ}\text{C}$; $T =40^{\circ}\text{C}$; $T= 60^{\circ}\text{C}$; $T= 80^{\circ}\text{C}$. Ces quantités sont ajoutées dans des bécjers contenant une quantité d'huile usagée qui est maintenue fixe à 100g.

La vitesse d'agitation et la température sont maintenues respectivement à 700 tours par minute et 80°C .

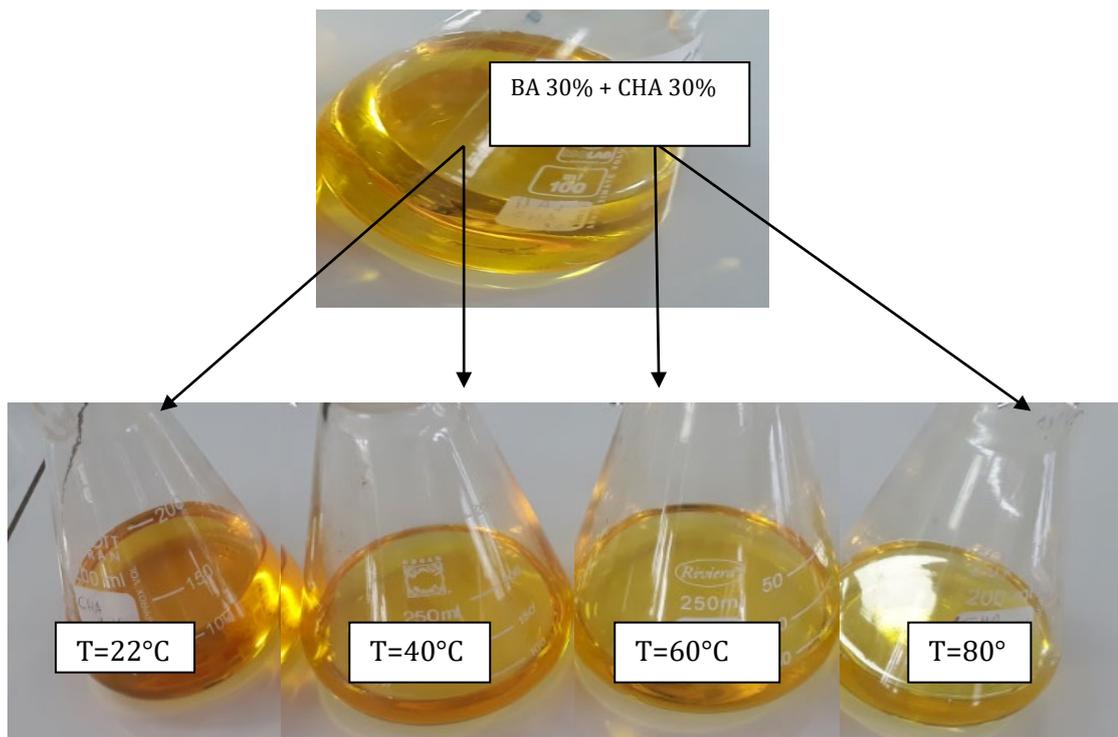


Figure IV.14: L'huile après traitement avec la variation de la température : de la $T=22^{\circ}\text{C}$; $T=40^{\circ}\text{C}$; $T=60^{\circ}\text{C}$; $T=80^{\circ}\text{C}$ avec le mélange (BA30%+CHA 30%)

IV.11. CONCLUSION

Les huiles usagées peuvent faire l'objet d'un traitement de régénération par adsorption ; qui préserve leurs propriétés lubrifiantes et prolonge leurs durées de vie utile et réduit la consommation d'huiles vierges. Il est également possible de réutiliser les huiles en récupérant leurs propriétés chimico-physique et électriques.

Dans la plupart des cas, l'utilisation normale d'une huile ne modifie pas ses propriétés lubrifiantes de base. C'est plutôt la décomposition des additifs, les métaux et solides provenant de l'usure des pièces du transformateur qui les altèrent. Le retraitement par la méthode de régénération par adsorption des huiles diélectriques usagées a pour objectif de retirer les contaminants tels que les acides, les aldéhydes, les esters, les cétones, les peroxydes et les alcools. Les avantages de la réutilisation et le recyclage par régénération des huiles usagées est sur le plan environnemental, économique et en termes de conservation des ressources.

La régénération d'huile usagée vise à restaurer intégralement les propriétés initiales d'une huile neuve.

