République Algérienne Démocratique et Populaire Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique Université A. MIRA-BEJAIA

> جامعة بجابة Tasdawit n Bgayet Université de Béjaïa

Faculté de Technologie Département de Génie Électrique Laboratoire de Génie Électrique de Bejaia **Mémoire de Fin d'Étude** 

En vue de l'obtention du diplôme de Master en Électrotechnique

*Option: Électrotechnique industriel* 

THEME

Effet du vieillissement sur l'angle de déclinaison optimal

d'une surface super-hydrophobe

Présentés par : Mr : Ouadfel Lyes Encadré par: Dr. Nacéra Rouha Devant le jury:

Mr : Ait Abdelmalek Nassim

Mr. RAHMANI

Mr. YAHIAOUI

**Promotion : 2021/2022** 

## **REMERCIEMENTS** Avant tout nous remercions Dieu le tout puissant de nous avoir donné le courage, la volonté, la patience et la santé durant toutes ces années et que grâce à lui ce travail a pu être réalisé.

Ensuite, nous tenons à exprimer notre très grande considération et notre vive reconnaissance à notre promotrice **Mme N. ROUHA** pour avoir accepté d'encadrer notre travail que voici, de même que pour sa patience, ses précieux conseils, sa bienveillante disponibilité à nous orienter, ce qui nous a mené à l'aboutissement de ce travail.

Qu'elle veuille bien accepter tous nos sentiments de gratitude et de respect. Nous remercions de même les membres du Jury pour avoir concédé de passer en revue notre étude et se prononcer sur sa qualité éventuelle.

Nous remercions aussi Mme Bouzidi pour ça généreuse aide.

Nos remerciements s'adressent à toutes les personnes qui ont contribué de près ou de loi à la réalisation de ce travail également à :

Mme (Zebboudj et Bradai), ainsi les techniciennes (Kahina, Sofiane et Khadidja).

Tous nos respects sont adressés à nos chers parents qui nous ont encouragé et soutenu beaucoup durant nos études.

Enfin, nous adressons nos plus sincères remerciements à tous nos proches et amis, qui nous ont toujours encouragé au cours de la réalisation de ce mémoire.

the she she she she she she she she she

## DÉDICACES

A Dieu le tout puissant, à qui je dois tout, et surtout d'avoir honoré et éclairé mon chemin par le savoir.

A ma mère qui à su être toujours à mes côtés dans la joie et la peine, ma mère, que Dieu te garde pour nous.

A mon chère père, qui a été toujours mon appui moral, et qui n'a jamais arrêté de m'encourager et de m'aider dans ma vie et surtout dans mes études, que Dieu te garde pour nous.

« Mon père, ma mère merci pour tout »

A mes chères et adorable sœurs Siham, Sadjia et Katia.

«Mon souhait est de les voir toujours heureuses et d'avoir une vie pleine de joie et de réussite».

A toute ma famille, en particulier mes cousins et mes oncles.

A mes chers amis Rassim, Ouamer, Bachir, Hilal, mahedi, Halim, Aziz, Abbas, Syphax, moussa et khalil.

« Mon souhait est de les avoir réussir dans leurs vies ».

A toute la promotion master 2 Electrotechnique industriel, à qui je souhaite un bon parcours professionnel.

A tout mes camarades de l'université que j'ai côtoyé tout au long de mon trajet.

NASSIM AIT ABDELMALEK



Que ce travail témoigne de mes respects

A mes parents

Grâce à leurs tendres encouragements et leurs grands sacrifices, ils ont pu créer le climat affectueux et propice à la poursuite de mes études.

Aucune dédicace ne pourrait exprimer mon respect, ma considération et mes profonds sentiments envers eux.

Je prie le bon Dieu de les bénir, de veiller sur eux, en espérant qu'ils seront toujours fiers de moi.

*Je dédiée toute mes réalisations à ma mère pour tous ses sacrifice, et je prie que je serai à la hauteur,* 

*Et je prie que Dieu te garde dans son vaste paradis. A mes sœurs Cylia, Sarah et Hanane.* 

Ils vont trouver ici l'expression de mes sentiments de respect et de reconnaissance pour le soutien qu'ils n'ont cessé de me porter.

A toute ma famille, en particulier mes cousins et mes oncles.

A mes amis Zaid, Aziz, Abbas, Syphax, Koceila, Zidane, Halim, et Saad. « Lydia, Radia et Nono».

Ils vont trouver ici le témoignage d'une fidélité et d'une amitié infinie.

A toute la promotion master 2 Électrotechnique industriel, à qui je souhaite un bon parcours professionnel.

