



Ministère de L'enseignement et de la  
Recherche Scientifique  
Université De Blida – 1  
Faculté De Technologie  
Département De Génie Des Procédés



*Mémoire de Fin D'étude de Master Académique*  
*Spécialité : Matériaux Et Produits Organiques Industrielles*  
*Filière : Génie Des Procédés*

## **Thème**

***Régénération des huiles minérales diélectrique  
par différents supports d'adsorbants***

**Présenté par :**

- **Hideche Fatma Zohra**
- **Safiddine Noura**

**Dirigé par :**

- ❖ **Dr Hadj ziane Amel**
- ❖ **Dr Oumert Leila**

***Promotion 2014 / 2015***

## *Résumé*

Notre objectif de travail est basé sur le nettoyage de l'huile minérale isolante contaminé pour rétablir ses caractéristiques diélectrique initial.

Dans cette étude, nous avons développé le procédé de la régénération .Ce procédé consiste en un processus modifié. Des agents absorbants extrêmement efficaces « terre à foulon activée » ainsi « gel de silice » extraient les contaminants polaires et les produits de décomposition de l'huile usagée des transformateurs.

Grâce au contrôle approfondi des caractéristiques de l'huile, il est possible de planifier et piloter avec précision le processus de régénération. Après que l'huile d'isolation a été nettoyée, des analyses complémentaires sont effectuées sur l'installation mobile et dans le laboratoire d'analyses des huiles d'isolation de l'entreprise SKMK Blida.

Pendant le traitement, des échantillons d'huile sont prélevés pour contrôle et analyses, le traitement est interrompu que lorsque nous avons obtenue des valeurs conformes aux normes applicables définies par l'analyses d'indice de couleur , indice d'acidité, facteur de dissipation diélectrique , teneur en eau puis la mesure de claquage qui désigne une analyse importante de la capacité de l'huile à supporter une contrainte électrique.

En fin on trouve un adsorbant économique qui est le gel de silice qui a donné des résultats excellents et qui a amélioré les autres caractéristiques et les rendre proche a celle d'une huile neuve.

## **Abstract**

Ouwer objective in this work is based on the cleaning of isolate contaminated oil for restore its initial isolation characters,

In this study, we have developed the regeneration procedure. This process's modified.

An adsorbents agent's very efficacy "active benthonic" and silica gel adsorb the polar contaminants and the decomposition agents of transformation used oil.

Grace of deepen control of the characters of oil; it is possible that planed and move with precision the procedure of regeneration. After that the oil is cleaned, a group of compliments analyses are effectuated in the laboratory of SKMK Blida

During the treatment, we released some prelevements for controls and analyses the regeneration is stopped when we get valors conformed to the applied defined norms like the color, index acids, index, the dissipation isolation factor, water content and the measure of claques which is an important analyze of the capacity of the oil to transform an electric constraints

Finlay we have found an economic adsorbent which is the silica gel who have given an excellent results whose improve the others characters and round it near to the new oil.

## الملخص

ان هدف هذه الدراسة يرتكز على رسكلة الزيوت العازلة الملوثة من اجل إعادة خصائصها العازلة الابتدائية في هذه الدراسة طورنا اسلوبا جديدا للرسكلة هذا الاسلوب يعتبر اسلوبا معدلا, عناطر ماصة جد فعالة الطفل المنشط و السليكا جال تستخلص الملوثات القطبية و مركبات التفكيك للزيت العازل المستعمل للمحولات , بفضل المراقبة المعمقة لخصائص الزيت يمكن برمجة وترشيد بدقة اسلوب الرسكلة ;بعد تنضيف الزيت تحاليل تكميلية اجريناها على الزيت بفضل العتاد الموجود في مخبر التحليل الخاص بالزيوت العازلة لشركة المحولات الكهربائية بالبلدية اثناء معالجة الزيت عينات من الزيت اخذناها من اجل التحليل توقفنا عندما وصلنا الى مؤشرات مطابقة للمعايير المطبقة المعروفة مثل مؤشر اللون الحموضة مقدار المياه ضغط الانفصال عامل العزل الذي يعد تحليلا هاما لقدرة الزيت على نقل التيار الكهربائي وفي الاخير وجدنا ماصا اقتصاديا هاما هو السليكا جال الذي اغطانا نتائج ممتازة وحسن من الخصائص الاخرى وقربها من الزيت الجديدة

# *REMERCIEMENTS*

En premier lieu, nous remercions le bon Dieu le Tout Puissant de nous avoir donné la volonté, la santé et le courage pour réaliser ce travail.

Nous souhaitons exprimer notre profonde gratitude à Mme HADJ ZIAN professeur au sein de la faculté de Génie de procédé à l'université de Blida , notre promotrice, et madame LIELA OUMERT notre co-promotrice pour son investissement tout au long de ce travail. Nous avons largement profité de sa rigueur et de son inépuisable patience et pour la qualité de son encadrement.

Nous adressons nos respectueux remerciements aux membres du jury qui nous ont fait l'honneur de participer à l'évaluation de notre travail.

Nous sommes certaines de pouvoir compter sur leurs vastes connaissances et leur esprit critique constructif pour nous aider, par leurs commentaires et leurs discussions, à mieux comprendre certains problèmes rencontrés au cours de ce travail.

Nous remercions profondément l'équipe de laboratoire des analyses des huiles isolantes de l'entreprise SKMK particulièrement madame SIDI YAHYA pour leurs aides et ses conseils tout au long de ce travail.

Nous tenons à remercier les étudiants de notre promotion qui nous ont aidé et soutenu.

Enfin, un grand merci à tous ce qui ont contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce modeste travail.

Nora et fatma Zohra



# Sommaire

Remerciement

Dédicace

Résumé

Abréviation

Liste des tableaux

Liste des graphes

Liste des figures

## **Chapitre I : généralité sue les huiles isolantes pour transformateur de puissance**

### **Introduction générale**

1. Les transformateurs de puissance	2
2. Matériaux diélectriques	3
2.1.Huiles minérales isolantes	3
2.2.Source de l'huile minérale	3
2.3.Caractéristiques d'une huile neuve	5
2.4. Les analyses physico-chimiques des huiles minérales isolantes	6
2.4.1. Influence de différents paramètres sur la rigidité diélectrique	6
2.5.Le vieillissement de l'huile minérale isolante	6
2.5.1. Mécanisme de l'oxydation	7
3. Régénération des huiles diélectriques	8
3.1.Définition de l'huile usée	9
3.2.Deux grandes catégories d'huiles usagées	9
3.3.La régénération	9
3.4.Pourquoi régénérer l'huile des transformateurs?	10
traitement de régénération de l'huile usagée	11
4.Conclusion	11

## **Chapitre II : Adsorption argile gel de silice**

1. introduction	13
2. Définition d'adsorption	13
3. Type d'adsorption	13
3.1. Adsorption physique	13
3.2.Adsorption chimique	14
4. Mécanisme d'adsorption	14
5. Les adsorbants	15
5.1.Argiles	15
5.1.1. Généralité	15
5.1.2. Déffinition	16
	16

5.1.3. Structure général des argiles	16
5.1.4. Classification des argiles	16
5.1.5. Description de l'adsorption de surface d'argile	17
5.1.6. La bentonite	17
5.1.6.1. Définition	17
5.1.6.2. La structure multi-échelle de la montmorillonite	18
5.1.6.3. Activation de la bentonite	20
5.1.6.4. Composition chimique de la bentonite de Maghnia	20
5.2. Le gel de silice	20
5.2.1. Généralité sur la silice	20
5.2.2. Définition d'un gel de silice	21
5.2.3. Propriétés des gels de silice	21
5.2.4. Synthèse des gels de silice	22
5.2.5. Structure du gel de silice	23
5.2.6. Utilisations des gels de silice	24

### **Chapitre III : matériels et méthodes**

1. introduction	25
2. produits et réactifs utilisés	26
2.1 Les Huiles	26
1) Bentonite de Maghnia	26
2) Gel de silice	27
3) Acide sulfurique	27
3. Appareil laboratoire SKMK	27
3.1. Les analyses physico – chimique des huiles minérales isolantes	27
3.1.1 Indice de couleur	27
3.1.2 Teneur en eau	28
3.1.3 Tension de claquage	28
3.1.4 Facteur de dissipation diélectrique ( $T_g \delta$ )	29
3.1.5 L'acidité	30
3.1.6 Spectrométrie Infrarouge	30
4. Méthodes	31
4.1. Activation de l'échantillon d'argile en laboratoire	31
4.1.1. Préparation de l'échantillon	31
4.1.2. Mode opératoire de l'activation acide	32
4.2. Régénération de l'huile usagée par adsorption	33
4.3. Comportement d'huile minérale régénérée	34
A. Stress thermique	35
A.1. Mode opératoire	36
B. Stress électrique	36
B.1. Mode opératoire	36
C. Analyse infrarouge	36
5. Conclusion	37

### **Chapitre IV : résultats et discussion**

1. Comparaison de l'efficacité des adsorbants	38
2. Effet des contraintes électriques sur l'huile régénérée	39

2.1.L'indice de couleur	40
2.2.Facteur de dissipation diélectrique	40
2.3.Indice d'acidité	41
2.4.la teneur en eau	41
3. Effet des contraintes thermiques sur l'huile régénérée	42
3.1.Indice de couleur	42
3.2.Facteur de dissipation diélectrique	43
3.3.Indice d'acidité	43
3.4.la teneur en eau	44
4. Discussion des résultats de spectrométrie infrarouge	45
4.1.Spectre d'infrarouge de l'huile neuve	45
4.2.Spectre d'infrarouge de l'huile usagée	46
4.3.Spectre d'infrarouge de l'huile régénéré avec la bentonite	48
4.4.Spectre d'infrarouge de l'huile régénéré avec le gel de silice	49
4.5.Spectre d'infrarouge de l'huile régénéré avec le gel de silice/bentonite	50
4.6.Spectre d'infrarouge comparatif de tous les huiles	51
4.7.Interprétation des résultats du spectre comparatif	52
Conclusion générale	
<b>Annexes</b>	
<b>Références bibliographiques</b>	





## *Liste des abréviations*

BET : Brunauer-Emmet-Teller

BH : bentonite activé par voie acide

CC : Courant Continu

DPAX : Diffusion aux Petits Angles des Rayons X

HT : Haute Tension

Hz : Hertz

MEB : Microscopie Electronique à Balayage

MET : Microscopie Electronique à Transmission

NMP : n-méthylpyrrolidine

pH : potentiel d'hydrogène

ppm : partie par million

SKMK: Sharikat Khadamet Mouhaouilet Kahrabaia

$\sigma$  : énergie superficielle des liquides

$\Omega.m$  : Ohm. Mètre.

IC : Indice de couleur

IA :Indice d'acidité en mg KOH/g d'huile

Tg  $\delta$  à 90°C : tangente delta

ROH+ : résistivité en  $G\Omega m$

T eau : teneur en eau en ppm

GS : Gel de silice

BH : bentonite activée

HN :Huile neuve

Dans ce chapitre, nous présentons, en premier lieu, le phénomène d'adsorption la structure et les propriétés des matériaux argileux en général, afin de mieux distinguer les spécificités de bentonite. Nous présentons par la suite, une revue bibliographique sur la microstructure de la bentonite, son activation et ses propriétés d'adsorbance. et en fin nous présentons les caractéristiques la synthèse et les applications des gels de silice.

### 1. Introduction

L'adsorption est le processus où des molécules d'une espèce appelée adsorbat (gaz ou liquide) viennent se fixer sur la surface d'un solide, appelé adsorbant. L'adsorption peut être physique ou chimique selon la nature des interactions qui se produisent entre l'adsorbat et la surface de l'adsorbant [13].

Aux interfaces les attractions intermoléculaires ne sont pas compensées dans toutes les directions, et il subsiste des forces résiduelles dirigées vers l'extérieur. Ces forces représentent une énergie superficielle ( $\sigma$ ) des liquides. Ces forces sont neutralisées lorsque des particules mobiles (un gaz ou un soluté) se fixent en surface, on dit qu'elles s'adsorbent [13].

### 2. Définition d'adsorption

On parle d'adsorption lorsqu'il y a une simple fixation des molécules sur la surface d'un solide. Dans le cas où il y a pénétration dans la masse on parle d'absorption ou insertion. Le corps qui s'adsorbe à la surface est appelé adsorbât, par contre, le support est nommé substrat ou adsorbant. La désorption est le phénomène inverse de l'adsorption et représente la libération dans la phase liquide des molécules préalablement adsorbées [14].

Le terme adsorption a été proposé pour la première fois par KAYSER, en 1881, pour différencier entre une condensation de gaz à la surface et une absorption de gaz.

### 3. Type d'adsorption

#### 3.1. Adsorption physique

L'adsorption physique ou physisorption met en jeu de très faibles interactions entre entités moléculaires comme les forces d'attraction de van der Waals et des forces dues aux interactions électrostatiques de polarisation. Elle est réversible et peu

spécifique. L'adsorption physique est rapide et généralement limitée par les phénomènes de diffusion. La force des interactions mises en jeu peut être estimée par l'énergie d'adsorption qui est comprise entre 5 et 40  $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  et considérée comme faible : la désorption peut donc être totale [13].

### 3.2. Adsorption chimique:

L'adsorption chimique ou chimisorption est essentiellement irréversible et lente. Très spécifique, elle s'accompagne d'une forte variation d'énergie d'activation. L'adsorption chimique résulte d'une profonde modification de la répartition des charges électroniques de la molécule adsorbée : les forces de liaison sont du même type que celles qui sont impliquées lors de la formation des liaisons chimiques. L'énergie d'adsorption est supérieure à 80  $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$  : la désorption est difficile. L'adsorption physique peut se faire en monocouche ou multicouches, alors que l'adsorption chimique est uniquement mono-moléculaire car la présence des liaisons de valence entre l'adsorbat et l'adsorbant exclut la possibilité de couches multimoléculaires. De manière générale, l'adsorption est un phénomène exothermique qui se produit avec un dégagement de chaleur ce qui peut conduire à un échauffement du solide [13].

### 4. Mécanisme 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 composées/adsorbat sont de deux types :

- Liaisons de forte énergie ( $>80 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ ) liaisons ioniques et échanges de ligands.
- Liaisons de faible énergie ( $<80 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ ) interaction dipôle-dipôle liaison hydrogène interaction hydrophobe.

Les adsorbants utilisés dans la pratique sont caractérisés par une structure microporeuse qui leur confère une très grande surface active par unité de masse. Se sont soit de nature organique (végétal ou animal), soit de nature minérale, et ils sont employés tels quels ou après un traitement d'activation ayant pour but d'augmenter la porosité. Les adsorbants les plus utilisés dans les applications de traitements des eaux sont les suivants : argile, charbon actif, gel de silice, alumine et tamis moléculaire [13].

### 5. Les adsorbants

#### 5.1. Argiles

##### 5.1.1. Généralité

Le terme roche argileuse, désigne des roches sédimentaires (ou détritiques) à grain très fin contenant au moins 50 % de minéraux argileux auxquels peuvent s'ajouter d'autres minéraux très divers, détritiques ou non (quartz, minéraux carbonatés, silice colloïdale, etc...). Les roches argileuses se présentent macroscopiquement comme des roches tendres (rayables à l'ongle), fragiles à l'état sec et qui se brisent avec une cassure conchoïdale. Elles sont douées alors d'un grand pouvoir absorbant.

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. L'intérêt accordé ces dernières années à l'étude des argiles par de nombreux laboratoires dans le monde se justifie par leur abondance dans la nature, l'importance des surfaces qu'elles développent, la présence des charges électriques sur cette surface et surtout l'échangeabilité des cations interfoliaires. Ces derniers, appelés aussi cations compensateurs, sont les principaux éléments responsables de l'hydratation, du gonflement, de la plasticité et de la thixotropie. Ils confèrent ainsi aux argiles des propriétés hydrophiles [13].

En Algérie, les gisements d'argile les plus importants se trouvent au nord-ouest du pays, à Maghnia (Hammam Boughrara) d'où vient le nom de Maghnite. 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.

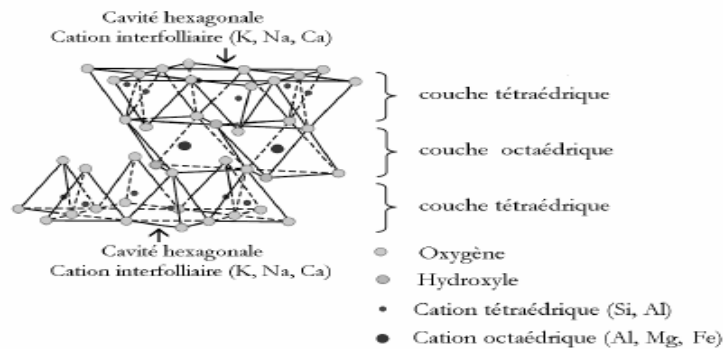
Les argiles utilisées pour la synthèse des nanocomposites sont des minéraux naturels ou synthétiques qui consistent en des couches très fines liées entre elles par des contre-ions. Leur principale caractéristique est de posséder une structure cristalline en feuillet d'épaisseur nanométrique. Leur bloc de construction de base consiste en couches tétraédriques dans lesquelles le silicium est entouré par quatre atomes d'oxygène et des couches octaédriques dans lesquelles un métal comme l'aluminium est entouré par huit atomes d'oxygène [13].