CHAPITRE V
RESULTATS ET DISCUSSION

V.1. SPECTROSCOPIE FTIR DES HUILES

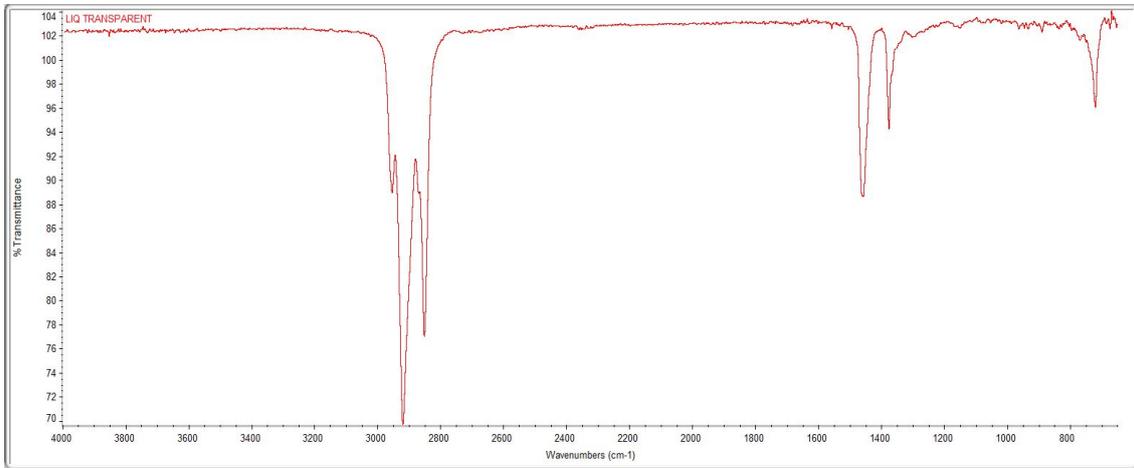


Figure V.1: Le spectre FTIR de L'huile neuve

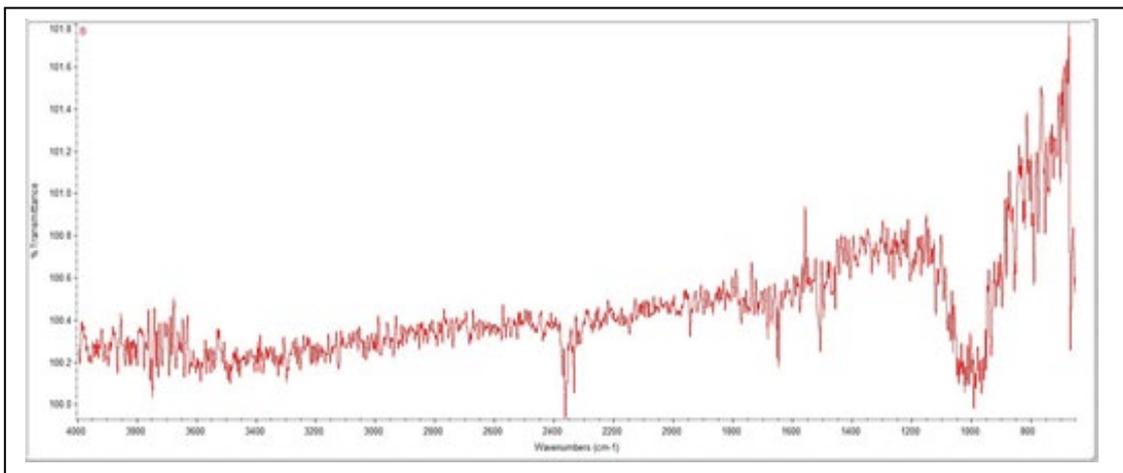


Figure V.2 : Le spectre FTIR de l'huile usagée

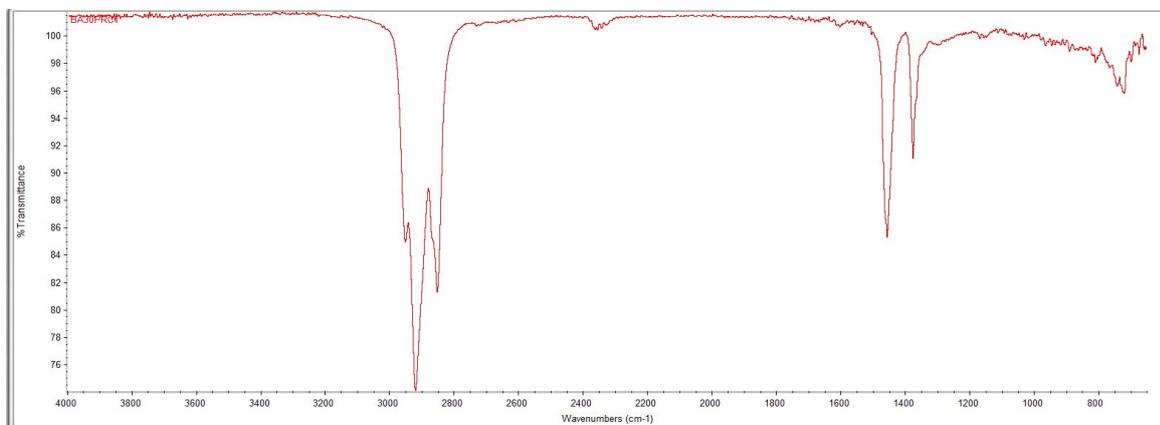


Figure V.3: Le spectre FTIR l'huile après traitements avec de la bentonite à30% (BA30%)

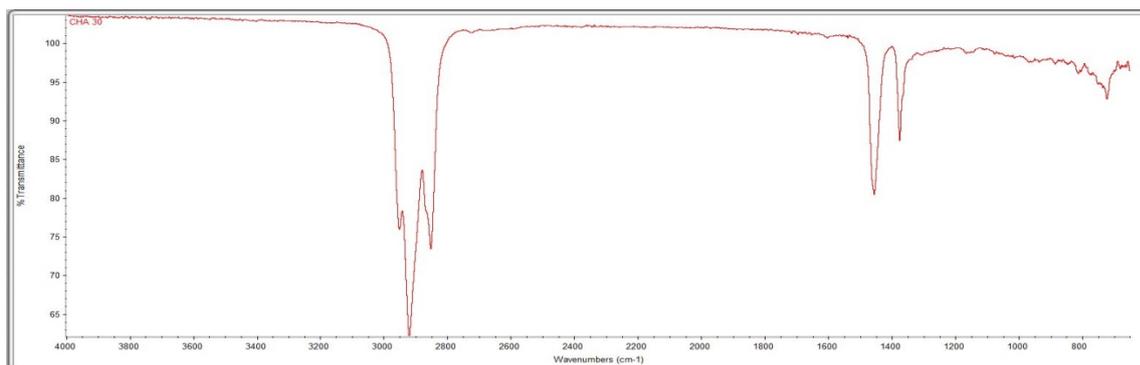
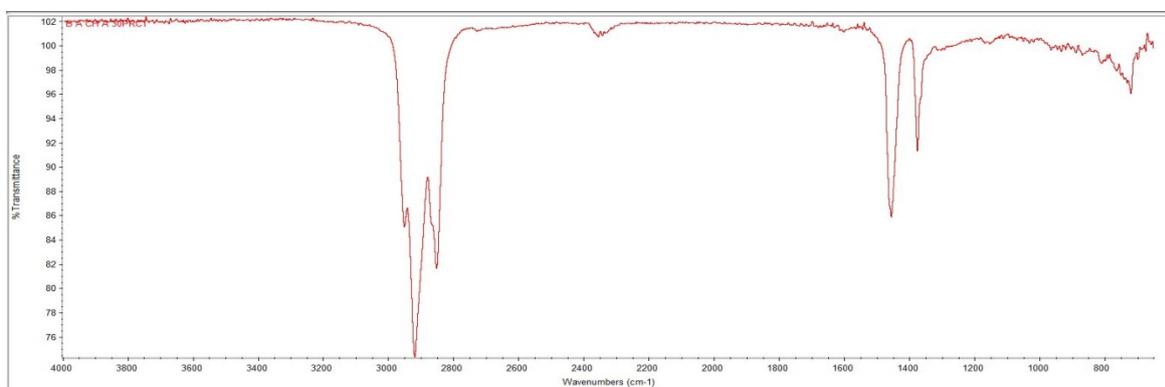