*A tout mes camarades de l'université que j'ai côtoyée tout au long de mon trajet.* 

LYES OUADFEL

## Sommaire

Remerciement	
Dédicaces	
liste des figures	
iste des tableaux	
iste des symboles et des abréviations	
ntroduction Générale	1

## Chapitre I : Etude Bibliographique

I.1 Introduction
I.2 Définitions
I.2.1 Isolants
I.2.2 Isolations
I.2.3 Isolateurs
I.3 Principaux types d'isolateurs
I.3.1 Isolateur rigide4
I.3.2 Isolateurs suspendus ou éléments de chaîne5
I.3.3 Isolateurs à capot et tige
I.3.4 Isolateurs à long fût5
I.4 Matériaux utilisés pour les isolants solides
I.4.1 La céramique
I.4.2 Le verre7
I.4.2.1 Verres trempé :7
I.4.2.2 Verres recuits
I.4.3 Porcelaine
I.4.4 Bakélite

## Sommaire

I.4.5 Silicone	9
I.4.6 Les matériaux synthétiques	9
I.5 Caractéristiques d'un isolateur	10
I.6 Quelques définitions concernant les isolateurs	10
I.6.1 Contournement	10
I.6.2 Tension de contournement	11
I.6.3 Tension de tenue	11
I.6.4 Courant de fuite	11
I.7 Propriétés électriques importantes d'un isolant	11
I.7.1 Résistivité	11
I.7.1.1 Résistivité superficielle (Rs)	11
I.7.1.2 Résistance transversale (Rt)	12
I.7.1.3 Résistance d'isolement (Ri)	12
I.7.2 Rigidité diélectrique	12
I.7.3 Permittivité relative	12
I.7.4 Facteur de pertes	12
I.8 Superhydrophobicité	13
I.8.1 Propriétés superhydrophobe	13
I.8.1.1 Définition de la mouillabilité	13
I.8.1.2 Non mouillabilité	15
I.8.1.3 Angle de contact	15
I.8.2 Modèles de surfaces superhydrophobes	16
I.8.2.1 Selon Wenzel	16
I.8.2.2 Selon Cassie	16
I.8.3 Techniques de préparation de surfaces superhydrophobes	17
I.8.3.1 Dépôt par vapeur chimique	17
I.8.3.2 Dépôt électrochimique	17

## Sommaire

I.8.3.3 Photolithographie	17
I.8.3.4 Techniques utilisant le plasma	
I.8.4 Domaines Applications	
I.8.5 Modes de vieillissements	19
I.8.5.1 Le vieillissement physique	19
I.8.5.2 Le vieillissement chimique	19
I.8.5.3 Le Vieillissement électrique	
I.8.5.4 Vieillissement accéléré	
I.9 Mesures électriques	
I.10.Conclusion	

## Chapitre II: Méthodes de diagnostic

II.1 Introduction
II.2 Méthodes de diagnostic des matériaux diélectriques
II.2.1 Caractérisations chimiques
II.2.1.1 Chromatographie23
II.2.1.2 Microscopie électronique à balayage (MEB)24
II.2.1.3 Spectre infrarouge à transformée de fourrier (FTIR)25
II.2.1.4 Diffractométrie des rayons X (DRX)25
II.2.1.5 Analyse thermogravimétrique (ATG)25
II.2.1.6 Analyse thermique différentielle (ATD)
II.2.1.7 Calorimétrie différentielle à balayage(DSC)26
II.2.2 Caractérisations physiques
II.2.2.1 Rigidité diélectrique
II.2.2.2 Facteur de perte, capacité et permittivité
II.2.2.3 Résistance et résistivité
II.3 La méthode théorique et pratique de détermination de l'angle de contact $\theta$ et l'indice
d'hydrophobicité (IH)
d'hydrophobicité (IH)

II.4 Conclusion	35
Chapitre III: Protocole Expérimental	
III.1 Introduction	36
III.2 Matériau le verre	37
III.2.1 les verres SODOCALCIQUES :	39
III.2.2 les verres borosilicatés :	39
III.3 La structure de la suie	40
III.4 Protocole expérimentale	41
III.4.1 Technique de dépôt de la suie	41
III.4.2 Technique expérimentale	42
III.5 L'objet d'essais	43
III.6 Modes opératoires	44
III.6.1 Mode opératoire : Angles de déclinaison $\alpha$ et de contact $\theta$	44
III.6.2 Essais de vieillissement électrique	47
III.6.3 Les mesures électriques	51
III.6.3.1 Mesure de la capacité $Cx$ et du facteur de perte $tg\delta$	52
III.6.3.2 Mesure de la résistance	52
III.6.4 Analyses chimiques	53
III.6.4.1 L'analyse FTIR mode ATR	53
III.6.4.2 Analyses thermiques (AT)	54
III.6.4.3 Diffraction des rayons X (DRX)	57
III.6.5 le microscope optique	58
III.7 conclusion	59