**5.1.2. définition:**

La première définition des argiles est granulométrique, c à d les argiles correspondent à la fraction inférieure à  $2\mu\text{m}$  d'un sol ou d'une formation géologique, et Minéralogiquement, c.-à-d les argiles correspondent à des minéraux aluminosilicates le plus souvent de la famille des phyllosilicates qui sont formés des particules dont les unités de bases sont des feuillets de très faible épaisseur (7, 10 ou  $14 \text{ \AA}$ ) [14].

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 [14].

**5.1.3. Structure général des argiles**



**Figure 5 : Représentation schématique d'un feuillet de phyllosilicates [14].**

**5.1.4. Classification des argiles**

Il existe différentes classifications des argiles. La plus classique est basée sur l'épaisseur et la structure du feuillet. On distingue ainsi quatre groupes

- Minéraux à  $7 \text{ \AA}$  : Le feuillet est constitué d'une couche tétraédrique et d'une couche octaédrique. Il est qualifié de T:O ou de type 1:1. Son épaisseur est d'environ  $7 \text{ \AA}$ . C'est la famille des kaolinites.
- Minéraux à  $10 \text{ \AA}$  : Le feuillet est constitué de deux couches tétraédriques et d'une couche octaédrique. Il est qualifié de T:O:T ou de type 2:1. Son épaisseur est d'environ  $10 \text{ \AA}$ . C'est la famille des smectites

– Minéraux à 14 Å : Le feuillet est constitué de l'alternance de feuillets T:O:T et de couches octaédriques interfoliaires. C'est la famille des chlorites [16].

### 5.1.5. Description de l'adsorption de surface d'argile :

D'une façon générale, les cristaux d'argile peuvent être considérés comme des plaquettes possédant deux grands types de faces (Figure I.4) : les faces basales (plans (001)) et les faces latérales (plans (hk0)). Les faces basales sont les plus développées. Leurs limites externes interrompent des liaisons à la fois dans les couches tétraédriques et octaédriques. Quel que soit le type de feuillet (1/1, 2/1), l'équilibre des charges entre cations et anions n'est pas assuré sur les faces latérales.

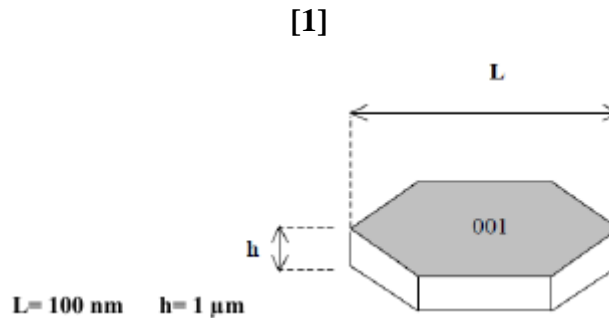


Figure 6 : Structure d'une plaquette de kaolinite [17].

### 5.1.6. La bentonite

L'argile qui fait l'objet de notre travail est connue sous le nom de "bentonite". Elle désigne généralement une poudre minérale constituée essentiellement de l'argile de montmorillonite (famille des smectites). Dans leur état naturel, la plupart des gisements de bentonite sont hétérogènes ; ils sont constitués de smectites mélangées ou interstratifiées avec l'illite et/ou la kaolinite et d'autres impuretés. La bentonite est largement utilisée dans de nombreux secteurs industriels (pharmacie, cosmétique, chimie, génie civil, agroalimentaire ...). Elle est utilisée sous forme pâteuse ou à l'état de poudre pour la réalisation de barrières étanches pour les déchets industriels et ménagers (géomembranes bentonitiques) et les déchets radioactifs (barrières ouvragées ; poudre compactées) [14].

#### 5.1.6.1. Définition

La bentonite est une argile dont le nom vient de Fort Benton aux Etats-Unis, connue aussi sous le terme de terre à foulon, elle peut être considérée comme une smectites, étant essentiellement type de phyllosilicates constituée de

montmorillonite  $(\text{SiO}_2)_m (\text{Al}_2\text{O}_3)_n (\text{H}_2\text{O})_p$  80%, et un argile ce qui explique sa capacité de rétention d'eau, on trouve également d'autres minéraux comme le quartz, le mica, le feldspath, la pyrite ou la calcite, les gisements de bentonites sont d'origines volcanique et hydrothermale [14].

Les bentonites sont des silicates d'alumine hydratés appartenant au groupe des Montmorillonites de formule brute :

$\text{Si}_4 (\text{Al} (2^{-x}) \text{R}_x) (\text{O}_{10}, \text{H}_2\text{O}) (\text{Ce}_x, n\text{H}_2\text{O})$  ou  $\text{Si}_4 (\text{Al} (2^{-x}) \text{R}_x) (\text{H}_2\text{O})_n$  avec :

- R = Mg, Fe, Mn, Zn, Ni
- Ce (cations échangeables) = Ca, Na, Mg.

La bentonite est une argile douée de propriétés de surface (caractère, affinité pour l'eau, capacité d'adsorption de composés électro-positifs,...) [14].

### 5.1.6.2. La structure multi-échelle de la montmorillonite

Pour décrire la structure à différentes échelles et les propriétés spécifiques. Ceci est rendu possible par l'utilisation de techniques expérimentales telles que la Diffusion aux Petits Angles des Rayons X (DPAX), la Microscopie Electronique à Transmission (MET) et la Microscopie Electronique à Balayage (MEB). Différents auteurs ont mis en évidence trois niveaux d'organisation dans les systèmes argileux, particulièrement les montmorillonites, nous avons repris sur la figure III la présentation des différents niveaux d'organisation. Nous présentons donc dans cette partie les trois différents objets caractéristiques de cette structure multi-échelle des montmorillonites.

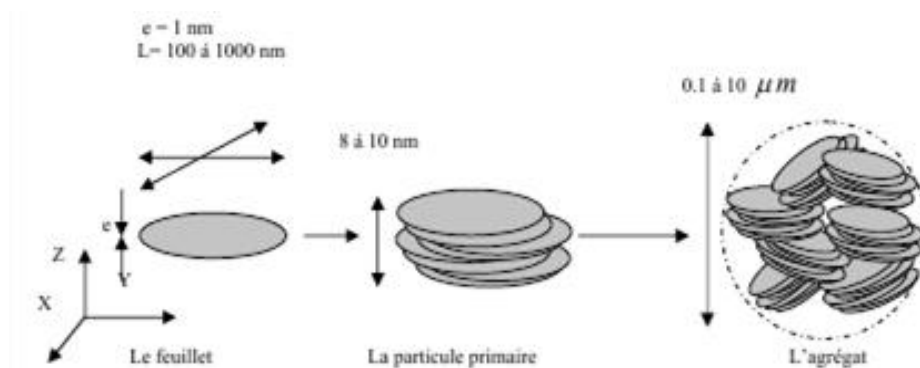


Figure 7 : La structure multi-échelle de la montmorillonite [16].

La charge négative des particules argileuses est compensée par l'adsorption de cations essentiellement le sodium et le calcium dans le cas des smectites.



Ces contre-ions sont localisés sur les surfaces externes des particules ainsi qu'entre les feuillets unitaires. Ces cations peuvent être échangés par d'autres cations présents dans le système et on peut ainsi définir une capacité d'échange cationique pour un échantillon donné. Cette capacité d'échange cationique dépendant du pH de la solution. Elle est en général mesurée à pH neutre, ce qui permet une comparaison fiable des différentes données expérimentales, dans le cas des montmorillonites. La littérature rapporte des valeurs comprises entre 85 et 160 milliéquivalents pour 100 grammes d'argile [16].

### a) Le feuillet

Les feuillets sont les unités structurales de base définissant la nature minéralogique, l'appartenance au type d'argile, les propriétés physico-chimiques ainsi que le comportement macroscopique. On emploie généralement les termes de montmorillonite "calcique" et de montmorillonite "sodique" pour faire référence à la nature de ces cations.

### b) La particule primaire

Les particules constituent le premier niveau d'organisation. Elles sont caractérisées par un empilement de feuillets identiques parallèlement à leur plan de base. Les forces de cohésion entre feuillets sont plus faibles que celles existant au sein du feuillet. Si on considère les principales espèces minéralogiques, la structure de la particule observée dans un plan perpendiculaire au plan des feuillets peut se présenter suivant trois grands types d'empilements : Empilement ordonné ; semi-ordonné et désordonné.

### c) L'agrégat

C'est un ensemble de particules primaires orientées dans toutes les directions. Les agrégats ont une taille qui varie de 0,1 à 10 microns comme il est montré sur la figure III. Il s'agit d'un assemblage de particules dont l'arrangement est gouverné par le type de forces résultant des interactions entre particules (et du degré de compaction) [16].

**5.1.6.3. Activation de la bentonite :**

L'activation est un procédé classique qui consiste à améliorer les propriétés d'absorption de l'argile en lui faisant subir un traitement physique (thermique) ou chimique (attaque acide) [13].

**5.1.6.4. Composition chimique de la bentonite de Maghnia :**

**6. Tableau 3 : Composition chimique de la bentonite de Maghnia [17].**

	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	MgO	CaO	Na <sub>2</sub> O	K <sub>2</sub> O	TiO <sub>2</sub>	As	PAF
%	69,4	14,7	1,2	1,1	0,3	0,5	0,8	0,2	0,05	11

PAF: perte au feu à 900 °C.

Le traitement préliminaire de la bentonite naturelle par homoionisation sodique consiste, non seulement, à la débarrasser de toutes les phases cristallines (quartz, feldspath, calcite, ... ), mais aussi à remplacer tous les cations échangeables de natures diverses par des cations de sodium tous identiques. Il permet aussi d'avoir des fractions granulométriques bien définies, de taille inférieure à 2 micromètres (< 2 µm), qui correspondent à la montmorillonite homoionique sodique [17].

**6.1. Le gel de silice**

**5.2.1. Généralité sur la silice**

La silice ou dioxyde de silicium est le composé chimique de formule SiO<sub>2</sub>. C'est un minéral très abondant dans l'écorce terrestre (55% en masse). La majorité de la silice naturelle est cristalline. On la trouve sous formes variées comme par exemple le quartz (dans le sable, le grès, le granit, les roches magmatiques...), la trydimite ou la cristobalite, mais elle peut aussi être synthétique. La silice est constituée d'un réseau tridimensionnel d'atomes de silicium dans un environnement tétraédrique liés entre eux par des ponts de type siloxanes (Si-O-Si) avec en surface des groupements hydroxyle appelés silanols SiOH. Selon ses méthodes de synthèse, elle peut se présenter sous des formes très variées (comme les fibres, les sols, les gels, les particules) qui permettent l'accès à un grand nombre d'applications. On la retrouve en tant que matériaux de structure pour améliorer les propriétés mécaniques, en tant que support de catalyseurs<sup>7,8</sup>, comme agent de séparation en chromatographie ou encore comme matériau fonctionnalisé lorsque les

silanols de surface réagissent avec une molécule donnée, en particulier pour des applications biologiques [18].

Ce sont ses propriétés physiques qui justifient l'ampleur des domaines d'application. Parmi les propriétés remarquables citons la densité (2,27) et :

- **la surface spécifique**

Pour les diverses formes de silice, la surface spécifique varie de 25 à 1000 m<sup>2</sup>.g<sup>-1</sup>. La détermination de la surface spécifique est basée sur la méthode Brunauer-Emmet-Teller (BET).

- **la porosité**

Ce facteur est important pour la réactivité de la silice. En effet, plus la porosité est élevée et la distribution homogène, plus les silanols des pores sont accessibles, augmentant ainsi le nombre total de silanols de surface. Selon la taille des pores, la silice peut être microporeuse (diamètre inférieur à 2 nm), mésoporeuse (diamètre compris entre 2 et 50 nm) ou macroporeuse (diamètre supérieur à 50 nm) [18].

### 5.2.2. Définition d'un gel de silice

Les gels de silice peuvent être définis comme des réseaux tridimensionnels, rigides et cohérents de particules contigües de silice colloïdales. La formation de ces gels par polymérisation de l'acide silicique et par agrégation des particules colloïdales. Les propriétés des gels de silice sont à relier aux états d'agrégation mais aussi à leur chimie de surface [19].

### 5.2.3. Propriétés des gels de silice

- **la dureté**

La dureté qualifie la capacité d'un matériau à résister à la déformation. La grande dureté et les propriétés abrasives des gels de silice et des poudres justifient leur intérêt en tant qu'agent renforçant. En effet, la capacité à résister à l'abrasion, à la rayure ou à la déformation permet d'augmenter les applications, notamment dans le domaine de la mécanique.

- **Taille des particules du gel de silice**

Les différences de propriétés physiques de ces silices dépendent fortement de la manière dont les particules sont agrégées ou agglomérées. En effet, il existe trois échelles de structure dans les silices. Les particules primaires, dont la taille varie de 3 à 500 nm de diamètre qui s'agrègent sous l'effet des forces colloïdales pour donner naissance à une seconde structure de particules secondaires, les agrégats. Ces derniers sont difficiles à casser même sous l'action de forces de cisaillement. Dans certaines conditions, ces agrégats peuvent à leur tour se lier pour former une structure tertiaire constituée d'agglomérats. Ces agglomérats peuvent être séparés dans certaines conditions sous l'effet de forces de cisaillement et retourner à l'état d'agrégats. La taille des particules primaires, ainsi que la densité et leur degré d'agrégation et d'agglomération détermine la porosité et la surface spécifique des silices[19].

- **Porosité des gels de silice**

La porosité des gels de silice est une propriété physicochimique très importante. Plusieurs études d'adsorption de molécules d'azote sur différents gels de silices ont montré que le type de porosité est très variable suivant les conditions de gélification, de pH et de température [19].

#### 5.2.4. Synthèse des gels de silice

Le procédé sol-gel permet essentiellement de préparer des oxydes polymères tels que la silice. Un sol est défini comme une suspension de nature colloïdale dans un solvant alors qu'un gel est défini comme un réseau solide emprisonnant le solvant. Au niveau du sol, les éléments inorganiques participent au réseau colloïdal. Cette distribution homogène des éléments inorganiques est maintenue lors de la transition sol-gel. La calcination, conduit à l'oxyde solide désiré. Les différents types de silice obtenus par cette méthode sont les silices précipitées, les gels et les silices colloïdales.

Les sols sont issus de l'hydrolyse d'alkoxysilane  $\text{Si}(\text{OR})_4$  ( $\text{R} = \text{CH}_3, \text{C}_2\text{H}_5, \text{C}_3\text{H}_7$ ) ou de sels métalliques  $\text{Na}_2\text{SiO}_3$  comme précédemment pour obtenir l'acide silicique  $\text{Si}(\text{OH})_4$  qui s'hydrolyse suivie de la condensation quasiment simultanée de deux silanols voisins pour aboutir à des groupements siloxanes. le schéma ci dessous résume la synthèse du gel de silice.

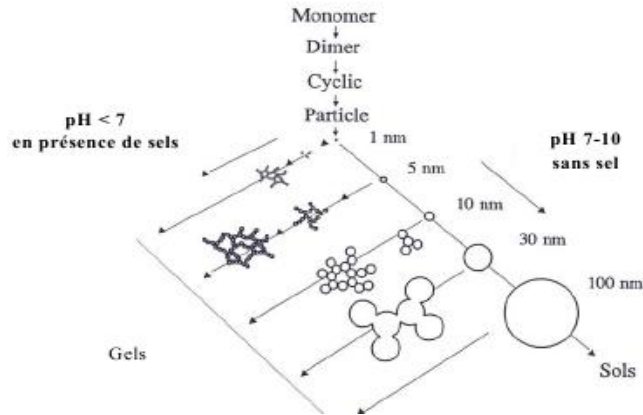


Figure 8 : Formation du gel silice [19].

Selon le processus de séchage, on forme soit un xérogel soit un aérogel. Ce dernier est un gel macroporeux (plus de 98% du volume total). Le tableau 2 récapitule les propriétés physiques des silices obtenues par voie humide [19].

Tableau 4 : Propriétés de différents gels de silice [20].

gel de silice	Porosité	Surface spécifique ( $m^2.g^{-1}$ )	Volume poreux ( $cm^3.g^{-1}$ )
Aérogel	Macroporeux	800	2,0
G-xérogel	Mésoporeux	350	1,2
S-xérogel	Mésoporeux	500	0,6
S-xérogel	Microporeux	700	0,4

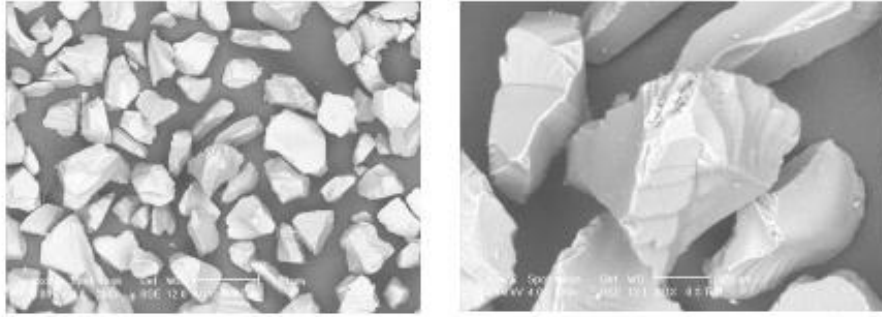
### 5.2.5. Structure du gel de silice

Les gels de silice représentés par la formule chimique  $SiO_2.nH_2O$  ont des surfaces recouvertes par des groupements silanols (SiOH), comme présenté sur la figure V



Figure 9 : Structure d'un gel de silice [19].