Figure V.4 : Le spectre FTIR de L'huile après traitements avec du charbon actif à30% (CHA30%)



FigureV.5: Le spectre FTIR de l'huile après traitements avec de la bentonite30% et du charbon actif à 30% (BA30%+CH30%)

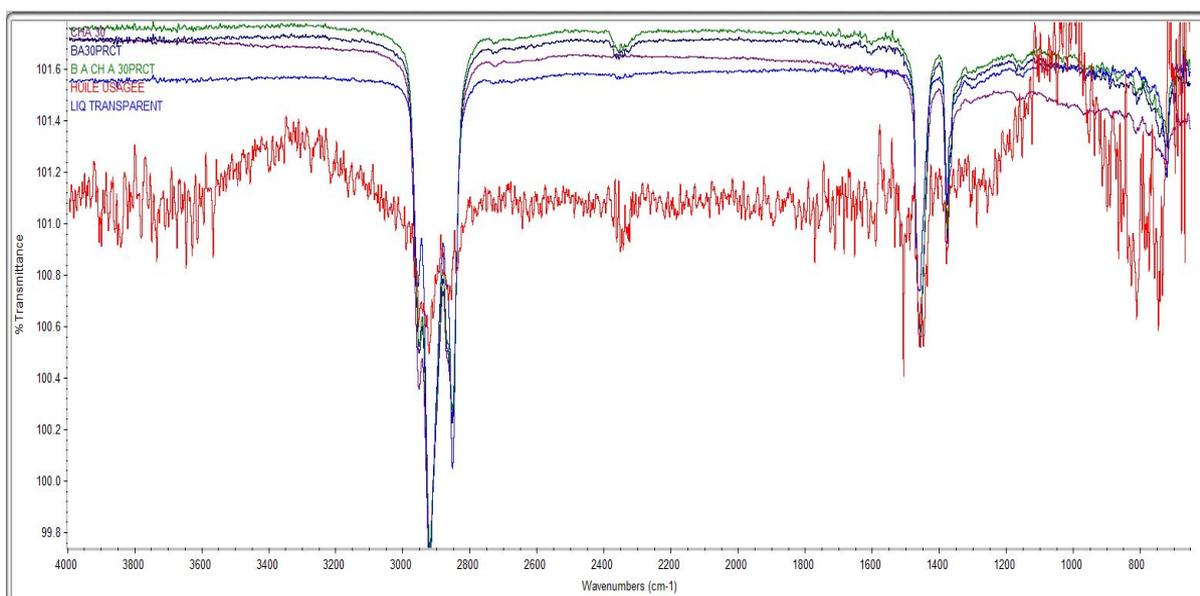


Figure V.6: Les spectres FTIR en superposition de l'huile neuve ; l'huile usagé ; l'huile après traitements avec la bentonite a 30% ; l'huile après traitements avec du charbon actif à 30% ; l'huile après traitements avec (la bentonite à30% +le charbon actif à 30%).

Tableau V.1: Caractérisation par la spectroscopie infrarouge (FTIR) de l'huile neuve et l'huile usagée ainsi que les huiles après traitements par la bentonite à 30% ; puis avec charbon actif à 30% ; et les deux a la fois.

Echantillon	Nombre d'onde (cm ⁻¹)	Liaison
L'huile neuve	2900 2850 1450 1280 750	C-H C-H C=C C=O/C-N =C-H
L'huile usagée	3740 3700 3600 2380-2300 1450-1850 1000	Déformation O-H O-H sans liaison hydrogène O-H hydroxyle lié C-H C=C aromatique C-OH
L'huile usagée +BA30%	2900 2800 1450 1300	C-H C-H C=C C-O / C-N
L'huile usagée+CHA30%	2900 2800 1450 1300	C-H C-H C=C C-O / C-N
L'huile usagée (BA30% +CHA30%)	2900 2800 1450 1300	C-H C-H C=C C-O / C-N

V.2 ANALYSES EFFECTUER SUR LES ADSORBONS

V.2.1 CARACTERISTIQUES PHYSIQUES ET CHIMIQUES

Les différents adsorbants utilisés sont:

- Bentonite Activée(BA).
- Charbon actif en poudre (CHA).

Tableau V.2: Caractéristiques physiques et chimiques de l'échantillon de bentonite activée.

Échantillon	(Masse %)									
Composition	SiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	Mg O	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	LOI	Surface BET, m ² /g	Densité g/m ³
BA	69,61	11,3	2,41	2,13	1,70	2,66	0,19	9,89	111,7	-

Tableau V.3 : Caractéristiques physiques et chimiques de l'échantillon de charbon actif.