## chapitreIV: Présentation et discutions des résultats

IV.1 Introduction
-------------------

IV.2 Mesure de l'angle de contact de la goutte d'eau et de l'indice d'hydrophobicité de l	la
surface de la plaque de verre	0
IV.3 Analyse par microscopie optique7	8
IV.4 Présentation, interprétation et discussion des résultats d'essais électriques	2
IV.4.1 Mesure de la résistance	2
IV.4.1.1 Mesure de la résistance transversal82	2
IV.4.1.2 Mesure de la résistance superficiell	2
IV.4.2 Mesure de la rigidité diélectrique longitudinale	2
IV.4.3 Mesure de capacité Cx et du facteur de perte tgδ85	5
IV.4.3.1 Mesure de capacité Cx85	5
IV.4.3.2 Mesure du facteur de pertes87	7
IV.4.3.3 Calcul de La permittivité électrique $\varepsilon r$ et l'indice de perte $\varepsilon r.tg(\delta)$ 90	0
IV.5 Présentation et discussion des résultats des analyses chimiques	0
IV.5.1 Analyse par spectroscopie infrarouge à transformé de Fourrier (IRTF)90	0
IV.5.2 Analyse par fluorescence des rayons X (FRX)92	2
IV.6 Présentation et discussion des résultats des analyses thermiques	4
IV.6.1 Analyse thermogravimétrique (ATG)94	4
IV.6.2 Analyse thermique différentielle (ATD)9	5
IV.7 Conclusion	6
Conclusion générale	8
Références Bibliographiques	

## Liste des figures

Figure I.1: Vue en coupe d'un isolateur rigide en verre0	)4
Figure I.2: Isolateurs à capot et tige	)5
Figure I.3: Isolateurs à long fût en céramique0	6
Figure I.4: isolateur en céramique0	6
Figure I.5: Isolateur en verre trempé0	7
Figure I.6: Verre recuit0	8
Figure I.7: Isolateur composite1	0
Figure I.8: Les caractéristiques d'un isolateur1	0
Figure I.9: Champ électrique propre à l'intérieur d'un matériau isolant sous tension1	2
Figure I.10: circuit électrique équivalent série et parallèle1	13
Figure I.11: Représentation de l'angle de contact à l'équilibre1	4
Figure I.12: Les différents états de la mouillabilité1	5
Figure I.13: Comportement d'une goutte sur une surface1	5
<b>Figure I.14:</b> Schéma de gouttes sur des surfaces superhydrophobes dont la rugosité est fai de piliers micrométriques, en état Wenzel (a) et en état Cassie-Baxter (b)1	te 7
Figure II.1: Schéma de principe d'un microscope électronique à balayage2	24
<b>Figure II.2:</b> Circuit de mesure de la tension de contournement d'une surface isolante2	7
Figure II.3: Circuit de mesure de la tension de claquage d'un matériau isolant2	8
Figure II.4: Schéma de principe du pont de Schering2	9
Figure II.5: Schéma de principe du pont de Schering à transformateur différentiel3	1
Figure II.6: Schéma de mesure de la résistance transversale	1
Figure II.7: Schéma de mesure de la résistance superficielle	32

<b>Figure II.8:</b> Méthode théorique détermination de l'angle de contact $\theta$
Figure II.9: Schéma de principe de la méthode pratique de détermination de l'angle de contact
<b>Figure III.1:</b> Variations thermiques du volume spécifique V et de l'enthalpie H lors du passage de l'état liquide à l'état solide (vitreux ou cristallin)
Figure III.2: Représentation schématique bidimensionnelle de la silice cristalline cristobalite
Figure III.3: Représentation schématique bidimensionnelle de la silice vitreuse
Figure III.4: La structure de la suie observée au microscope optique41
<b>Figure III.5:</b> Etapes essentielles de confection d'une surface en verre superhydrophobe42
<b>Figure III.6:</b> Différentes vues du banc d'essai de mesure de l'angle de contact $\theta$ 43
Figure III.7: Objet d'essai
<b>Figure III.8:</b> Appareil de mesure d'angle de contact θ : Drop Shape Analyzer DSA30 KRÜSS Gmbh
<b>Figure III.9:</b> Mesure de l'angle de contact θ au moyen de l'appareil Drop Shape Analyzer DSA30 KRÜSS Gmbh
Figure III.10: Photographie du conductimètre
Figure III.11: Dispositif expérimental de vieillissement électrique et de mesure de la tension de claquage
Figure III.12: Photos des éléments du dispositif d'essais et de mesure de la haute tension du
laboratoire HT G.E.Université de Bejaia
Figure III.13: Objets d'essai
Figure III.14: Photo de la surface polluée du verre avant et pendant le passage de la décharge
Figure III.15: Photo du dispositif de mesure des résistances Rt et Rs