Ils possèdent des surfaces spécifiques plus élevées que les autres silices synthétiques, en raison de leur plus faible taille de pores. La majeure partie de cette surface est interne, ce qui est à prendre en compte lors du choix de la silice.



**Figure 10 : Images MEB du gel de silice 60 [19].**

### 5.2.6. Utilisations des gels de silice

Les gels de silice sont principalement utilisés comme :

- desséchants : ils ont en effet un grand pouvoir de rétention d'eau sur une large gamme d'humidité. Ils sont utilisés pour assécher des gaz, pour conserver à l'abri de l'humidité des denrées alimentaires ou des médicaments.
- adsorbants: le domaine le plus représentatif est celui de la chromatographie. Ils permettent également de purifier des solutions par l'adsorption de polluants (bière, huile,...).

## ANNEX

### Matériels utilisés :

1) Appareil de mesure de l'indice de couleur :



2) Teneur en eau :



3) Tension de claquage :

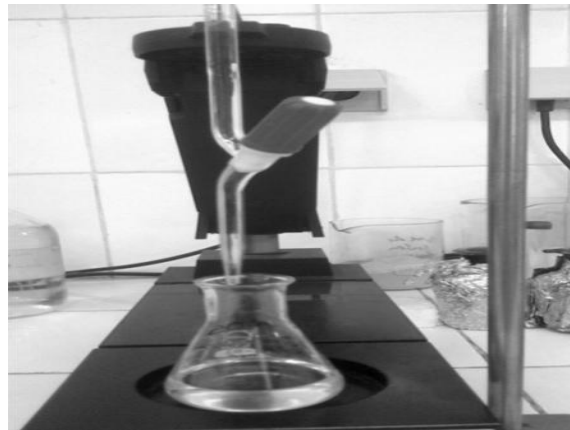


4) Facteur de dissipation diélectrique :



## ANNEX

### 5) L'acidité :



### Dispositif d'activation de la bentonite :





**ANNEX**

**ANNEX n : I**

**Tableau N=1 : pourcentage massique et temps d'activation de la bentonite**

<b>Temps d'activation de bentonite par (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)</b>	<b>Pourcentage de bentonite</b>	<b>Masse de bentonite(g)</b>
30min	2%	4,46
	3%	6.69
	4%	8.96
	5%	11,15
60min	2%	4,46
	3%	6.69
	4%	8.96
	5%	11,15
90min	2%	4,46
	3%	6.69
	4%	8.96
	5%	11,15
120min	2%	4,46
	3%	6.69
	4%	8.96
	5%	11,15

**Analyse de l'huile régénérée avec la bentonite activée à (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 15% à 30min)**

Propriétés	pourcentage			
	2%	3%	4%	5%
Ic	6	6,2	5,9	6
IA	0,088	0,085	0,10	0,11
Tang δ à 90°C	0,1841	0,1881	0,1049	0,0906
(ROH+) GΩm	1,362	1,573	3,424	4,401

**Résultats d'analyse d'huile régénérée par la bentonite activée: (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 15% à 60min)**

Propriétés	pourcentage			
	2%	3%	4%	5%
Ic	6,1	5,8	5,9	5,5
IA	0,169	0,162	0,123	0,123
Tang δ à 90°C	0,0453	0,1151	0,0915	0,0471
(ROH+) GΩm	6,823	3,171	5,799	13,13

## ANNEX

### Analyse de l'huile régénérée à l'aide de bentonite activé: (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 15% à 90min)

Propriétés	Valeurs			
	2%	3%	4%	5%
Indice de couleur (I <sub>C</sub> )	5,7	5,6	5,6	4,5
Indice d'acidité (mg KOH/g d'huile) (I <sub>A</sub> )	0,057	0,095	0,1252	0,132
Facteur de dissipation diélectrique à 90°C (tg δ)	0,199	0,1634	0,0662	0,0448
Résistivité (GΩm) (ROH+)	1,867	2,532	7,456	12,67

### Analyse de l'huile régénérée à l'aide de bentonite activé: (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 15% à 120min)

Propriétés	Valeurs			
	2%	3%	4%	5%
I <sub>c</sub>	6,2	6,1	6,4	5,3
I <sub>A</sub>	0,186	0,173	0,133	0,1075
Tang δ à 90°C	0,2775	0,2881	0,278	0,04241
(ROH+) GΩm	0,8454	0,8498	0,8356	12,21

### Analyse de l'huile régénérée à l'aide de bentonite activé: (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 25% à 90min)

Propriétés	Valeurs					
	2%	4%	5%	10%	13%	15%
I <sub>c</sub>	6,4	6,4	6,2	6,1	5,8	5,2
I <sub>A</sub>	1,170	0,118	0,322	0,117	0,085	0,072
Tang δ à 90°C	0,2814	0,2998	0,2466	0,2001	0,1648	0,0126
(ROH+) GΩm	0,8175	0,9548	1,26	1,84	2,34	29,24

### Analyse de l'huile régénérée à l'aide de bentonite activé: (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 35% à 90min)

Propriétés	Valeurs					
	2%	4%	5%	10%	13%	15%
I <sub>c</sub>	6,3	6,2	6,1	5,6	5,8	4,3
I <sub>A</sub>	0,223	0,177	0,268	0,142	0,155	0,130
Tang δ à 90°C	0,188	0,2697	0,1437	0,0922	0,1067	0,0196
GΩm (ROH+)	1,754	1,237	2,904	6,152	3,95	35,98

## ANNEX

### Analyse de l'huile régénérée à l'aide de bentonite activé: (H<sub>2</sub> SO<sub>4</sub> 45% à 90min)

Propriétés	Valeurs						
	2%	3%	4%	5%	10%	13%	15%
Ic	6,1	5,9	5,7	5,5	4,8	4,6	3,7
IA	0,149	0,103	0,139	0,105	0,119	0,058	0,039
Tang δ à 90°C	0,079	0,1081	0,01325	0,0717	0,0294	0,02	0,0145
(ROH+) GΩm	3,232	3,2	60,04	4,8816	18,14	39	59,3

### Analyse de l'huile régénérée à l'aide de bentonite activé:(H<sub>2</sub> SO<sub>4</sub> 55% à 90min)

Propriétés	Valeurs						
	2%	3%	4%	5%	10%	13%	15%
Ic	6,5	5,9	6,1	5,7	3,5	3,4	3
IA	0,165	0,160	0,136	0,166	0,134	0,084	0,05
Tang δ à 90°C	0,119	0,1459	0,1281	0,1738	0,0182	0,0083	0,0038
(ROH+) GΩm	2,06	1,82	2,34	1,61	53,41	121,73	248,78

### Analyse de l'huile régénérée à l'aide de bentonite activé: (H<sub>2</sub> SO<sub>4</sub>) à (65%)

Propriétés	Valeurs					
	2%	4%	5%	10%	13%	15%
Ic	6.3	6.1	6	4.9	3.4	3.5
IA	0.116	0.123		0.077	0.056	0.042
Tang δ à 90°C	0.1888	0.1188	0.0942	0.0312	0.0033	0.0035
(ROH+) GΩm	1.958	3.36	5.6	16.57	291.5	403.2

### Analyse de l'huile régénérée à l'aide de bentonite activé:(H<sub>2</sub> SO<sub>4</sub>) (75%)

Propriétés	Valeurs				
	2%	5%	10%	13%	15%
Ic	6	4.6	4.5	3.6	2.4
IA	0.151	0.087	0.076	0.044	0.041
Tang δ à 90°C	0.2390	0.0132	0.0185	0.00375	0.0016
(ROH+) GΩm	1.28	42.15	33.35	313.7	379.15

### Analyse de l'huile régénérée à l'aide de bentonite activé (H<sub>2</sub> SO<sub>4</sub>)(85%)

Propriétés	Valeurs				
	2%	5%	10%	13%	15%
Ic	6.2	6.1	5.2	2.9	2.6
IA	0.156	0.11	0.093	0.070	0.069

## ANNEX

Tang $\delta$ à 90°C	0.2680	0.1152	0.04145	0.00779	0.0018
(ROH+) G $\Omega$ m	1.1	4.21	16.08	212.4	458.5

### Analyse de l'huile régénérée à l'aide de bentonite activé (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 95% à 90min)

Propriétés	Valeurs					
	2%	4%	5%	10%	13%	15%
Ic	4,4	4,6	4,2	3,6	3,3	3,2
IA	0,1566	0,076	0,136	0,018	0,073	0,064
Tang $\delta$ à 90°C	0,0752	0,0610	0,0152	0,0064	0,0025	0,0047
(ROH+) G $\Omega$ m	7,024	8,953	50,11	117,49	245,12	162,07

## ANNEX II

### Viellissement électrique d'huile régénéré :

#### Par un seul adsorbant

Nombre de claquage	100	200	400	600	800	1000
$\epsilon_r$	1	1	1	1	1	1,937
conductivité	0,05	0,07	0,08	0,08	0,08	0,08
T (°C)	20,3	22,2	16,9	19	17,1	20,7
Tang $\delta$ à 90°C	0,000359	0,000454	0,00602	0,0012	0,00136	0,003804
T <sub>eau</sub> (ppm)	21,5	24,5	25	27,3	19	28,3
Ic	1	1	1,1	1,1	1,1	1,1
IA	0,05	0,07	0,072	0,082	0,084	0,89

## ANNEX

### Par un deux adsorbant :

Nombre de claquage	100	200	400	600	800	1000
$\epsilon_r$	1	1	1	1	1	1,932
conductivité	0,10	0,11	0,09	0,08	0,08	0,04
T (°C)	16,8	26	19,2	16,2	21,5	19,5
Tang $\delta$ à 90°C	0,0010	0,0010	0,0013	0,0014	0,0010	0,00206
Teau (ppm)	26,6	14,5	20,7	21,2	21,5	23,9
IC	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9
IA	0,028	0,029	0,051	0,058	0,062	0,1

### Claquage électrique de l'huile neuve :

Nb de claquage	T = 0	100	200	300	400	600	800	1000
IC	< 0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5	<0,5
Tg $\delta$ 90°C	0,002785	0,00572	0,00501	0,00576	0,00579	0,0067	0,008	0,0044
(ROH+) $G\Omega m^+ \cdot 10^9$	250,13	0,41	0,47	0,40	0,41	0,3	0,45	/
Teau (ppm)	/	27,3	28	28,9	14,7	18,5	20,9	/
IA	/	0,036	0,051	0,063	0,07	0,075	0,076	/

## ANNEX

### Vieillessement thermique de l'huile Neuve

t	0	1 <sup>er</sup> j	2 <sup>eme</sup> j	3 <sup>eme</sup> j	4 <sup>eme</sup> j	5 <sup>eme</sup> j	6 <sup>eme</sup> j	7 <sup>eme</sup> j
<b>IC</b>	<0,5	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9	0,9	
<b>Tang δ 90°C</b>	0,00165	0,00830	0,00853	0,00891	0,011594	0,035572	0,01258	
<b>Rh</b>	921	43,1.10 <sup>9</sup>	37,18.10 <sup>9</sup>	30,01.10 <sup>9</sup>	26,9.10 <sup>9</sup>	17,9.10 <sup>9</sup>	18,98.10 <sup>9</sup>	
<b>εr</b>	2,09	2,13	2,13	2,13	2,13	2,13	2,13	
<b>Teau</b>	23,3	26,2	21,9	17,9	26,9	19,8	32,2	
<b>IA</b>	0,009	0,034	0,052	0,066	0,098	0,113	0,09	

### Vieillessement thermique de l'huile régénérée par :

#### Un seul adsorbant :

t	0	1 <sup>er</sup> j	2 <sup>eme</sup> j	3 <sup>eme</sup> j	4 <sup>eme</sup> j	5 <sup>eme</sup> j	6 <sup>eme</sup> j	7 <sup>eme</sup> j
<b>IC</b>	1	1,1	1,1	1,2	1,2	1,3	1,3	
<b>TgΔ</b>	0,0011481	0,002303	0,003051	0,00174	0,004913	0,004879	0,004205	
<b>Rh</b>	430,37.10 <sup>9</sup>	213,91.10 <sup>9</sup>	150,08.10 <sup>9</sup>	263,3.10 <sup>9</sup>	87,29.10 <sup>9</sup>	82,63.10 <sup>9</sup>	97,99.10 <sup>9</sup>	
<b>ε</b>	2,14	2,14	2,14	2,14	2,14	2,14	2,14	
<b>Teau</b>	18,7	18,3	20	15	27	24,4	28	
<b>IA</b>	0,025	0,050	0,063	0,069	0,074	0,081	0,098	

## ANNEX

### Deux adsorbants

<b>t</b>	<b>0</b>	<b>1<sup>er</sup> j</b>	<b>2<sup>eme</sup> j</b>	<b>3<sup>eme</sup> j</b>	<b>4<sup>eme</sup> j</b>	<b>5<sup>eme</sup> j</b>	<b>6<sup>eme</sup> j</b>	<b>7<sup>eme</sup> j</b>
<b>IC</b>	0,8	1,1	1,2	1,2	1,3	1,3	1,3	
<b>TgΔ</b>	0,00125	0,001596	0,002014	0,005288	0,003471	0,003645	0,002895	
<b>Rh</b>	885,73.10 <sup>9</sup>	387,44.10 <sup>9</sup>	281,02.10 <sup>9</sup>	116,64.10 <sup>9</sup>	111,61.10 <sup>9</sup>	117,10.10 <sup>9</sup>	150.10 <sup>9</sup>	
<b>ε</b>	2,14	2,14	2,14	2,14	2,14	2,14	2,14	
<b>Teau</b>	18,6	28,9	30,4	20	22,4	20	27,1	
<b>IA</b>	0,024	0,065	0,070	0,073	0,078	0,073	0,096	

## *Conclusion générale*

Les huiles isolantes lors de l'exploitation ne gardent pas ses propriétés pour une période indéterminé, elles connaissent des modifications lentes ou rapides due au phénomène d'oxydation.

Dans ce travail, nous avons développé de nouvelles méthodes de régénération d'huile de transformateur de puissance ainsi qu'une méthode originale de traitement des huiles minérales. Diverses expériences ont été entreprises pour évaluer les performances de ces nouveaux outils de régénération.

La qualité de ce dernier est déterminé en utilisant des adsorbants confirment l'efficacité de processus de la régénération.

Grace à la collaboration des grandes entreprises d'huiles minérale, nous disposons actuellement de telles huiles isolantes avec une résistance au vieillissement excellente et un bon comportement diélectrique.

Les transformateurs de distribution également entent des avantages .on peut, grâce aux progrès de la technique de l'adsorption et aux choix signaux des adsorbant tel que gel de silice ainsi terre à Foullon, s'attendre à une beaucoup plus longue durée de la vie de l'huile.

D'après les résultats obtenus, on a constaté que la régénération de l'huile avec de gel de silice est une méthode rentable pour restaurer durablement les propriétés de l'huile à des valeurs proches de celle d'une huile neuve.

Le phénomène d'adsorption permet de purifier les gaz jusqu'à des niveau inférieurs à la partie par million (ppm). L'adsorbant et les conditions de sa mise en œuvre dépendent du gaz et des impuretés à traiter.

Les argiles activée et les gels de silice possèdent des critères de performance sont :

- La capacité d'adsorption pour les composants à retenir
- La sélectivité entre les composants à adsorber et les constituants à laisser passer
- La désorbabilité (capacité à la désorption dans des conditions de température et de pressions acceptable) des composants retenus qu'il est nécessaire de récupérer lorsque l'adsorbant est saturé.

Ce travail est loin d'être achevé et ouvre de nouvelles perspectives dans l'axe de recherche qui s'articule particulièrement sur l'élaboration et la mise au point de nouveaux matériaux qui permettent de purifier l'huile et la réutiliser ce qui permettra de résoudre un grand problème technico économique tant sur le volet coût mais aussi l'aspect environnemental



# *DÉDICACE*

*Je dédie ce modeste travail :*

*A mon père et ma mère qui ont toujours été présents pour moi, et qui m'ont donné un magnifique modèle de labeur et de persévérance.*

*J'espère qu'ils trouveront dans ce travail toute ma reconnaissance*

*A ma chère sœur SABRINA.*

*A mes frères surtout le petit YACINE*

*A toi mon fiancé ABDELLAH pour son grand soutien*

*A tous les membres de la famille Hideche et Amoura*

*A ma belle famille*

*A ma belle sœur AHLEM et SAADIA*

*A ma chère binôme SAFIDDINE NOURA*

*A tous mes amis(es) : DJAMILA NADIA SOUMIA ET IBTISSEM ET ZAHIA*

*A tous mes cousins et cousines*

*A toute la promotion 2014 / 2015*

**FATMA ZOHRA**

# *DÉDICACE*

*Je dédie ce modeste travail :*

*A mon père et ma mère qui ont toujours été présents pour moi, et qui m'ont donné un magnifique modèle de labeur et de persévérance.*

*J'espère qu'ils trouveront dans ce travail toute ma reconnaissance*

*A mes chères sœurs AMINA ; SAMIRA ; SAMAH ; AHLAM*

*A mes frères SID ALI et surtout ABD EL WAHAB*

*A tous les membres de la famille SAFIDDINE ET HANINI*

*A ma belle sœur NASSIMA*

*A tous mes belles frères AMINE ; MOURAD ; FATEH ; LAMINE*

*A tous mes cousins et cousine*

*A ma chère binôme fatma Zohra Hideche*

*A mes meilleurs copines FAYROUZ ; SABRINA*

*A Sarah et Amina énormément de la promotion 2014 / 2015*

**NORA**

## INTRODUCTION GENERALE

Les huiles minérales isolantes sont très largement utilisées comme liquides diélectriques et caloporteurs dans de nombreux matériels électriques : transformateurs, condensateurs, câbles, disjoncteurs etc. Leur introduction a en particulier permis d'augmenter la tenue diélectrique des appareils, d'en réduire le volume, mais aussi d'accroître leur durée de vie. Grace aux progrès des techniques de raffinage et une meilleure connaissance des exigences techniques, la qualité de ces liquides diélectriques a pu être constamment améliorée, si bien que la structure chimique de base des produits actuels n'est pas très différente de celle des premières huiles de pétrole testées dans les années 1890. Or, les préoccupations croissantes du public et du législateur concernant les problèmes de pollution et de sécurité, leur adhésion de plus en plus forte aux questions d'épuisement des ressources fossiles et de développement durable font que ces huiles minérales sont de moins en moins bien acceptées. [1]

D'ores et déjà, l'élimination en fin de vie des matériels remplis d'huiles, la (décontamination des sols et de l'eau après des fuites toujours possibles, l'inflammabilité et la toxicité de ces produits posent de nombreux problèmes aux exploitants, même si les huiles minérales isolantes restent encore actuellement la meilleure solution technico-économique [2].