Échantillon	(Masse %)					
composition	Carbone	Hydrogène	Azote	Oxygène	Porosité,%	Surface BETm ² /g
CHA	87,1	1	1,1	10,8	-	604,40

V.2.2 ANALYSES BET POUR LES ADSORBONS

Tableau V.4: Mesure de la surface spécifique

Adsorbants	Surface spécifiques des pores (m ² /g)	Volume Méso poreux (Cm ³ /gr)
Bentonite (BA)	111,7	34,3956
Charbon Actif(CHA)	604,40	197,9507
(BA)+(CHA)	365,5	120,7773

Interpretations

Les résultats de la mesure des surfaces spécifiques des adsorbants utilisés (bentonite, charbon actif, mélange bentonite +charbon actif) sont regroupés dans le tableau 10. Nous remarquons que le charbon actif possède une morphologie et porosité développée par rapport à la bentonite. Ainsi qu'un volume poreux important. En effet, la surface spécifique de l'adsorbant (charbon actif) a pour valeur 604,40 (m²/g) et la valeur du volume moyen des pores vaut 197,9507 (cm³/g).

TableauV.5: Analyses des échantillons prélevés sur les fûts d'huile neuve

				1er échantillon	2e échantillon	3e échantillon	4e échantillon	5e échantillon	6e échantillon	7e échantillon	8e échantillon	9e échantillon	10e échantillon
Propriétés physiques	Unité	Norme	H. neuve	Palette N°19/523	Palette N°20/523	Palette N°47/523	Palette N°48/523	Palette N°64/523	Palette N°79/523	Palette N°108/523	Palette N°111/523	Palette N°147/523	Palette N°149/523
Aspect		CEI00296	Limpide	Limpide	Limpide	Limpide	Limpide	Limpide	Limpide	Limpide	Limpide	Limpide	Limpide
Viscosité cinématique 40°C	mm ² /s	iso 03104	<11	5,899	5,938	5,861	5,422	5,835	5,951	5,951	5,912	5,899	5,835
Point d'éclair	°c	iso 02719	>130	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Densité à 22°C		iso 12185	<0,985	0,826	0,826	0,826	0,826	0,828	0,830	0,826	0,822	0,824	0,826
Propriétés chimiques	Unité	Norme	H. neuve	Palette N°19/523	Palette N°20/523	Palette N°47/523	Palette N°48/523	Palette N°64/523	Palette N°79/523	Palette N°108/523	Palette N°111/523	Palette N°147/523	Palette N°149/523
Teneur en eau	ppm	CEI 814	<30	5,8	4	15,3	5,1	16,8	5,3	5,1	5	5,9	15,8
Indice d'acidité	mg KOH/g	CEI296	<0,03	0,011	0,005	0,016	0,010	0,010	0,011	0,016	0,016	0,0055	0,010
Indice de couleur		ASTMD1500	<2	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5
Indice de réfraction				1,459	1,459	1,459	1,456	1,455	1,4555	1,458	1,4555	1,458	1,4585
Propriétés électriques	Unité	Norme	H. neuve	Palette N°19/523	Palette N°20/523	Palette N°47/523	Palette N°48/523	Palette N°64/523	Palette N°79/523	Palette N°108/523	Palette N°111/523	Palette N°147/523	Palette N°149/523
Tension de claquage	KV	CEI 156	>30	80	73	68,7	75,1	60,5	71,9	79,7	77,3	72,2	68,3
Facteur de dissipation diélectrique à 90°C		CEI 247	<0,005	0,0011	0,00057	0,0006	0,0005	0,00036	0,00045	0,00033	0,0005	0,00033	0,00033

				11e échantillon	12e échantillon	13e échantillon	14e échantillon	15e échantillon	16e échantillon	17e échantillon	18e échantillon	19e échantillon	20ème échantillon
Propriétés physiques	Unité	Norme	H. neuve	Palette N°177/523	Palette N°145/523	Palette N°262/523	Palette N°265/523	Palette N°341/523	Palette N°347/523	Palette N°348/523	Palette N°386/523	Palette N°506/523	Palette N°507/523
Aspect		CEI00296	Limpide	Limpide	Limpide	Limpide	Limpide	Limpide	Limpide	Limpide	Limpide	Limpide	Limpide
Viscosité cinématique 40°C	mm ² /s	iso 03104	<11	5,757	5,886	5,938	5,68	5,912	5,899	5,822	5,874	5,848	5,912
Point d'éclair	°c	iso 02719	>130	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Densité à 22°C		iso 12185	<0,985	0,822	0,824	0,830	0,828	0,828	0,828	0,822	0,828	0,828	0,828
Propriétés chimiques	Unité	Norme	H. neuve	Palette N°177/523	Palette N°145/523	Palette N 262/523	Palette N°265/523	Palette N341/523	Palette N°347/523	Palette N°348/523	Palette N°386/523	Palette N°506/523	Palette N°507/523
Teneur en eau	ppm	CEI 814	<30	5	5,8	15,8	15,2	18,1	15,2	4,8	15,3	7,5	6
Indice d'acidité	mg KOH/g	CEI296	<0,03	0,009	0,01	0,015	0,008	0,009	0,008	0,013	0,009	0,005	0,008
Indice de couleur		ASTMD1500	<2	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5	< 0,5
Indice de réfraction				1,459	1,455	1,458	1,458	1,457	1,4555	1,455	1,4595	1,454	1,4457
Propriétés électriques	Unité	Norme	H. neuve	Palette N°177/523	Palette N°145/523	Palette N 262/523	Palette N°265/523	Palette N341/523	Palette N°347/523	Palette N°348/523	Palette N°386/523	Palette N°506/523	Palette N°507/523
Tension de claquage	KV	CEI 156	>30	78,1	72,1	60,8	64,3	63,5	66,9	71,3	60,2	70,4	76,2
Facteur de dissipation diélectriques à 90°C		CEI 247	<0,005	0,00028	0,00033	0,00039	0,0003	0,00026	0,00033	0,00019	0,00036	0,00042	0,00033

NB : Tous les résultats obtenus sont conformes à la norme CEI 60296

V.3 L'HUILE USAGEE



Figure V.7: Échantillon d'Huile usagée

V.3.1 ÉCHANTILLONS D'HUILE USAGEE (TABLEAU 12)

Échantillons d'huile de transformateur Dans la présente étude, c'est une huile de transformateurs (en service depuis environ 31 ans) recueillies dans la sous-station située près de la ville Blida de l'Algérie (qui est l'électricité centra le site de distribution). Ces huiles ont été échantillonnées à partir d'un, transformateur de puissance de : Tension 220/60kV & Puissance 80 MVA

Tableau V.6: Caractéristiques de l'huile usagée d'un transformateur de puissance.

Tests	la norme	Unité	Valeur
Indice d'acidité	CEI62021	Mg KOH/g l'huile	0,114
Teneur en eau	CEI60814	ppm	44,5
Facteur de dissipation	CEI60247	-	0,3109
Résistivité (90 ° C)	CEI60247	GΩm	0,986
Tension de claquage	CEI60156	KV	58,4
Viscosité a (40°C)	CEI3104	mm ² /s	8,817
Densité22°C	ISO3675	g/ml	0,874
Indice de couleur	ISO2049	-	6
Indice de refraction	ISO 6320/2017	-	1,480
Aspect	-	-	Opaque

V.3.2 RÉGÉNÉRATION

L'organigramme suivant résume les principales étapes de la régénération (figure 43).

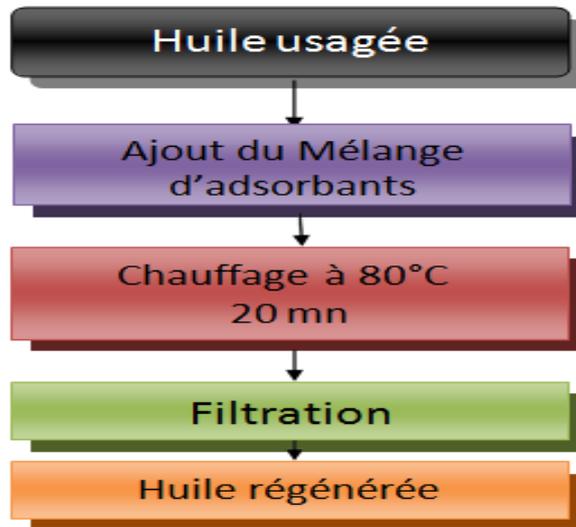


Figure V.8: Schéma de procédé de régénération d'huile usagée[11].

V.4 EFFET DE LA VARIATION DE LA CONCENTRATION DE LA BENTONITE SUR LA REGENERATION DE L'HUILE USAGEE.

Densité de l'huile (0,85g/ml), agitation (700 tr/min), température (80°C), le temps de régénération (20min)

Tableau V.7: Résultats obtenus par la variation de la concentration de la Bentonite

	BA 10%	BA 20%	BA 25 %	BA 30 %
TE (ppm)	29,2	23,9	17,4	12,5
IC	3,8	2,3	2,2	1,8
IA (mg KOH/g d'huile) x10 ⁻²	5,9	3,5	3,2	2,8

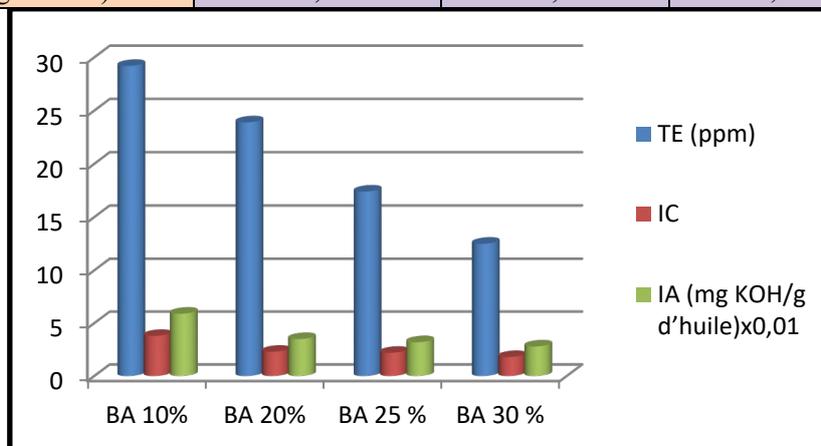


Figure V.9: Effet du traitement sur la teneur en eau (TE), indice de couleur (IC), indice d'acidité(IA) avec une variation de la concentration de la bentonite.

D'après les résultats, On note que les valeurs des indices de couleur (IC : de 4 jusqu'à 1), teneurs en eau (TE : de 30 jusqu'à 12) et indices d'acidité (IA : de 6 jusqu'à 2) sont on ordre décroissent avec l'augmentation de la concentration de la bentonite. Cette diminution est liée à l'adsorption d'humidité ainsi que les produits acides et les sous-produits d'oxydations qui existent dans l'huile usagée Par la bentonite.