Face à cette situation, il nous a paru intéressant de rechercher, une alternative plus écologique aux liquides diélectriques existants, et rapidement les huiles végétales sont apparues comme potentiellement intéressantes. En effet, certaines de leurs caractéristiques physico-chimiques, électriques et thermiques s'avèrent proches de celles attendues des huiles minérales, voire meilleures. De plus, contrairement produits pétroliers, ces huiles sont non-toxiques, biodégradables et peuvent être produites localement à partir de ressources renouvelables [3]

Notre travail porte sur l'étude des principales caractéristiques requises pour une huile diélectrique de transformateur ainsi, pour les huiles diélectrique régénérée par des adsorbants chimiques. A savoir celles liées aux propriétés diélectrique, au transfert de chaleur et à la stabilité au vieillissement à fin d'obtenir une nouvelle huile constitue au moins les mêmes propriétés qu'une huile neuve.

Notre mémoire est réparti en quatre chapitres :

La partie théorique et compose de deux chapitres le premier présente une généralité sur l'isolation et le deuxième chapitre résume le phénomène d'adsorption

La partie pratique est ce compose de deux chapitres matériels et méthodes et résultats et discussion. Et en fin une conclusion générale

## **Chapitre 1 : généralités sur les huiles isolantes pour transformateur de puissance**

---

Ce chapitre présente de manière générale l'isolation liquide utilisée dans les transformateurs de puissance et le mécanisme d'oxydation de l'huile isolante.

### **1. Les transformateurs de puissances :**

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

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

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

— Le noyau magnétique constitué de tôles d'acier au silicium à grains orientés. L'empilage et l'assemblage des tôles doivent être réalisés de manière à ce que le transformateur ait les meilleures performances possible du point de vue électrodynamique, électrique et acoustique ;

— Les enroulements (feuillard ou rond, ou méplat de cuivre ou d'aluminium) sont montés sur le noyau. Les formes de bobinages, les sections et les nombres de spires sont conditionnés par les contraintes à maîtriser en termes électriques, thermiques et mécaniques. Chaque bobine est munie de canaux de refroidissement permettant d'assurer la circulation d'huile et les échanges thermiques ;

— Le conservateur d'huile (réservoir métallique (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 découvrir (mettre à nu) les parties actives. Dans certains cas, une poche souple est présente dans le conservateur ; elle permet d'éviter à l'huile d'entrer en contact avec l'air ambiant. Certains transformateurs sont munis d'assécher permettant de limiter la teneur en eau de l'air pénétrant dans le conservateur

— Les changeurs de prise en charge ou hors charge ;

## Chapitre 1 : généralités sur les huiles isolantes pour transformateur de puissance

- Le fluide diélectrique (huiles minérales, synthétiques ou végétales) ;
- Les isolants solides (papiers à base de celluloses, rubans, vernis, résines époxydes, cartons, bois...)[4].

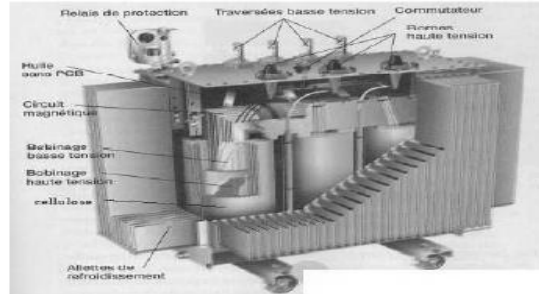


Figure 1 : Organes de transformateur de puissance[4].

### 2. Matériaux diélectriques :

Les isolants ou diélectriques sont des matériaux ayant une résistivité très élevée :  $10^8$  à  $10^{16} \Omega.m$ , car ils contiennent très peu d'électrons libres. Un isolant est caractérisé par ses propriétés électriques, mécaniques, chimiques et thermiques. Un bon isolant ne devrait pas laisser passer de courant lorsqu'il est soumis à une tension continue. Autrement dit, sa résistance en CC doit être infiniment grande. Cependant, en pratique, un courant de fuite très faible circule dans tous les matériaux isolants utilisés en HT continue. Le courant passant à travers un isolant en HT continue est également constant et est appelé courant résiduel. En HT alternative, n'importe quel matériau isolant laisserait passer un courant capacitif. Les isolants sont utilisés pour :

- assurer une séparation électrique entre des conducteurs portés à des potentiels différents afin de diriger l'écoulement du courant dans les conducteurs désirés → protection des personnes et des équipements ;
- supporter les éléments d'un réseau électrique et les isoler les uns par rapport aux autres et par rapport à la terre ;
- remplir les fonctions de diélectrique d'un condensateur[5].

### **2.1. Huiles minérales isolantes**

Les huiles minérales, dont les molécules sont basées sur des composés de carbone et d'hydrogène, sont utilisées en haute tension dans les transformateurs (puissance, distribution, mesure), dans les condensateurs et dans les appareils de coupure (disjoncteurs, sectionneurs).

Leur première qualité est de pouvoir supporter des champs électriques élevés (rigidité diélectrique). Par ailleurs, elles sont généralement très fluides, de manière à assurer, en plus de l'isolation électrique, le refroidissement par convection naturelle ou forcée. C'est le cas en particulier dans les transformateurs de puissance où la chaleur doit être efficacement évacuée. Or les huiles s'épaississent lorsque la température baisse (leur viscosité augmente) et au-dessous d'une certaine température, appelée point d'écoulement, elle ne coule plus du tout.

Les huiles minérales couramment utilisées présentent l'avantage d'être utilisables jusque vers  $-40^{\circ}\text{C}$ . À l'inverse, à température élevée, le risque existe toujours de voir l'huile prendre feu ; les grandes quantités d'huile présentes dans un transformateur de puissance, par exemple, constituent donc évidemment un risque d'incendie. Enfin, compte tenu de la longue durée de vie des équipements utilisés dans les réseaux d'énergie électrique, on attend de ces huiles qu'elles conservent des spécifications électriques acceptables durant plusieurs décennies. Ainsi, les principaux paramètres servant à caractériser les performances d'une huile utilisée comme isolant sont :

- Sa rigidité diélectrique (de 20 à 30 kV/mm) ;
- Sa viscosité cinématique (de 3 à 16 mm<sup>2</sup>/s à 40 °C ; jusqu'à 1800 mm<sup>2</sup>/s à  $-30^{\circ}\text{C}$ ) ;
- Son point d'écoulement (de  $-30$  à  $-60^{\circ}\text{C}$ ) ;
- Son point d'éclair ou : point d'inflammabilité (de 95 à 140 °C) ;
- Sa stabilité physico-chimique[5].

### **2.2. Source de l'huile minérale**

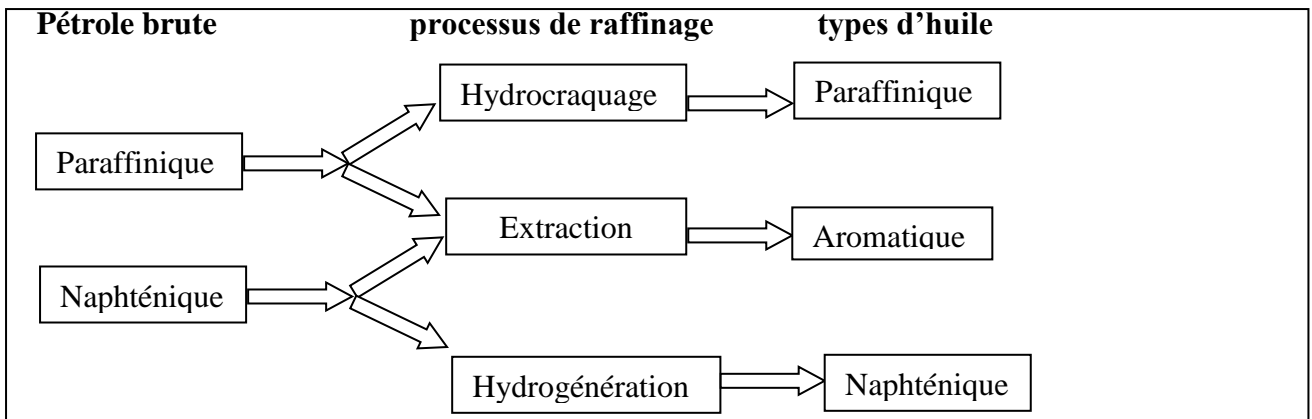
L'huile minérale est un composé obtenu à partir du raffinage du pétrole brut. Elle est composée essentiellement d'hydrocarbures, et en quantité très faible de composés soufrés, et traces de composés organométalliques (Fe, Cu, Al, Na, etc.) qui peuvent affecter considérablement ses propriétés électriques. Les hydrocarbures sont en général divisés en trois grandes classes : paraffines, naphthènes, aromatiques [6,7].

## Chapitre 1 : généralités sur les huiles isolantes pour transformateur de puissance

Les paraffines et les naphthènes sont des hydrocarbures saturés, chimiquement stables mais facilement oxydables à chaud, et ne diffèrent pas les uns des autres que par leurs structures moléculaires et leurs caractéristiques physico-chimiques.

Les aromatiques sont insaturés et par conséquent moins stables (pouvant se montrer chimiquement plus réactifs).

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 2 : Raffinage des huiles brutes. [6]**

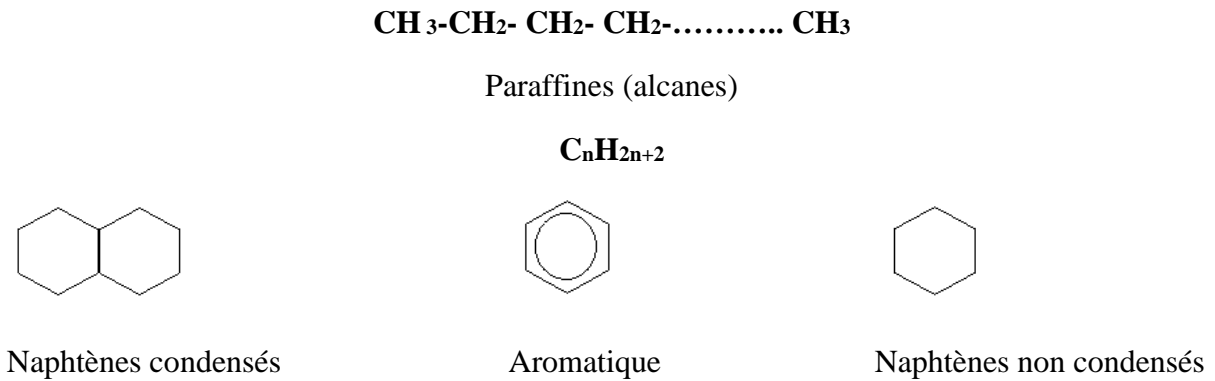
Une fois les impuretés enlevées, ces huiles deviennent des mélanges très complexes ; elles peuvent comporter plus de 3000 hydrocarbures différents. [6]

Ces molécules ne comportent que du carbone et de l'hydrogène. Elles sont divisées en trois groupes comme le montre la figure : les alcanes (ou paraffines), les cyclanes (ou naphthènes) et les composés aromatiques.

D'autres constituants peuvent être présents dans l'huile, à savoir de petites quantités de soufre (0.1 à 7 % en masse), d'azote (0.001 à 2 %) et des traces d'oxygène (400 à 600 ppm en masse). La structure générale de l'huile minérale neuve est  $C_{20}H_{41}$  avec une masse moléculaire moyenne située entre 250 et 300[6].



**Figure 3 : les composantes d'une huile minérale [6].**



La composition typique des types d'hydrocarbures est donnée dans ce tableau :

**Tableau 1 : Composition typique des bruts pétroliers (en %)[6].**

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

**2.3. Caractéristiques d'une huile neuve:**

**3. Tableau 2 : caractéristiques d'une huile neuve. [8]**

Propriétés électriques	Unité de mesure	Exigence de la norme Huile neuve	NORME	Valeur mesurée
Tension de claquage après repos	kV	> 70	CEI 156	38,8 – 72
tang δ à 90 c		≤ 500 E <sup>-03</sup>	CEI 247	0,87 E <sup>-0,3</sup>
<b>Propriétés physiques</b>				
Aspect		Limpide et exempte de matière solide	CEI 296	Limpide

## Chapitre 1 : généralités sur les huiles isolantes pour transformateur de puissance

Viscosité cinématique à 40 °c	mm <sup>2</sup> / s	< 11	ISO 3104	6,940
Point d'éclair	° C	> 130	ISO 2719	137
Densité		< 8,95 E <sup>-01</sup>	ISO 12185	8.57 E <sup>-01</sup>
<b>Propriétés chimiques</b>				
Indice d'acidité	mg KOH / g	< 3,00 E-2	CEI 296	(2,00-5,8) E <sup>-0,2</sup>
Teneur en eau	ppm	< 30	CEI 814	
Indice de couleur	ppm	< 02	ASTM D 1500	< 0,5
Indice de réfraction				1,474

### 3.1. Les analyses physico – chimique des huiles minérales isolantes:

#### 3.1.1. La teneur en eau :

Cette analyse permet de quantifier la concentration de l'eau dans le fluide due à la dégradation des composants internes (papiers, fluide lui-même) et aux influences extérieures (migration d'humidité atmosphérique).

#### 3.1.2. L'indice d'acidité :

C'est le marqueur de la dégradation chimique du fluide et éventuellement de la matière cellulosique par vieillissement de type oxydation (accélééré par les catalyseurs spécifiques tels que le cuivre).

#### 3.1.3. La tangente Delta :

Il s'agit d'une mesure très sensible aux contaminants polaires qui souillent le fluide par suite de la dégradation des composants internes (ex : particules, résidus de carbone conducteur, métaux, incompatibilité de certains matériaux), ou d'influences extérieures (migration de poussières etc..).

#### 3.1.4. La coloration et l'aspect :

La coloration peut traduire le phénomène d'oxydation du fluide (corrélable avec l'indice d'acidité) ou l'incompatibilité avec des matériaux.

### 3.1.5. La viscosité :

La viscosité peut être évaluée (soit viscosité cinématique, soit viscosité dynamique) pour caractériser l'évolution de cette propriété du fluide (par rapport au fluide neuf), celle-ci devant rester compatible avec le bon échange thermique de l'appareil [9].

### 3.1.6. Rigidité et facteur de pertes diélectriques :

Les tests de rigidité diélectrique permettent d'évaluer l'aptitude de l'huile à résister au stress diélectrique à la fréquence industrielle de 50 ou 60 Hz. Ils consistent à relever les tensions disruptives du milieu entre diverses configurations d'électrodes dont les conditions expérimentales sont fixées par les normes internationales. La mesure du facteur de pertes  $\tan \delta$  est régie par les mêmes normes. Celui-ci représente la mesure du déphasage entre la tension appliquée aux bornes du diélectrique et le courant le traversant. En présence de boue et autres matériaux contaminants, sa valeur a tendance à augmenter [10].

## 3.2. Le vieillissement de l'huile minérale isolante :

Le vieillissement d'une huile est caractérisé par :

- une augmentation de l'acidité, mesurée en milligrammes d'hydroxyde de potassium à ajouter par gramme d'huile pour rétablir un pH neutre, selon la norme CEI 62021-1 ;
- une modification de sa couleur en comparaison avec des couleurs étalon selon ISO 2049. La couleur d'une huile est caractéristique de sa dégradation, tout comme son acidité et la formation de boue qui dépend de cette dernière.
- $\tan \delta$ , une mesure des pertes diélectriques d'un isolant.  $\delta$  est l'angle complémentaire caractérisant le déphasage entre la tension appliquée et le courant par rapport à un isolant parfait. La tension de claquage n'est, quant à elle, pratiquement pas influencée par le vieillissement. 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
  - la teneur en oxygène;
  - Acides provenant de la détérioration de l'huile [8].

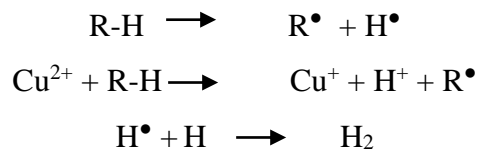
L'oxydation est la principale raison du vieillissement de l'huile. Le vieillissement est également influencé par la température, ainsi que par les métaux tels que le cuivre et le fer.

L'eau, les acides et la boue sont les produits d'oxydation les plus problématiques. 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 [4].

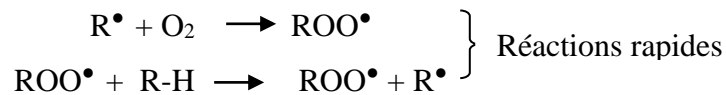
### 3.2.1. Mécanisme de l'oxydation

L'oxygène présent dans l'huile provient non seulement de l'extérieur de la cuve, mais aussi de la dégradation thermique de la cellulose. Il réagit avec des hydrocarbures pour former des oxydes qui constituent un des facteurs de vieillissement de l'huile. En présence d'oxygène, il se produit une oxydation qui comporte un certain nombre d'étapes (initiation, propagation, ramification et terminaison) Cette oxydation procède selon un mécanisme de réactions en chaîne initiées par les radicaux libres. Les différentes réactions associées à ces étapes sont [11-12] :

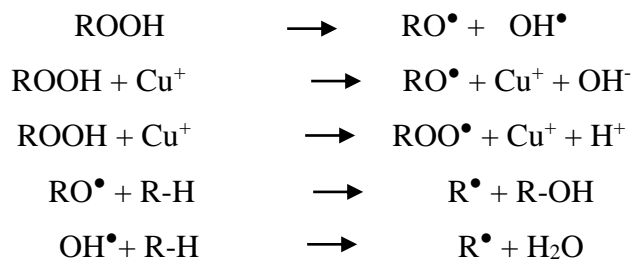
#### 1. Initiation :



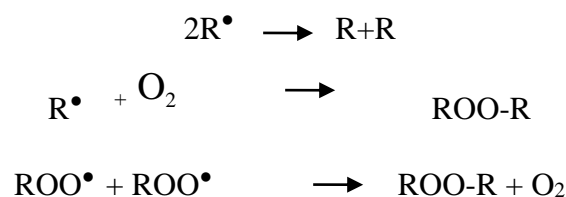
#### 2. Propagation :



#### 3. Ramification :



#### 4. Termination:



Où  $R-H$  est un hydrocarbure,  $ROOH$  des hydroperoxydes,  $ROO\cdot$  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,  $H_2O$ ,  $CO$ ,  $CO_2$  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.[11-12]

#### **4. Régénération des huiles diélectriques :**

##### **3.1 Définition de l'huile usagée :**

Les huiles usagées sont toutes les huiles à base de pétrole ou des huiles synthétiques qui ont déjà servi. Pendant son utilisation, l'huile peut devenir contaminée par de l'eau, des produits chimiques, des particules métalliques et des souillures, ce qui mène à une dégradation de ses propriétés et à la nécessité de la remplacer par un huile neuve. Les huiles neuves sont des mélanges d'une huile de base (minérale ou synthétique) et des additifs (15–25%). La nature de l'huile de base et des additifs détermine la possibilité de régénération et la possibilité de former des PCDD/PCDF dans les raffineries d'huiles usées [8].

##### **3.2. Deux grandes catégories d'huiles usagées :**

Les huiles noires : huiles de moteurs et certaines huiles industrielles (huiles de trempe, de laminage, de tréfilage et autres huiles entières d'usinage des métaux). Ces huiles sont fortement dégradées et contaminées [8].

Les huiles claires qui proviennent des transformateurs, des circuits hydrauliques et des turbines. Elles sont peu contaminées et chargées en général d'eau et de particules [8].

### 3.3. La régénération :

La France s'est dotée dès 1979, d'une réglementation spécifique pour la collecte et l'élimination des huiles usagées. Aujourd'hui, les activités « de gestion » des huiles usagées sont soumises aux règles définies dans le code de l'environnement : Section 3 : Huiles usagées - **Article R. 543-3** Sont considérées comme détenteurs les personnes physiques et morales qui accumulent, dans leur propre établissement, des huiles usagées en raison de leurs activités professionnelles. Concrètement, les détenteurs doivent recueillir les huiles usagées provenant de leurs installations et les « entreposer » dans des conditions de séparation satisfaisantes, évitant notamment les mélanges avec de l'eau ou tout autre déchet non huileux (**Article R. 543-4**).

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

Notez que 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.

### 3.4. Pourquoi régénérer l'huile des transformateurs?

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.

### 3.5. Traitement de régénération de l'huile usagée :

En France, les deux méthodes de traitement habituelles des huiles usagées sont la régénération et la valorisation énergétique (respectivement 39,5 % et 60,5% en 2009) [9]. L'objectif de toute opération de recyclage est de livrer à l'utilisation des huiles de bases aussi performantes que celles sortant des raffineries. Cependant l'extraction des produits indésirables (eau, essence, additifs, particules métalliques) pose des problèmes et demande pour un résultat satisfaisant tout un processus de régénération dont les étapes finales sont similaires à celles d'un raffinage conventionnel. Les différents traitements existants ont été décrits en détails par audibert. [11]

## Chapitre 1 : généralités sur les huiles isolantes pour transformateur de puissance

Généralement, l'huile usagée subit d'abord des prétraitements : filtration, décantation, déshydratation, déessencement. Puis une distillation sous vide permet la séparation des coupes d'huiles, complétée actuellement par un traitement de désasphaltage du résidu sous vide pour récupérer une fraction d'huile plus visqueuse. Un traitement d'apparence des coupes d'huiles, est assuré soit par un procédé de filtration sur terre activée (argile) soit par un procédé d'hydrogénation catalytique peu sévère. L'huile obtenue, qui peut être qualifiée d'huile régénérée est, dans certains cas- soumise à un traitement supplémentaire raffinage sévère équivalent à celui des huiles en raffinerie par hydrogénation catalytique poussée ou extraction solvant [11].

L'huile obtenue peut alors être qualifiée de (ré-raffinée) ces raffinages sévères produisent alors des huiles de base de première qualité aussi bien-sûre le plan technique que toxicologique l'hydrogénation catalytique permet de réduire ou d'éliminer les résidus, de métaux ou metalloïdes, acides organique, composés chlorés, soufrés, et azotés. Lorsqu'elle est réalisée à hautes pressions et températures [6].

De même, l'extraction des distillats avec le n-méthylpyrrolidine (NMP), solvant très sélectif pour les composés aromatiques élimine une grande partie des HAP (abaissement d'un facteur supérieur à 5000 pour le BAP [Io]).

Malgré le handicap inhérent aux huiles usagées à fortes concentrations en BAP majoritairement des huiles de vidange de moteurs thermiques très enrichies en BAP, avec des teneurs de l'ordre de plusieurs mg/kg), un traitement comprenant une étape finale de raffinage sévère doit donc permettre une réduction suffisante de la teneur en HAP.

**Figure 4 : la station de la régénération [6].**



### Conclusion :

Dans ce chapitre, on a constaté que les huiles minérales sont les liquides isolants les plus utilisés dans l'équipement électrique pour ses bonnes propriétés diélectriques et de transfert de chaleur, sa bonne compatibilité avec les isolants cellulose et son faible coût. Lors du fonctionnement d'un transformateur, l'huile subit des arcs électriques, qui combinés à l'élévation de température, produisent des réactions chimiques générant une agression sur les constituants internes du transformateur. Cette dégradation interne produit de l'eau par la décomposition des celluloses (papier, bois et carton) cette eau ainsi produite dégrade le pouvoir diélectrique de l'huile pouvant entraîner des courts circuits importants voire irréversibles pour le transformateur. Donc le traitement de l'huile diélectrique « le procédé de la régénération » est une opération majeure dans l'entretien d'un transformateur. La régénération de l'huile avec de la terre à foulon réactivée est la seule méthode rentable pour restaurer durablement les propriétés de l'huile des transformateurs à des valeurs proches de celles d'une huile neuve. Ce procédé présente également un avantage pour l'environnement puisqu'au lieu de remplacer une ressource non renouvelable, l'huile est traitée.



## **LISTE DES TABLEAUX :**

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

*Tableau 2 : Caractéristiques d'une huile neuve.*

*Tableau 3 : Composition chimique de la bentonite de Maghnia.*

*Tableau 4 : Propriétés de différents gels de silice.*

*Tableau 5 : propriétés de l'huile usagée de l'unité SKMK.*

*Tableau 6 : comparaison des paramètres obtenus après la régénération avec les adsorbants.*

## **LISTE DES FIGURES**

*Figure 1 : Organes de transformateur de puissance.*

*Figure 2 : Raffinage des huiles brutes.*

*Figure 3 : les composantes d'une huile minérale.*

*Figure 4 : la station de la régénération.*

*Figure 5 : Représentation schématique d'un feuillet de phyllosilicates 2:1.*

*Figure 6 : Structure d'une plaquette de kaolinite.*

*Figure 7 : La structure multi-échelle de la montmorillonite.*

*Figure 8 : Formation du gel silice.*

*Figure 9 : Structure d'un gel de silice.*

*Figure 10 : Images MEBE du gel de silice 60.*

*Figure 11 : gel de silice en poudre blanc*

*Figure 12 : dispositif d'activation de la bentonite*

*Figure 13 : régénération et filtration de l'huile usagée*

*Figure 14 : amélioration de la couleur.*

*Figure 15 : huile régénéré catalysé*

*Figure 16 : huile neuve catalysé*

*Figure 17: Changement de couleur sous contraintes électriques.*

*Figure 18 : Variation de facteur de dissipation ( $Tg \delta$ ) sous contraintes électrique.*

*Figure 19 : Variation de l'indice d'acidité en fonction de nombre de claquage.*

*Figure 20 : changement de l'indice d'acidité en fonction de nombre de claquage.*

*Figure 21 : Variation d'indice de couleur sous contraintes thermiques.*

*Figure 22 : variation du  $Tg \delta$  des huiles régénérée en fonction du jour.*

*Figure 23 : Variation d'indice d'acidité sous contraintes thermiques.*

*Figure 24 : Variation de la teneur en eau sous contraintes thermiques.*

## Chapitre III : matériels et méthodes

---

### III.1. Introduction :

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

- ❖ Durée de vie.
- ❖ Fiabilité.

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

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

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

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

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

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

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

## Chapitre III : matériels et méthodes

---

les précautions voulues, afin que les échantillons soient réellement représentatifs de l'huile contenu dans le transformateur.

Dans ce chapitre, nous décrivons le procédé d'échantillonnage et nous présentons les dispositifs d'analyse physico-chimique. Nous tenons d'analyser et d'interpréter les résultats des analyses préliminaires effectuées sur deux transformateurs en se référant aux normes internationales.

### III.2. Produits et réactifs utilisés

#### III.2.1 Les Huiles

- Des huiles minérales usagées récupérées par la division unité opérationnelle traitement des huiles des transformateurs objets de réparation aux niveaux des ateliers de maintenance SKMK Filiale de groupe Sonelgaz.

**Tableau 5 : propriétés de l'huile usagée de l'unité SKMK**

Propriétés	Valeurs
Ic	6,8
Teau (ppm)	0,263
IA (mg KOH/g d'huile)	0,203
Tg $\delta$ à 90°C	7,38452
(ROH+) G $\Omega$ m	1,0656



#### 1) Bentonite de Maghnia :

Fournée par la société des Bentonites d'Algérie groupe ENOF en poudre blanc non activée

### 2) Gel de silice :

Fournée par SIGMA –ALDAICH en poudre blanc

**Figure 11 : gel de silice en poudre blanc**



### 3) Acide sulfurique :

Concentration : 98%

Fournée par SIGMA –ALDAICH

### III.3. Appareil laboratoire SKMK

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

#### III.3.1. Les analyses physico – chimique des huiles minérales isolantes

##### 3.1.1. Indice de couleur :

- L'indice de couleur est mesuré selon la norme ASTM D1500 [23].
- Nous avons utilisé un spectrophotomètre, de type Lovibond PFX.
- On remplit la cellule en quartz avec l'échantillon de l'huile à analyser et on la met dans l'appareil et on lit la valeur directement sur l'écran.

##### 3.1.2. Teneur en eau :

- L'appareil utilisé pour cette mesure est un titrimètre de type 756 KARL FISHER

Les instruments utilisés pour effectuer le titrage de l'eau sont proposés en deux versions, l'une dite normale et l'autre dite coulométrique. Si les quantités d'eau sont

## Chapitre III : matériels et méthodes

---

plus élevées, on fait appel à la méthode dite normale, dans le cas contraire, on utilise la méthode coulométrique qui exige des quantités d'eau plus faibles (jusqu'à 10  $\mu\text{g}$  d'eau). Dans la méthode coulométrique la plus adaptée à nos expériences, le diode nécessaire au dosage est générée à partir d'un précurseur (iodure) au fur et à mesure, par voie électrochimique à l'aide d'impulsions électriques appliquées aux électrodes : le réactif de KF modifié en conséquence contient un iodure qui est oxydé en diode au contact de l'anode. Cette cellule à électrolyse est munie d'un diaphragme entre les compartiments anodique et cathodique. À l'anode, l'ion iodure s'oxyde en diode selon la réaction [24].

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

### 3.1.3. Tension de claquage :

Pour mesurer la tension de claquage, un SPINTERMÈTRE de type Migger OTSA 100, a été utilisé, il est équipé d'une cellule pouvant contenir 250 ml d'huile avec un système d'électrodes sphériques de diamètre 12.5 mm et distant de 2.5 mm selon la norme CEI 156 [25]. La tension maximale étant m100 kV (50 Hz).

Le SPINTERMÈTRE est programmé pour un nombre d'essai (claquage) égale à 50 sur le même échantillon, avec un temps de repos de 2 minutes entre chaque essai. Ce temps est largement suffisant pour permettre à l'huile de se stabiliser. Ces essais sont réalisés à la température ambiante.

### 3.1.4. Facteur de dissipation diélectrique ( $Tg \delta$ )

Le facteur de perte diélectrique ( $Tg \delta$ ) est mesuré selon la norme CEI 247 [26]. L'appareil utilisé est un pont automatique de type DIELTEST-DTL. Après la mesure de la capacité de la cellule à vide, celle-ci est remplie d'huile, puis chauffée jusqu'à  $90^{\circ}\text{C}$ , une tension de l'ordre de 2 kV est appliquée. Les données sont affichées et imprimées automatiquement.

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

### 3.1.5. L'acidité

L'acidité est déterminée par neutralisation chimique dite titrage acido-basique. Pour ce faire, il a été utilisé le système composé d'un bécher contenant l'huile à analyser et une burette 10 ml contenant une solution de KOH suivant la norme CEI 296 [27].

L'acidité est déterminée par neutralisation chimique dite titrage acido-basique. Pour ce faire, il a été utilisé le système composé d'un bécher contenant l'huile à analyser et une burette 10 ml contenant une solution de KOH suivant la norme CEI 296 [27].

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

$$IA = 0.1 M1 V / M$$

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

0,1: Normalité de la solution 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.

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

### 3.1.6. Spectrométrie Infrarouge

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

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

Les analyses de notre huile a été effectué au niveau du laboratoire de analyses de CNTC Boumerdesse

## **Chapitre III : matériels et méthodes**

---

### **III.4. Méthodes :**

Une série d'expérience de régénération par adsorption ont été réalisées. Deux adsorbants (bentonite activée, gel de silice) proposés et utilisé sous forme unique, binaires. Afin de restaurer les paramètres d'indice de neutralisation, indice de couleur et facteur de dissipation conformément aux exigences de la norme CEI 60296.

Des essais par tension de claquage seront exécutés sur l'échantillon d'huile régénérée, la tension est appliquée successivement à l'échantillon d'huile jusqu'à 1000 claquages. Un contrôle systématique de variation des propriétés chimique d'huile régénérée par rapport aux propriétés d'huile neuve.

Les cycles répétés d'injection de courant fort infligent un stress thermique et chimique à l'échantillon d'huile régénérée et neuve, qui entraînent des étapes de chauffe et de refroidissement d'huile.

L'argile que nous avons utilisée, est une bentonite brute de couleur blanche, prélevée du gisement : Hammam Bouhrara (Maghnia) qui est situé au Nord-ouest de l'Algérie, une activation par l'acide sulfurique ce dernier est réalisé.

#### **4.1. Activation de l'échantillon d'argile en laboratoire**

##### **4.1.1. Préparation de l'échantillon**

La bentonite est déshydratée jusqu'à poids constant à l'étuve sous une température de 105-110°C. Ensuite, elle est broyée dans un mortier et par tamisage, nous recueillons la fraction 450 mm-1 mm.

##### **4.1.2. Mode opératoire de l'activation acide**

Dans un réacteur de 500  $cm^3$  muni d'un réfrigérant, d'un agitateur et d'un thermomètre, nous introduisons la bentonite ainsi préparée et séchée à 105-110°C puis la solution d'acide sulfurique à 75 % (l'utilisation de cet acide minéral à cette concentration est le résultat expérimental obtenu lors de travaux précédents ANNEX 1).

Le mélange est alors chauffé jusqu'à environ 80°C, température que nous maintenons constant durant tout le processus d'activation au moyen d'un bain-marie. L'agitation a été maintenue pendant toute la durée du traitement pour éviter qu'une attaque locale trop vive ne détruise les minéraux argileux. Le temps de contact, initialement fixé à 90 min, est déterminé à partir de l'instant où la température de la suspension atteint 80°C environ. La

## Chapitre III : matériels et méthodes

---

bentonite activée est, par la suite, filtrée sur Büchner, puis lavée avec de l'eau distillée jusqu'à ce que la totalité des anions ( $\text{SO}_4^-$ ) introduits par ce traitement acide soit éliminée. Par vérification de pH de la solution de rinçage (pH=7).