V.5 EFFET DE LA VARIATION DE LA CONCENTRATION DU CHARBON ACTIF SUR LA REGENERATION DE L'HUILE USAGEE

Densité de l'huile (0,85g/ml), agitation (700 tr/min), température (80°C), le temps de régénération (20min)

Tableau V.8 : Résultats obtenus par la variation de la concentration du Charbon actif

	CHA 10%	CHA 20%	CHA 25 %	CHA 30 %
TE (ppm)	26,9	24	22	12
IC	1,8	1,6	1,6	1,5
IA(mg KOH/g d'huile) x0,01	5,1	2,8	2	1,3

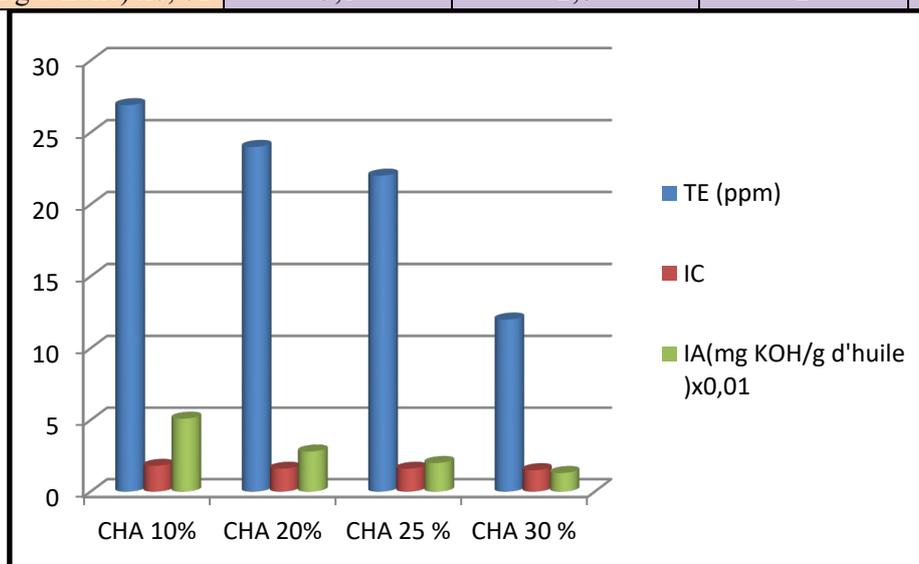


Figure V.10: Effet du traitement sur la teneur en eau (TE), indice de couleur (IC), indice d'acidité(IA) avec une variation de la concentration du charbon actif.

Nous avons constaté un meilleur traitement ; comparant aux résultats obtenu par le traitement effectuer par l'adsorption avec la bentonite sur tout Pour la régression de l'indice de couleur et l'indice d'acidité. Cette diminution est liée une meilleure adsorption de l'humidité ainsi que les produits acides et les sous-produits d'oxydations qui existent dans l'huile usagée Par le charbon actif.

V.6 EFFET DE LA VARIATION DE LA CONCENTRATION DU MELANGE BENTONITE CHARBON ACTIF SUR LA REGENERATION DE L'HUILE USAGEE

Densité de l'huile (0,85g/ml), agitation (700 tr/min), température (80°C), le temps de régénération (20min)

Tableau.9 : Effet de la variation de la concentration du mélange "Charbon actif+ Bentonite"

	BA10%+ CHA 10%	BA20%+ CHA 20%	BA25%+ CHA 25%	BA30%+ CHA30%
TE (ppm)	18,7	16,6	15,8	11,3
IC	2,2	1,9	1,7	1,5
IA (mg KOH/g d'huile) x0,01	2,7	1,3	1,3	1,3

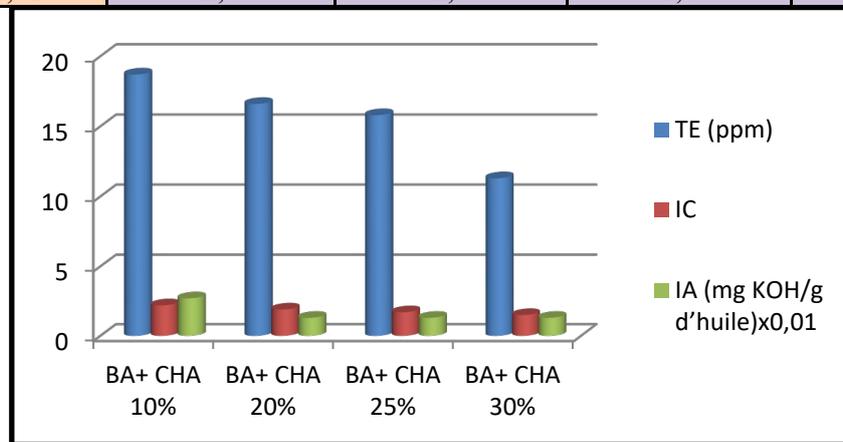


Figure V.11: Effet du traitement sur la teneur en eau (TE), indice de couleur (IC), indice d'acidité(IA) avec une variation de la concentration de la bentonite le charbon actif

Les résultats obtenus par le traitement effectué par adsorption du mélange bentonite et charbon actif sont presque semblables à ceux trouvés par le traitement effectué par adsorption du charbon actif seul.

V.7 Influence de la variation de la température sur la régénération de l'huile usagée en utilisant le mélange bentonite 30%+ charbon actif 30%

Densité de l'huile (0,85g/ml), agitation (700 tr/min), le temps de régénération (20min)

Tableau V.10 : Résultats obtenus par la variation de la température (Bentonite30%+ Charbon actif30%)

BA30%+ CHA 30%	T=22°C	T=40°C	T=60°C	T=80°C
TE (ppm)	23,7	20,1	19	11,9
IC	2,1	1,7	1,5	1,5
IA (mg KOH/g l'huile) x0, 01	2,1	1,4	1,9	1,9

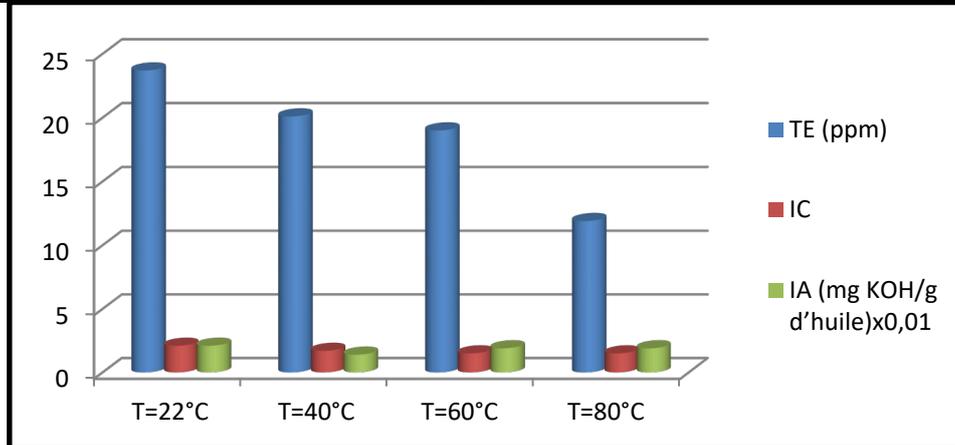


Figure V.12: Effet du traitement sur la teneur en eau (TE), indice de couleur (IC), indice d'acidité(IA) avec la concentration de (bentonite30% + charbon actif30%) avec une variation de la température.

D'après les résultats obtenus On note que :

- L'effet du traitement sur la teneur en eau (TE), est en ordre décroissant avec l'augmentation de la température du mélange (bentonite30%+ charbon actif30%).
- L'effet du traitement sur l'indice de couleur (IC), est en ordre décroissant avec l'augmentation de la température du mélange (bentonite30%+ charbon actif 30%) jusqu'à 60°C ; puis elle devient constante. Donc c'est la température optimum pour le mélange.
- L'effet du traitement sur Indice d'acidité(IA) ; est décroissant avec l'augmentation de la température du mélange (bentonite30%+ charbon actif30%) jusqu'à 40°C. puis on constate une légère augmentation à partir de 60°C puis elle devient constante ; même avec l'augmentation de la température du mélange. Sachant que la température est fixée à 80°C. Le temps de réaction fixé à 20 min et l'agitation fixé à 700 (tours /min).

Ce qui indique que le traitement avec adsorption et, la régénération de l'huile usagée est favorisée à basse température. L'adsorption est alors exothermique ; elle s'effectue à basse température donc les hautes températures sont défavorables pour le traitement de régénération d'huile.

Tableau V.11: Récapitulatif des Résultats obtenus

CARACTERISTIQUES	HUILE NEUVE 1 ^{er} échantillon sur les fûts d'huile neuve	HUILE USAGÉE	HUILE RÉGÉNÉRÉE Avec la variation de la concentration (BA30%+CHA30%)
1/ Paramètres physiques			
Aspect	Limpide	Opaque	Claire
Viscosité à 40 °C (m ³ /s)	5,899	8,817	8,455
Densité à 22°C	0,826	0,874	0,874
2/ Paramètres chimiques			
Indice de couleur	< 0,5	6	1,5
Indice d'acidité (mg KOH/g)	0,011	0,114	0,013
Teneur en eau (ppm)	5,8	44,5	11,3
Indice de réfraction	1,459	1,480	1,481
3/ Paramètres électriques			
Facteur de dissipation diélectrique à 90°C	0,0011	0,3109	0,0479
Tension de claquage (kV)	80	58,4	13,5

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

Les huiles minérales sont considérées comme polluantes ; car elles présentent une biodégradabilité moyenne. Cependant il est important de rappeler que leur impact sur l'environnement est très relatif par rapport aux hydrocarbures. Les huiles minérales diélectriques ne représentent que 1% de la production des hydrocarbures, elles sont produites pour être exploitées pendant des dizaines d'années.

Il est nécessaire de préciser que certains produits dangereux peuvent avoir un impact important sur l'environnement, même si la quantité rejetée est très faible. Le degré de pollution et la durée pendant laquelle celui-ci va rester incrusté dépendent du polluant. Les effets négatifs sur la faune, la flore et les ressources alimentaires avoisinantes peuvent être considérables. L'huile isolante subit un processus de dégradation, causé par l'augmentation, de la chaleur, la présence d'eau, la présence des particules en suspension et d'autres facteurs. Ceci fait diminuer ses propriétés isolantes, d'où la nécessité de la remplacer par une huile neuve ou la régénérer.

Même neuve, une huile peut contenir des composés indésirables ou des molécules polaires, résidus du processus de raffinage qui peuvent engendrer des effets négatifs qui va se répercuter sur le bon fonctionnement du transformateur. Pour cela, il est nécessaire de procéder à la régénération de l'huile afin de lui conférer les propriétés requises exigées. Il existe plusieurs méthodes de régénération des huiles usagées, on peut citer, l'adsorption, l'extraction, la distillation et l'ajout d'additifs. Parmi les méthodes les plus rentables et les plus efficaces sont celles d'adsorption par différents adsorbants.

Le traitement des huiles isolantes usagées avec le mélange d'adsorbants pourrait significativement améliorer la qualité de l'huile conformément aux exigences de la norme CEI 60296. La régénération est nécessaire lorsque l'huile est sévèrement polluée par des produits de dégradation. Si ces derniers sont instables ils provoquent des dépôts, dont l'élimination nécessite une maintenance, car ils contaminent l'huile diélectrique. La régénération des huiles usagées est une alternative à la fois économique et écologique. . «Le remplacement de l'huile vieillie, par une huile neuve est indispensable pour le bon fonctionnement, mais ce remplacement est très coûteux.».

C'est pour cela que nous avons procédé à la résolution de cette problématique, par la réalisation de notre travail qui a permis la régénération d'une huile usagée diélectrique issue

des transformateurs de puissances à l'Unité Opérationnelle SKMK UTH Blida, Par la méthode d'adsorption

Une meilleure amélioration des propriétés d'huile usagée a été constaté par la variation de concentration de deux adsorbants, bentonite et charbon actif suivie de l'influence de la température. Ceci a été confirmé par les résultats obtenus qui sont reporté sur les tableaux :(V.6) ;(V.7) ;(V.8) ;(V.9) ;(V.10) ; (V.11).ainsi que les représentations graphiques sur les figures :(V.9) ;(V.10) ;(V.11) ;(V.12).