L'activation acide de la bentonite mène vers :

- l'élimination de certaines impuretés telles le calcaire, la dolomie ;
  - le remplacement des cations en position échangeable ( $\text{Ca}^{++}$ ,  $\text{Mg}^{++}$ ,  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ...) par des cations  $\text{H}^+$  ;
  - l'élimination de l'eau et de certains cations métalliques ( $\text{Li}^+$ ,  $\text{Ti}^{++++}$ ...);
  - l'augmentation du volume poreux ;
- l'augmentation de la surface spécifique
- la possibilité d'élimination des ions hydroxyles ( $\text{OH}^-$ ) du réseau de montmorillonite ;
- le changement du caractère des liaisons internes ;
- le remplacement de l'aluminium par l'hydrogène et passage de  $\text{Al}^{+++}$ ,  $\text{Fe}^{++}$  en solution ;
- l'apparition de défauts dans la structure cristalline ;

Le schéma suivant représente le dispositif d'activation de la bentonite :

### 4.2. Régénération de l'huile usagée par adsorption

Ce traitement est conçu pour ajuster les paramètres chimiques d'huile oxydée, la méthode d'adsorption par procédé de contact en mélangeant en continu l'huile et l'adsorbant, chauffé à la température de  $80^\circ\text{C}$ , et avec différent rapport massique de d'adsorbant par rapport au poids d'huile et pour chaque cycle de régénération, avec un temps de contacte 20 min. Nous avons choisi différents adsorbants en forme unique, binaire, pour vérifier l'efficacité de chaque adsorbant.

Un échantillon de 60 g d'huile usagée a été mesuré dans un bécher de  $250\text{ cm}^3$  et chauffé par une plaque chauffante agité magnétiquement à la température de  $80^\circ\text{C}$ , et avec l'ajout d'un échantillon d'adsorbant, Le mélange est maintenu à la température fixé au départ pendant 30 minutes. Par-là suite le mélange d'huile -adsorbant fin traitement sera filtre par une pompe à vide.



## Chapitre III : matériels et méthodes

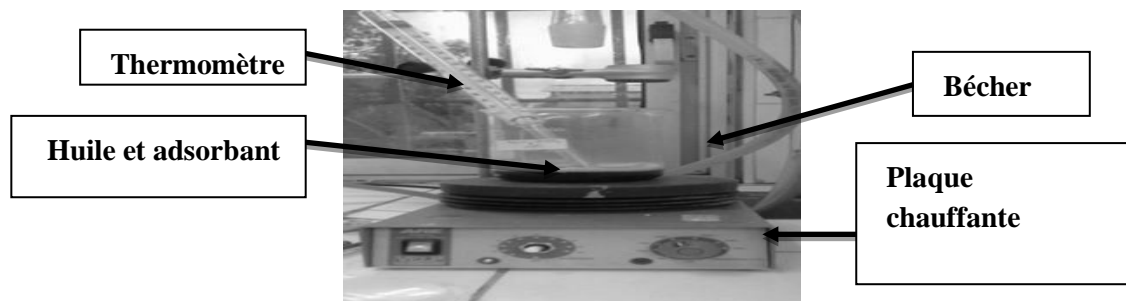
---

Les différents adsorbants utilisés sont :

- bentonite activée par  $H_2SO_4$ (75%).
- Gel de silice.
- Mélange bentonite activé + Gel de silice.

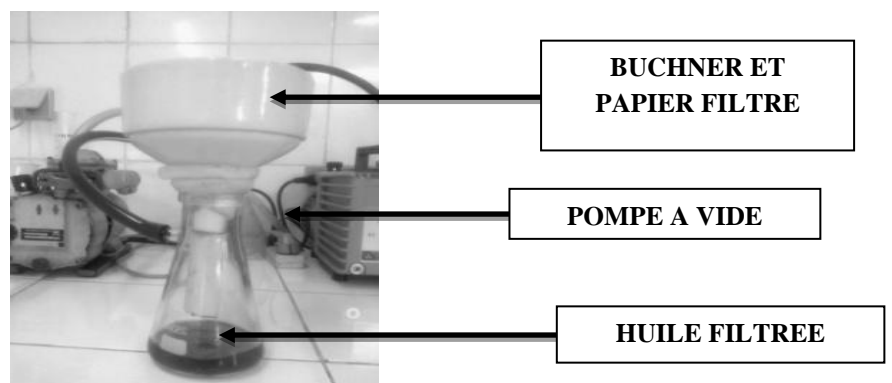
Le schéma suivant représente le dispositif expérimental pour la régénération des huiles dégradées :

**Figure 13 : Régénération d'huile usagée.**



Après la filtration, les différentes caractéristiques sont mesurées.

**Figure 14 : Dispositif de filtration**



### 4.3. Comportement d'huile minérale régénérée

Afin de vérifier la stabilité d'huile minérale régénérée, une étude comparative de comportement de liquide isolant régénérée dans des conditions sévère de service, sous l'effet des contraintes électriques et thermiques.

#### A. Stress thermique

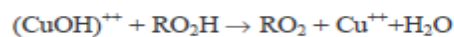
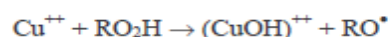
En outre, température élevée accélère le processus d'oxydation, augmente la mobilité des radicaux libres générés par le gazage d'huile, et favorise ainsi les réactions chimiques secondaires aléatoires qui précèdent la formation de produits de désintégration.

##### A.1. Mode opératoire

Dans un bécher de 500 cm<sup>3</sup> on introduit un échantillon d'huile régénérée et neuve au moyen d'une étuve à circulation d'air pendant 168 h à la température 115°C.

C'est ainsi que nous avons réalisé successivement et dans l'ordre le vieillissement des échantillons en présence de cuivre catalytique de l'huile régénérée par un seul et deux adsorbants et l'huile neuve pour faire la comparaison entre eux.

Cet essai permet d'accélérer le processus d'oxydation des huiles et d'obtenir un vieillissement plus sévère. La catalyse de l'oxydation de l'huile minérale par le cuivre, intervient dans les réactions d'oxydation selon le mécanisme suivant :



Le catalyseur que nous avons utilisé est le même que celui indiqué dans la norme CEI 61125.c'est à dire qu'il est sous forme d'un fil de cuivre électrolytique recuit le diamètre est de 1 mm. Pour l'essai il a été enroulé sous forme spirale. La norme indique aussi que la surface de cuivre pour 25g d'huile non inhibée doit être 9.7cm<sup>2</sup> nous avons recalculé notre surface de cuivre pour 400ml sachant que ce dernier a une forme cylindrique ( $\text{surface} = 2 * \pi * \text{rayon} * \text{longueur}$ ).

**Figure 15 : huile régénéré catalysé**



**figure 16 : huile neuve catalysé**



L'échantillon **A** : huile régénéré avec GS.

L'échantillon **B** : huile régénéré avec GS/BH.

On a fixé le temps de prélèvement des échantillons a 10H : 30 Chaque jours pendant une période d'une semaine et on réalise l'analyse des différents paramètres.

### **B. Stress électrique**

Considérant les molécules d'huile régénérée sont stable, et pour atteindre leur excitation niveau ( $M^*$ ). Généralement l'énergie libérer sera absorbée comme lumière fluorescence ( $h\nu$ ), et la décomposition de la molécule générer une paire de radicaux libre ( $R\cdot$  et  $R'\cdot$ ).

#### **B.1. Mode opératoire**

A l'aide d'un appareil Spintermètre, nous avons appliqué 1000 claquages sur l'échantillon d'huile régénéré ainsi que l'huile neuve en référence à la norme selon la norme CEI 156.

### **C. Analyse infrarouge :**

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

## **Chapitre III : matériels et méthodes**

---

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 réfléchié ou transmise, les longueurs d'onde qui correspondent au domaine d'énergie de vibration des molécules

Nous utilisons cette technique dans notre travail dans le but d'évaluer les changements dans la structure chimique causés particulièrement par les contraintes électriques et thermiques. On va voir si l'huile garde ses composants primaires ou il aura des déformations au sien de cette dernière.

À cet effet nous avons analysées de l'échantillon huile usagée et huile neuve et régénérée par le gel de silice et par la bentonite avec gel de silice après le vieillissement.

### **III.5. Conclusion**

Dans ce chapitre, nous avons présenté les différents appareils d'analyse, les différentes méthodes et dispositifs expérimentaux utilisés dans nos investigations expérimentales. Les techniques de diagnostic utilisées tout au long de nos expériences sont toutes conformes aux normes CEI et ASTM.

## Références

[1] **IEC 60296**, Specification for unused mineral insulating oils for transformers and switchgears, 3<sup>ème</sup> Ed.

[2] **IEC 60465**, Specifications for unused synthetic organic esters for electrical purposes, 1<sup>er</sup> Ed; 1992.

[3] **M. Hemmer, R. Badent and A.J. Schwab**, Electrical properties of rape-seed oil, Annual Report Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, pp. 83-86, 2002.

[4] **Janvier-Sylvestre N'Cho** Développement de nouvelles méthodes de diagnostic et de régénération des huiles pour transformateurs de puissance thèse de doctorat 2011.

### [5] Compléments facultatifs :

- un document de l'Office fédéral de la santé public.
- un document du Programme des Nations Unies sur l'environnement.

[6] **I. Fofana and J. Sabau**, "Application of Petroleum-based oil in Power Transformer", In Natural Gas Research Progress, Editors: Nathan David and Theo Michel, © 2008 Nova Science Publishers, Inc., ISBN: 978-1-60456-700-7.

[7] **J. Sabau**, "Determination of Solid Suspensions in Electrical Insulating Oils by Turbidimetry", SAIT/CEA Technology Symposium Calgary (Alberta), 11-12 June 1998.

[8] **Pierre Boss**, Bulletin 12 / 2012 : 1233 Bernex, [pierrehenriboss@bluewin.ch](mailto:pierrehenriboss@bluewin.ch)

### [9] LABORATOIRE OKSMAN SERAPHIN

1. Guide appel d'offres- indice9.doc 19/24
2. Guide appel d'offres- indice9.doc 20/24

[10] **Pr A. Boubakour** –EN polytechnique ARELEC –23 Novembre 2011.

[11] **V. Prabhaskar, D. J. Badkas**, "Mechanism of Oxidation of Transformers Oils", J.Inst. of Petr. (GB), 47, N°450, p.210, June 1961.

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

[13] **Hicham EL BAKOURI** Développement de nouvelles techniques de détermination des pesticides et contribution à la réduction de leur impact sur les eaux par utilisation des Substances Organiques Naturelles (S.O.N.).Thèse de doctorat 2006

[14] **Mustafa DJEBBAR** Argile de Maghnia : Purification et adsorption de polluants. Thèse de doctorat 2014.

[15] **Adel BENCHABANE** Etude du comportement rhéologique de mélanges argiles - polymères. Effets de l'ajout de polymères. Thèse de doctorat 2006.

[16] **Abdellahi ELY** Synthèse et propriétés de biosorbants à base d'argiles encapsulées dans des alginates : application au traitement des eaux thèse de doctorat 2006.

[17] **Deng Y., White G. N. et Dixon J. B. (2002).** " Effect of structural stress on the intercalation rate of kaolinite", Journal of Colloid and Interface Science, Vol. 250.

[18] **NICOLAS Tixier**, approche des propriétés rhéologiques de suspensions biologiques floculées. Thèse de Doctorat.

[19] **Omar BOURAS** Propriétés adsorbantes d'argiles pontées organophiles : synthèse et caractérisation thèse de doctorat 2003.

[20] **Sandra COUSINIÉ**, Nanoluminophores inorganiques greffage de complexes de ruthénium (ii) et d'euprium (iii) sur nanoparticules de silice thèse de doctorat 2007.

[21] **Yamina Ouabbas**, Procédés mécaniques d'élaboration à sec de particules composites à propriétés d'usage contrôlé. Caractérisation et stabilité d'un gel de silice. Thèse de doctorat 2008.

[22] **S. Comte** .Couplage de la chromatographie gazeuse inverse à un générateur d'humidité-étude de l'hydrophilie de surface de solides divisés et des limites de la technique, thèse en Génie des Procédés, Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, 2004.

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

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

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

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

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

**1. Comparaison de l'efficacité des adsorbants :**

Tous les adsorbants sous forme unique, binaire, ont été formulés et évalué à un total adsorbant de concentration de 10%, une vérification des paramètres : Indice de couleur, Facture de dissipation, Indice de neutralisation sont mesurées.

**Tableau 6 : comparaison des paramètres obtenus après la régénération avec les adsorbants.**

	Tg	IC	IA
A1	0.0016	2,6	0.046
A2	0,0011	1,4	0,041
A3	0,00973	1,6	0,055
A4	0,00275	0,5	0,03

A1: BH

A2: GS

A3: GS/BH

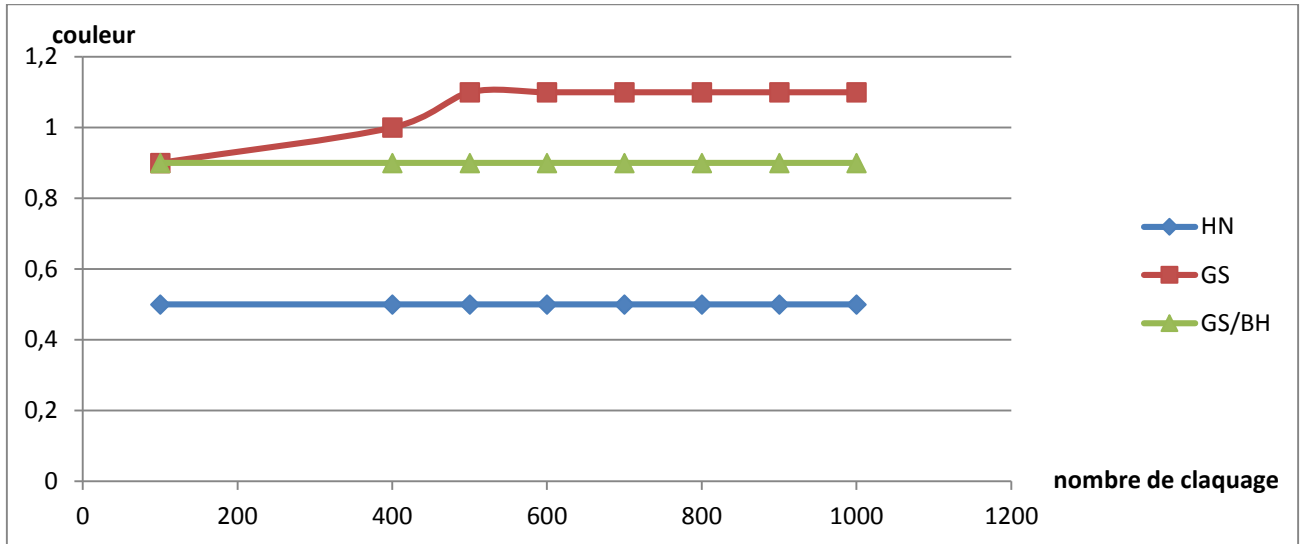
A4: HN

**2. Effet des contraintes électriques sur l'huile régénérée**

Afin de vérifier la stabilité d'huile régénérée par les différents adsorbants (gel de silice, bentonite activée, mélange bentonite activée et gel de silice, ces dernier est soumis aux contraintes électriques.

2.1. L'indice de couleur :

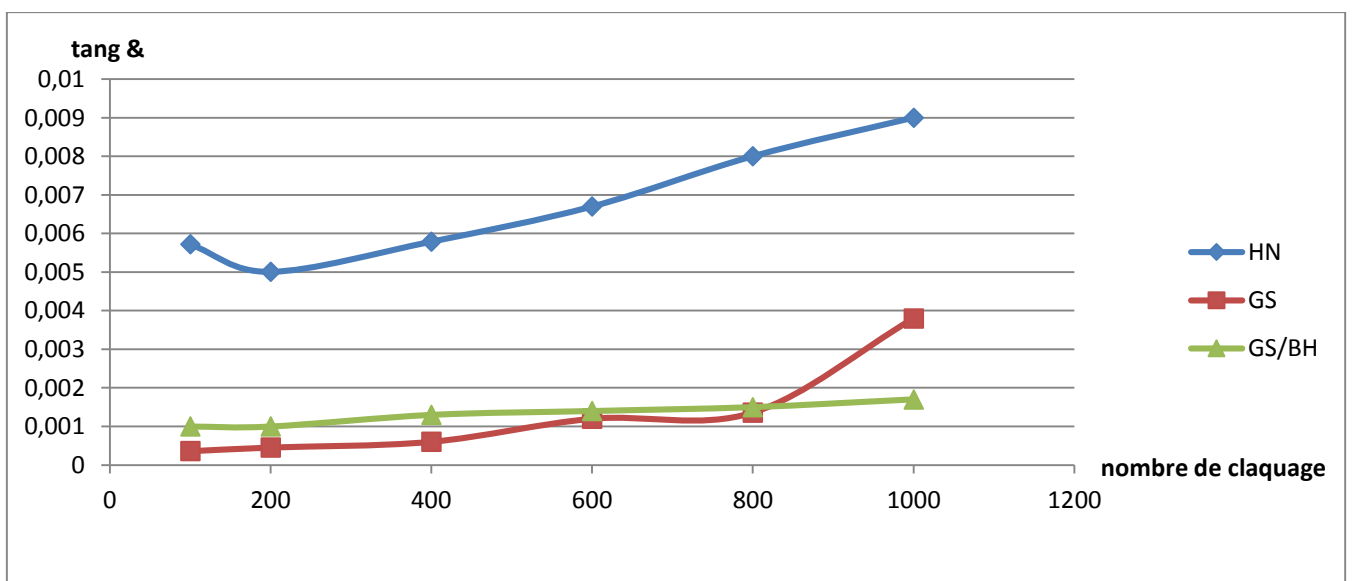
Figure 17 : Changement de couleur sous contraintes électriques.



- Changement très faible dans la couleur d'huile régénérée avec un seul et deux adsorbants par rapport à l'huile neuve, aucuns changements profonds au sein de l'huile elle-même.

2.2. Facteur de dissipation diélectrique :

Figure 18 : changement de facteur de dissipation ( $Tg \delta$ ) sous contraintes électrique.

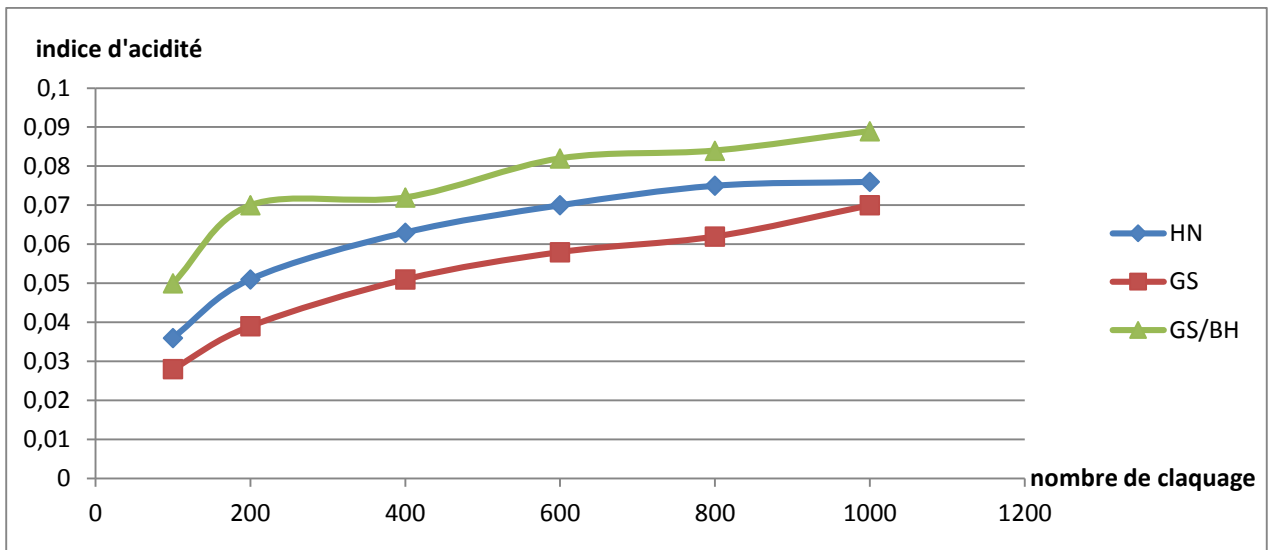




- Le graphe montre que la réponse diélectrique dans le domaine fréquentiel du facteur de dissipation diélectrique est moyenne, une dégradation plus importante est enregistrée par l'adsorbant unique par rapport à l'huile neuve et l'adsorbant binaire.

### 2.3. Indice d'acidité

Figure 19 : changement de l'indice d'acidité en fonction de nombre de claquage



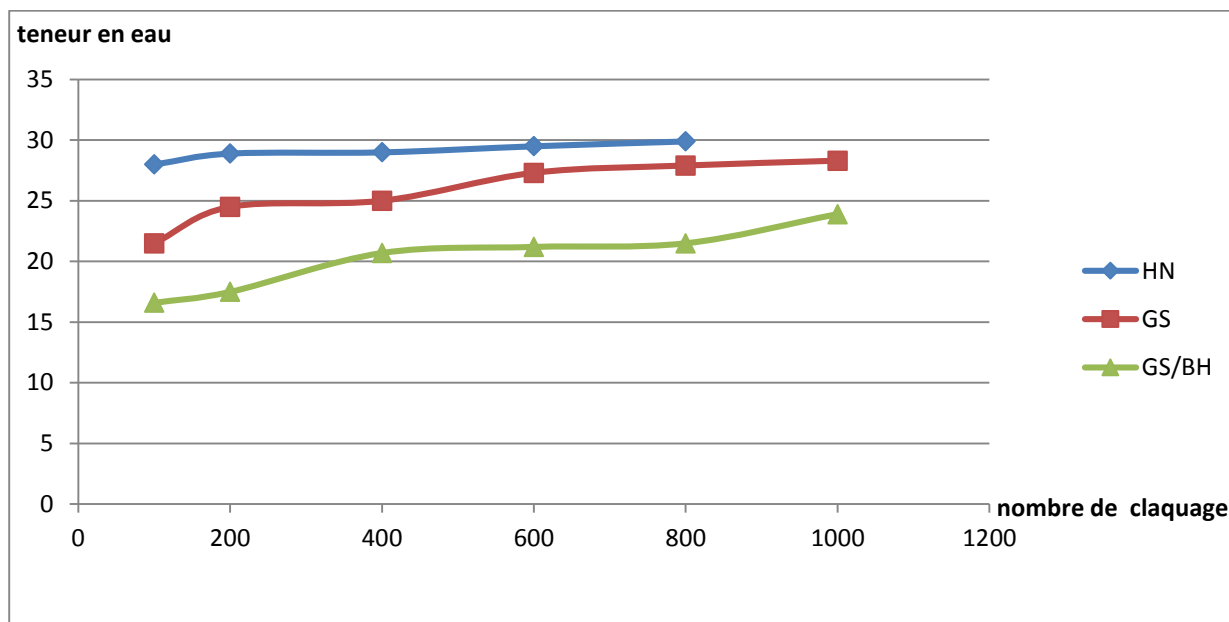
- Comme on peut le voir sur le graphe qui montre la dégradation de cette propriété qui est corrélée à la décontamination et oxydation d'huile (formation d'acide carboxyliques, ....).

Une variation importante est enregistrée pour l'échantillon d'huile régénérée par l'adsorbant binaire.

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

2.4. la teneur en eau :

Figure 20 : changement de la teneur en eau en fonction de nombre de claquage



Le graphe montre qu'une légère dégradation est enregistrée, par ailleurs la variation est importante est enregistrée dans l'échantillon d'huile régénérée par l'adsorbant binaire.

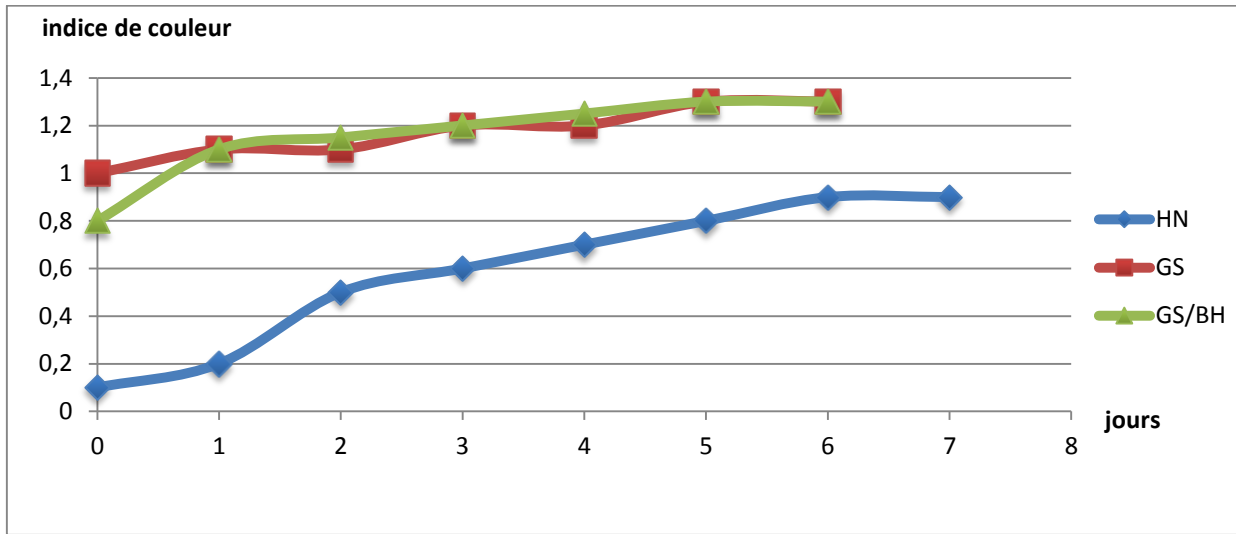
3. Effet des contraintes thermiques sur l'huile régénérée

En outre, la température élevée accélère le processus d'oxydation, augmente la mobilité des radicaux libres générés par le gazage d'huile, et favorise ainsi les réactions chimiques secondaires aléatoires qui précèdent la formation de Produits de désintégration.

Les courbes suivantes présentent les résultats d'analyse des différents paramètres d'huile régénérée par différents adsorbants :

3.1. Indice de couleur :

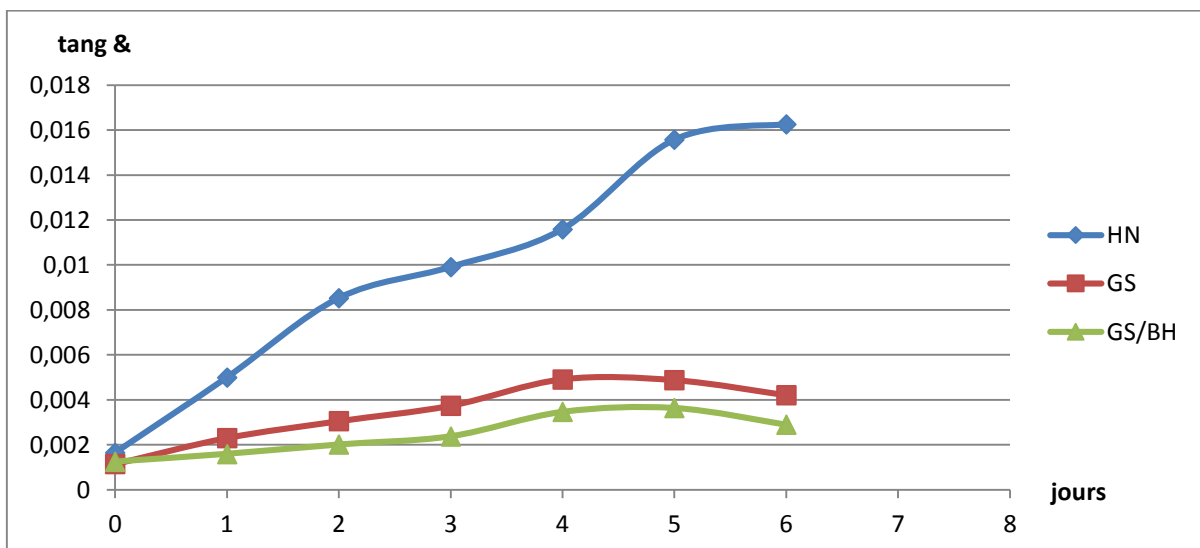
Figure 21 : changement d'indice de couleur sous contraintes thermiques



- Changement très faible dans la couleur de l'huile régénérée été enregistré qui peut nous indiquer qu'il y a aucuns changements plus profonds au sein de l'huile elle-même.
- Elle permet d'apprécier la qualité des huiles régénérée et constitue un moyen efficace pour surveiller l'acidité des huiles en service, elle enseigne également sur la stabilité de l'huile puisque celle-ci ne change pas sa couleur.

3.2. Facteur de dissipation diélectrique :

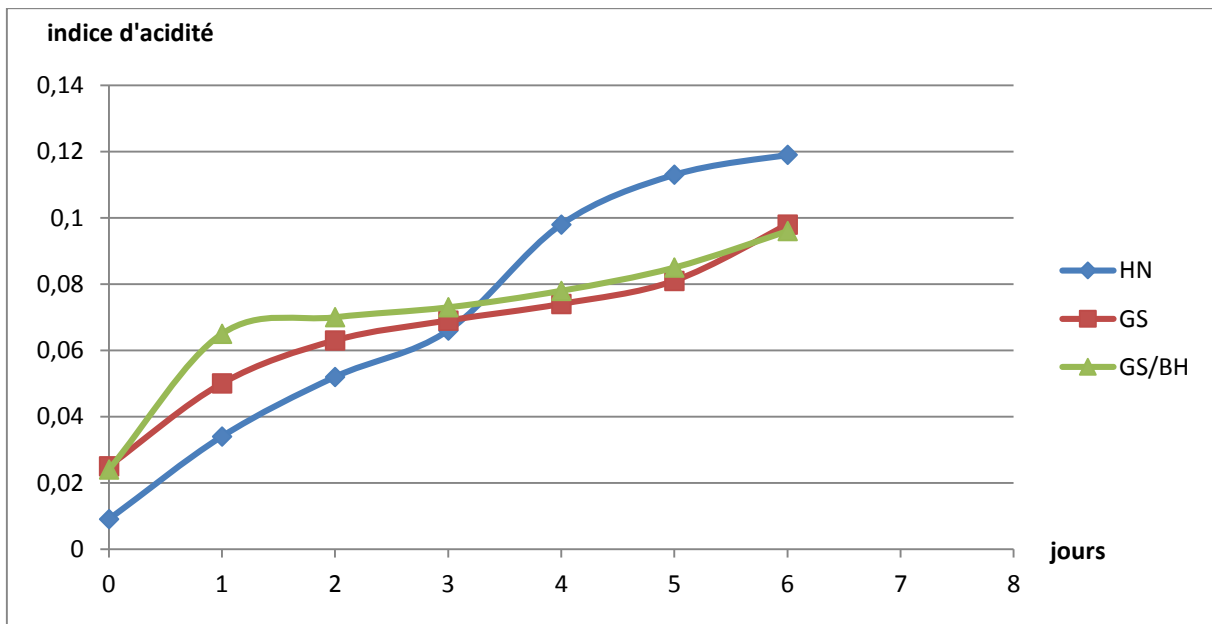
Figure 22 : variation du Tg delta des huiles régénérée en fonction du jour



- Le graphe montre que la réponse diélectrique dans le domaine fréquentiel du facteur de dissipation diélectrique comme on peut le voir à partir de ces graphes, ces paramètres reste stable avec la chaleur par déroulement des sept jours d'étude .si on compare ces résultats par rapport a l'huile neuve on voit toujours que le comportement de l'huile régénérée par les adsorbant est presque identique ce qui conforme la validité de notre régénération.
- La stabilité du facteur de dissipation s'explique par la stabilité des longues chaînes d'hydrocarbures.

### 3.3.Indice d'acidité

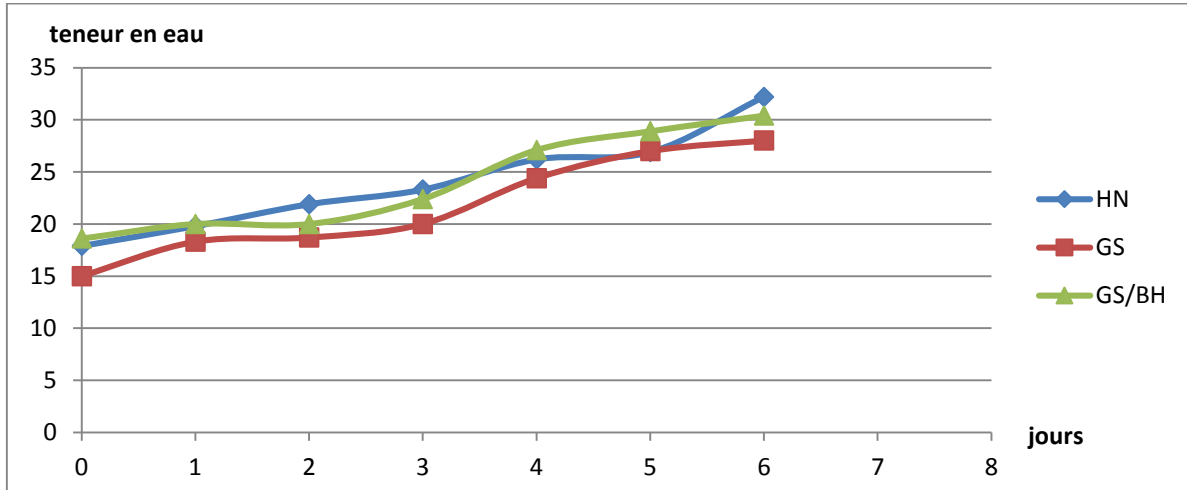
Figure 23 : Variation d'indice d'acidité sous contraintes thermiques



- Cette mesure, qui est la plus représentative du vieillissement d'une huile constitue l'outil majeur pour connaître l'état de vieillissement, une dégradation accéléré est identifier par l'échantillon d'huile régénérée par l'adsorbant binaire.