Indice de couleur : nous avons constaté une très grande amélioration de la couleur de l'huile usagée qui présente un aspect opaque avec un indice de 6. Après régénération cet indice a atteint la valeur de 1,5. L'huile est devenue claire.

Indice d'acidité : nous avons atteint un indice de 0.013 (mg KOH/g d'huile) au niveau du laboratoire par la méthode d'adsorption, l'indice de l'huile usagée était de 0,114(mg KOH/g d'huile)

La teneur en eau : Nous avons atteint une réduction de la teneur en eau jusqu'à la valeur de 11,3 ppm au lieu de 44,5 ppm pour l'huile .

Les groupements fonctionnels organiques par la méthode spectrophotométrie infrarouge: (FTIR) : Selon les résultats reportés sur le tableau (V.1) des produits issus de l'oxydation ont pu constater la disparition des groupements fonctionnels suivants : esters, acides, cétones, alcool, aromatique.. etc.

On peut conclure que notre étude porte principalement sur:

La régénération par la méthode d'adsorption d'huile usagée qui permet d'une part, l'économie de l'utilisation de nouvelles quantités d'huiles neuves et d'autre part, de réduire le rejet de ces huiles usagées, contenant des sous-produits de dégradation dans la nature, ainsi que l'élimination des sous-produits de la dégradation

■ Ce travail n'est qu'un début dans un vaste domaine prometteur qui mérite d'être exploité.

Références Bibliographiques

1. SAADI, N. AND A. ABDELKEBIR, *APPLICATION DE LA LOGIQUE FLOUE POUR LE DIAGNOSTIC DES TRANSFORMATEURS DE PUISSANCE PAR ANALYSE DES GAZ DISSOUS*, IN *GENIE ELECTRIQUE*2017, UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA BOUMERDES. P. 87.
2. BOUDRAA, S., *MAINTENANCE DES TRANSFORMATEURS DE PUISSANCE PAR L'ANALYSE DE L'HUILE - APPORT DE L'INTELLIGENCE ARTIFICIELLE-*, IN *DEPARTEMENT D'ELECTROTECHNIQUE*2017, UNIVERSITE DE BATNA2. P. 286.
3. SAAD, A., *INFLUENCE DE LA PRESENCE DE MATERIAUX SUR LE COMPORTEMENT DE L'HUILE ISOLANTE*, IN *ELECTROTECHNIQUE, OPTION: SYSTEMES ELECTRO-ENERGETIQUES*2015, USTHB: ALGER. P. 84.
4. SANCHEZ, J., *AIDE AU DIAGNOSTIC DE DEFAUTS DES TRANSFORMATEURS DE PUISSANCE*, IN *NNT: 2011GRENT0312011*, UNIVERSITE DE GRENOBLE.
5. BELABBAS, L., *REGENERATION DES HUILES MOTEURS USAGEES PAR LA METHODE ACIDE TERRE*, IN *DEPARTEMENT GENIE DES PROCEDES CHIMIQUES ET PHARMACEUTIQUES*2018, UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA BOUMERDES: BOUMERDES.
6. N'CHO, J., *DEVELOPPEMENT DE NOUVELLES METHODES DE DIAGNOSTIC ET DE REGENERATION DES HUILES POUR TRANSFORMATEURS DE PUISSANCE*, IN *ECOLE CENTRALE DE LYON*2011, ECOLE CENTRALE DE LYON: LYON. P. 173.
7. NAIT DJOUDI, A., *CARACTERISATION DE L'HUILE POUR TRANSFORMATEURS EN SERVICE*, IN *GENIE ELECTRIQUE*2014, UNIVERSITE MOULOUD MAMMERI DE TIZI-OUZOU: UMMTO. P. 63.
8. BOUZIANE, N., *ELIMINATION DU 2-MERCAPTOBENZOTHIAZOLE PAR VOIE PHOTOCHEMIE ET PAR ADSORPTION SUR LA BENTONITE ET LE CHARBON ACTIF EN POUDRE*, IN *DEPARTEMENT DE CHIMIE*2007, UNIVERSITE MENTOURI DE CONSTANTINE: CONSTANTINE. P. 205.
9. BELAIB, F., *ETUDE EXPERIMENTALE DE L'EFFET DE L'ENROBAGE DE SUPPORTS SOLIDES PAR DES POLYMERES CONDUCTEURS SUR LEUR CAPACITE DE RETENTION DES CATIONS METALLIQUES EN SOLUTION AQUEUSE PAR ADSORPTION. APPLICATION A LA SILICE ET A CERTAINS MATERIAUX NATUREL*, IN *GENIE DES PROCEDES*2006, UNIVERSITE MENTOURI DE CONSTANTINE: CONSTANTINE. P. 148.
10. HEMSAS, S., *CONTRIBUTION A L'ETUDE DE LA DECOLORATION DES EAUX SUR GRIGNONS D'OLIVE VALORISE. ETUDE DYNAMIQUE*, IN *GENIE DE L'ENVIRONNEMENT*2008, UNIVERSITE M'HAMED BOUGARA DE BOUMERDES: BOUMERDES. P. 120.
11. UNITE OPERATIONNELLE SKMK TRAITEMENT D'HUILE - BLIDA, *AUDIT ENVIRONNEMENTAL UTH BLIDA*, JANVIER 2010. P. 50.
12. BENALI, A.H. AND R. BENTALAY, *REGENERATION ET ETUDE DU COMPORTEMENT RHEOLOGIQUE DES HUILES DIELECTRIQUES DES TRANSFORMATEURS DE PUISSANCE*, IN *DEPARTEMENT DE TECHNOLOGIE*2018, UNIVERSITE DJILALI BOUNAAMA: KHEMIS MILIANA.