3.4. la teneur en eau :

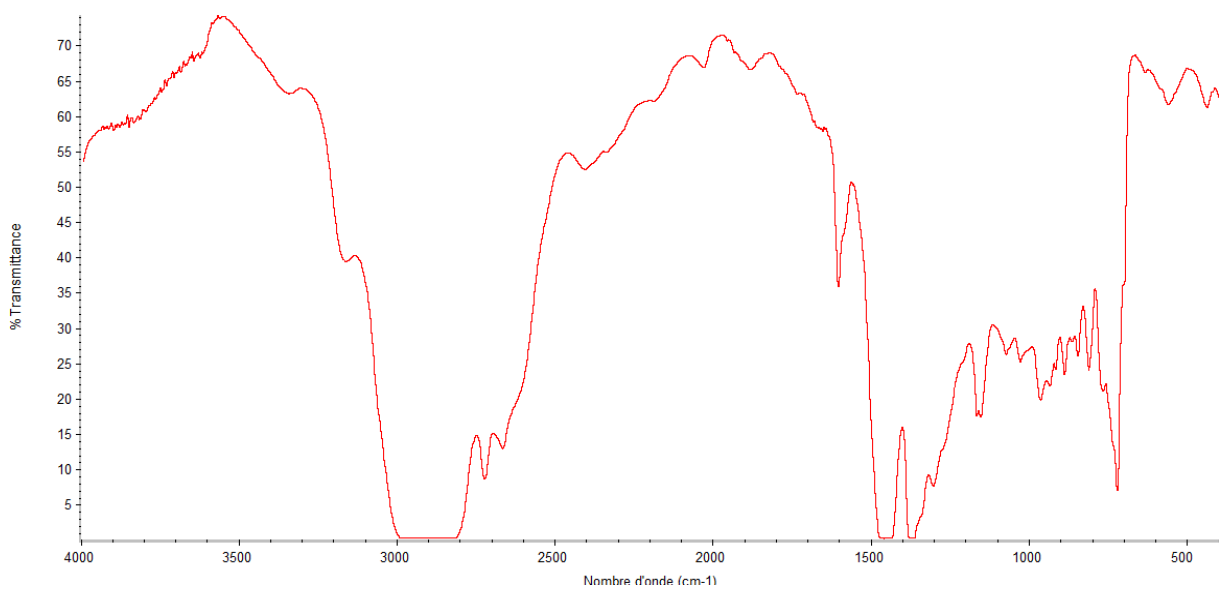
Figure 24 : Variation de la teneur en eau sous contraintes thermiques



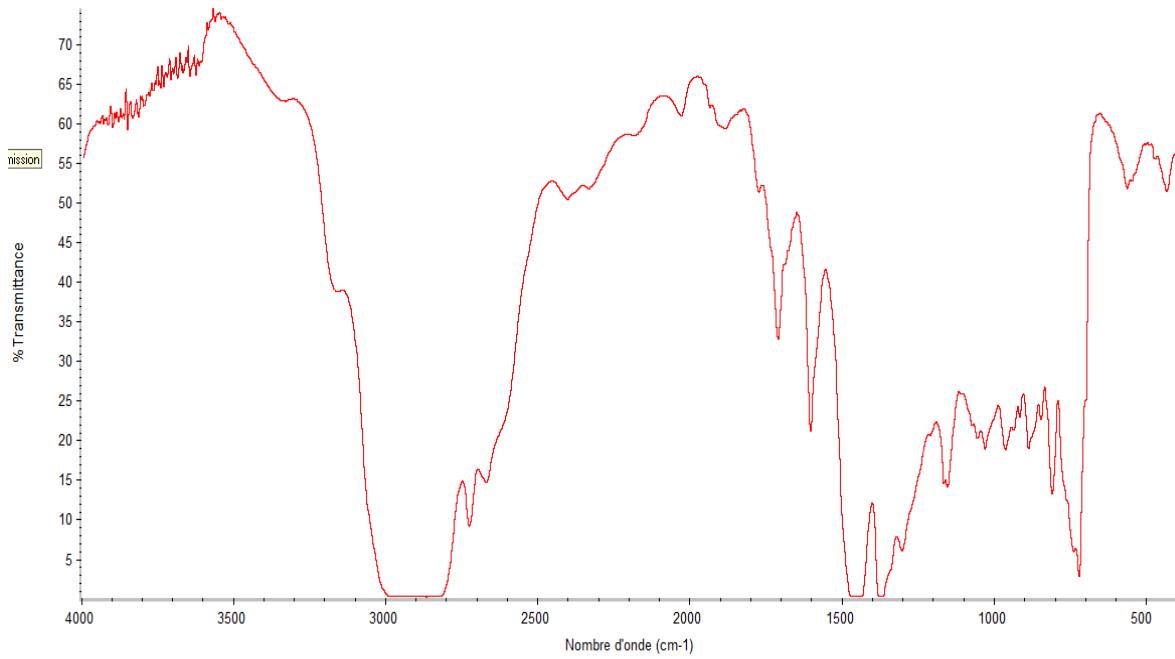
- Le graphe montre la teneur en eau après les contraintes thermiques. La teneur en eau reste faible avec le déroulement des jours.

4. Discussion des résultats de spectrométrie infrarouge

4.1. Spectre d'infrarouge de l'huile neuve :

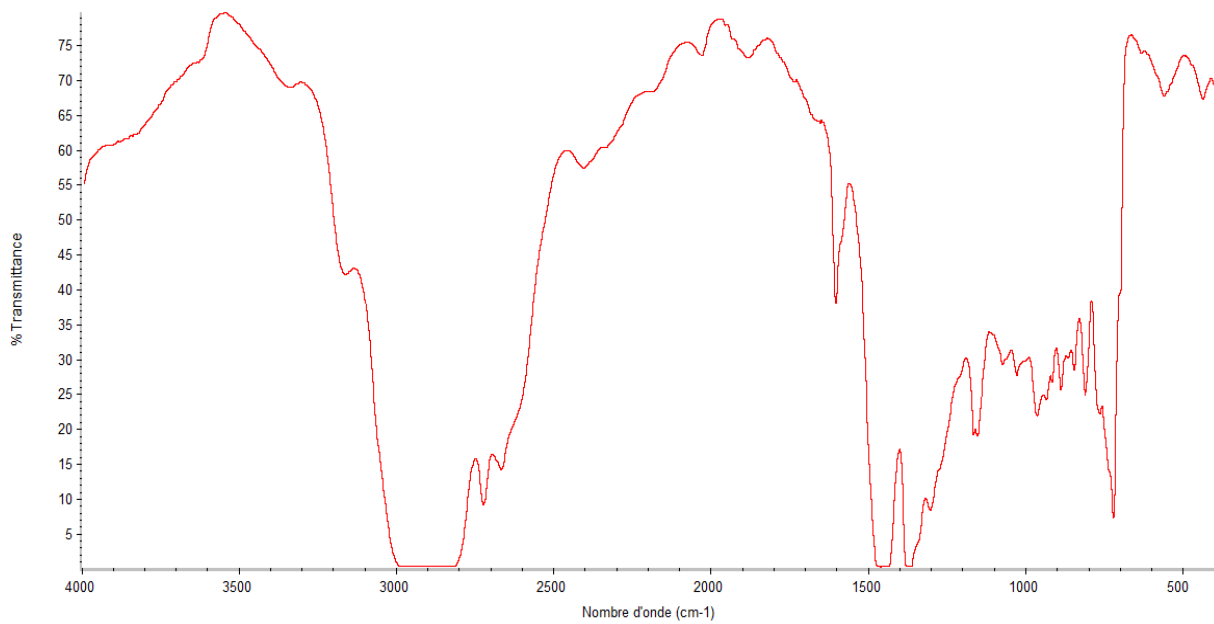


#### 4.2. Spectre d'infrarouge de l'huile usagée

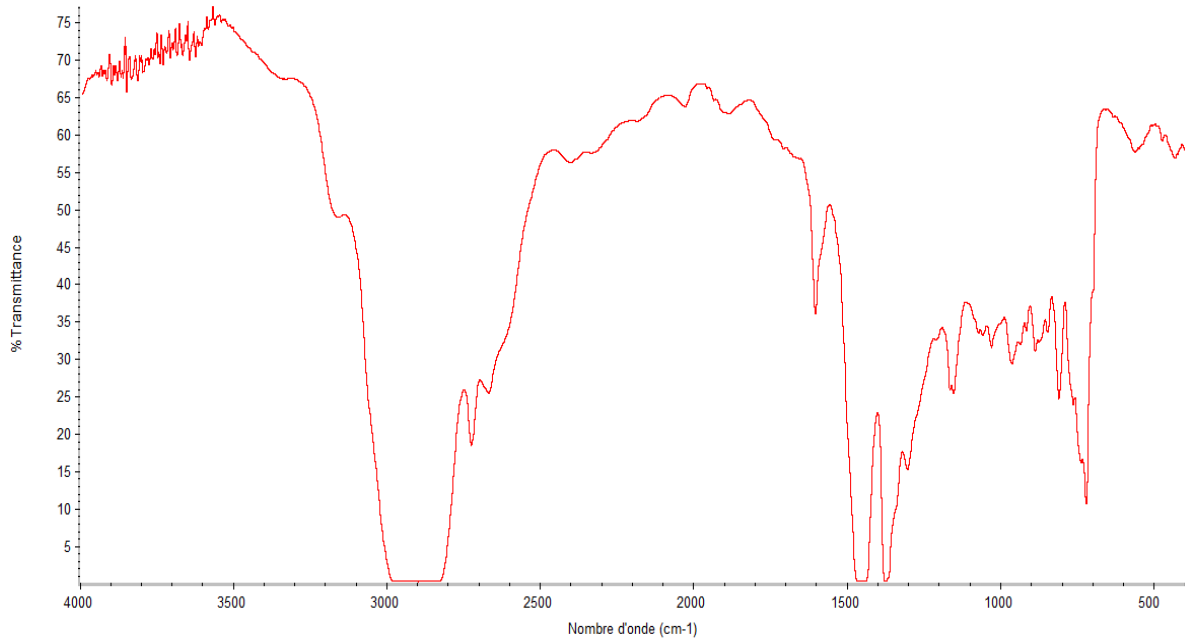


- Par comparaison des deux spectres on voit qu'ils sont identiques ya aucun changement dans la structure principale malgré que les propriétés des deux huiles est différents.

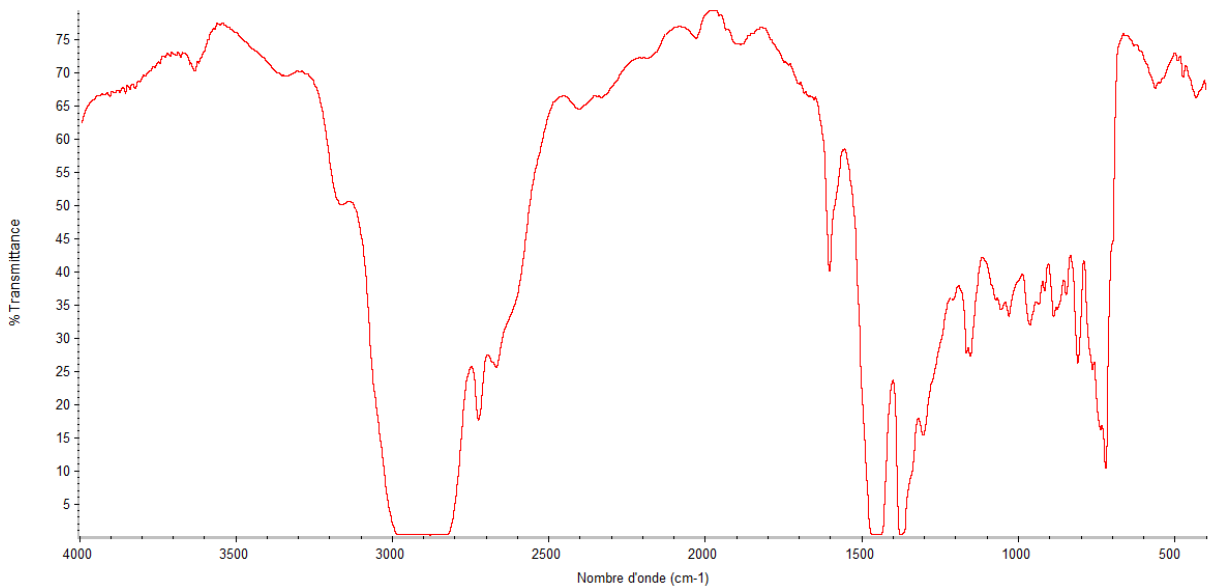
#### 4.3. Spectre d'infrarouge de l'huile régénéré avec la bentonite :



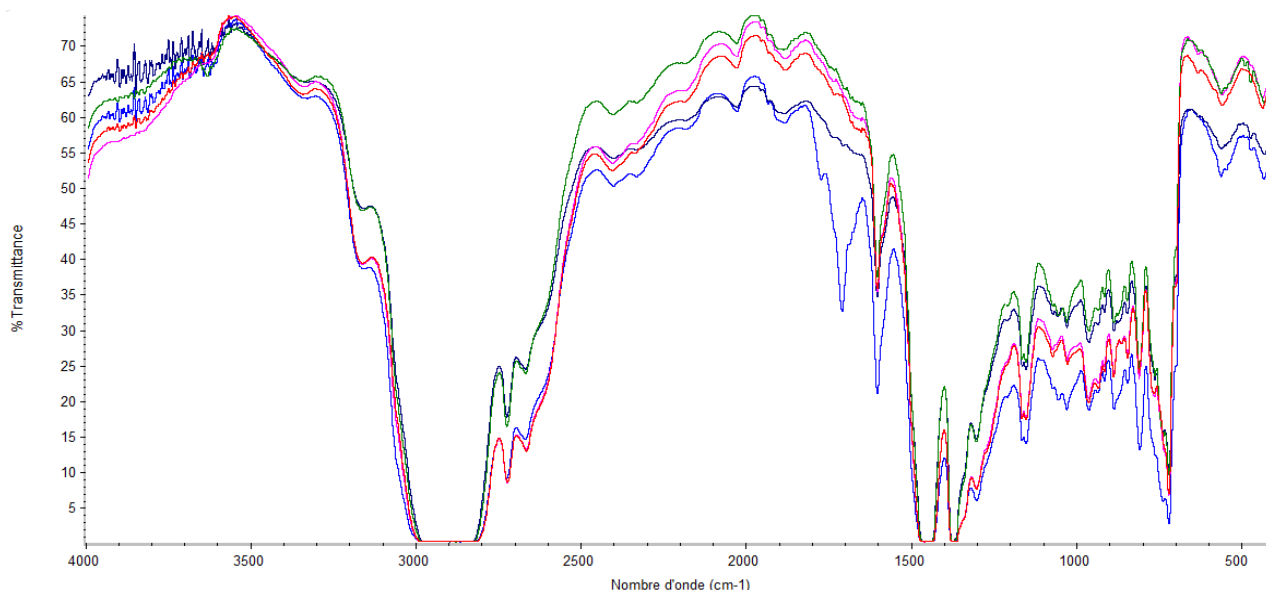
4.4. Spectre d'infrarouge de l'huile régénéré avec le gel de silice :



4.5. Spectre d'infrarouge de l'huile régénéré avec le gel de silice/bentonite :



**4.6. Spectre d'infrarouge comparatif de tous les huiles :**



**Avec :**

- Bleu: H U
- Vert: GS/BH
- Noir: GS
- Rouge: HN
- Rose: BH

**4.7. Interprétation des résultats :**

Quand l'huile vieillit, teneurs en acides et en peroxyde augmentent, formant des liaisons C=O pendant l'oxydation et C=C doubles liaisons au cours de la décomposition thermique, la plupart des sommets associés à la formation de l'aldéhyde et des acides carboxyliques apparaissent entre 1600 et 1820  $\text{cm}^{-1}$ .

- Empreintes de composés aromatiques sont détectés dans le 1450 à 1600  $\text{cm}^{-1}$  gamme.
- L'augmentation de l'intensité de la bande d'absorption dans la région 1710  $\text{cm}^{-1}$  est due à des vibrations d'élongation des groupes C=O des acides carboxyliques, les aldéhydes, les cétones et les esters.
- Le niveau total de la teneur des produits de décomposition et le vieillissement est lié à l'ampleur de l'absorption dans la région 1730–1710  $\text{cm}^{-1}$ , c'est à cause des vibrations des groupes C = O, qui se produisent dans l'oxydation.



- la densité optique Le plus élevé de l'huile à une fréquence de  $1710\text{ cm}^{-1}$ , plus le degré de détérioration du service de la caractérisés par l'ensemble des bandes d'absorption de  $1800\text{--}1950\text{ cm}^{-1}$ .
- avec une durée de vie d'huile en service la bande d'absorption de  $1710\text{ cm}^{-1}$  est observée. L'intensité de l'absorption de  $1730$  et  $1710\text{ cm}^{-1}$  bandes augment avec la durée de vie de l'huile. Par conséquent, on peut supposer que ces bandes d'absorption sont liés au processus d'oxydation et de la formation de liaisons  $\text{C} = \text{O}$ .
- La région spectrale  $1800\text{--}2000\text{ cm}^{-1}$  est caractérisée par la présence des bandes d'absorption de sur-tonalités et fréquences composant des groupes CH des composés aromatiques.
- Dans la région  $3400\text{--}3800\text{ cm}^{-1}$ , il peut apparaître des vibrations d'élongation du groupe OH de l'eau, alcools, acides carboxyliques, phénols et autres produits d'oxydation de l'huile de transformateur.
- On sait que le temps en service d'une huile est toujours accompagné d'une diminution dans le contenu d'un inhibiteur. L'antioxydant, étant une substance active en soi entrera en interaction avec les radicaux de la base en oxydant les matières.