Figure III.16: Photo du spectrophotomètre (modèle NicoletTM IS50 FTIR)53
Figure III.17: Représentation schématique du principe de la spectroscopie IR54
Figure III.18: Photo de l'appareil PT 1600 STA et ses éléments55
Figure III.19: Représentation schématique d'une ATG (type Setaram TG-DTA 92 B)56
Figure III.20: Cellule de mesure de l'ATD
Figure III.21: Schéma de principe de loi de Bragg
Figure III.22: Principe d'un diffractomètre de poudre
<b>Figure III.23:</b> Détermination de la largeur à mi-hauteur (β) à partir d'une courbe de diffraction des rayons X
Figure III.24: Schéma d'un microscope
<b>Figure IV.1:</b> Angle de contact $\theta$ en fonction de l'angle de déclinaison $\alpha$ pour différents volumes de la goutte, dans le cas de l'état vierge de la surface propre du verre sans suie
<b>Figure IV.2:</b> Angle de contact $\theta$ en fonction de l'angle de déclinaison $\alpha$ pour différents volumes de la goutte, dans le cas de l'état vieilli de la surface propre de verre sans suie63
<b>Figure IV.3:</b> Angle de contact $\theta$ en fonction de l'angle de déclinaison $\alpha$ pour différents volumes de la goutte, dans le cas de l'état vieilli de la surface polluée du verre sans suie à $\sigma$ =2mS
<b>Figure IV.4:</b> Angle de contact $\theta$ en fonction de l'angle de déclinaison $\alpha$ pour différents volumes de la goutte, dans le cas de l'état vieilli de la surface polluée du verre sans suie à $\sigma=5mS$
<b>Figure IV.5:</b> Angle de contact $\theta$ en fonction de l'angle de déclinaison $\alpha$ pour différents volumes de la goutte, dans le cas de l'état de surface (sans pollution humide) du verre vierge recouvert de suie

[Université de Béjaia 2021/2022]

Figure IV.7: Angle de contact $\theta$ en fonction de l'angle de déclinaison $\alpha$ pour différents
volumes de la goutte, dans le cas de l'état de surface du verre recouvert de suie et vieilli sous
pollution humide à $\sigma = 2mS$ ,
<b>Figure IV.8:</b> Angle de contact $\theta$ en fonction de l'angle de déclinaison $\alpha$ pour différents volumes de la goutte, dans le cas de l'état de surface du verre recouvert de suie et vieilli sous pollution humide à $\sigma = 5mS$
<b>Figure IV.9:</b> Histogramme de l'angle de contacte $\theta$ en fonction du volume de la goutte à $\alpha=0^{\circ}$
<b>Figure IV.10:</b> Histogramme de l'angle de contacte $\theta$ en fonction du volume de la goutte à $\alpha$ d'éjection (glissement de la goutte de la surface du verre)
<b>Figure IV.11 :</b> Histogramme de l'angle limite d'éviction de la goutte α(éviction) en fonction du volume de la goutte. suie)
Figure IV.12: Gouttes d'eau posée sur une surface hydrophile74
Figure IV.13: Gouttes d'eau posée sur une surface hydrophobe
<b>Figure IV.14:</b> L'angle de contacte $\theta$ en fonction du volume de la goutte à $\alpha=0^{\circ}$
<b>Figure IV.15:</b> Photographies prises par le microscope optique avec un grossissement de 10×100 fois des différents échantillons de verre sans suie
Figure IV.16: Photographies prises par le microscope optique avec un grossissement de
10×100 fois des différents échantillons de verre recouvert de suie
Figure IV.17: Gouttes d'eau posée sur une surface superhydrophobe
<b>Figure IV.18:</b> Histogramme de la rigidité diélectrique longitudinale El (kV/cm) du verre en fonction de l'état de surface de l'échantillon
Figure IV.19: Histogramme de la rigidité diélectrique longitudinale El (kV/cm) du verre en
fonction de la conductivité de la pollution ( $\sigma=2mS$ et $\sigma=5mS$ )
Figure IV.20: Capacité Cx en fonction de la fréquence du Verre vierge
Figure IV.21: Capacité Cx en fonction de la fréquence du Verre vieilli à sec
[Université de Béjaia 2021/2022]

Figure IV.22 : Capacité Cx en fonction de la fréquence du Verre vieilli sous pollution
humide
Figure IV.23 : Capacité Cx en fonction de la fréquence du verre vierge, vieilli à sec et sous
pollution humide
Figure IV.24 : Facteur de perte en fonction de la fréquence du verre vierge
Figure IV.25 : Facteur de perte en fonction de la fréquence du verre vieilli à sec
Figure IV.26 : Facteur de perte en fonction de la fréquence du verre vieilli sous pollution
humide
Figure IV.27 : Facteur de perte en fonction de la fréquence du verre vierge, vieilli à sec et
sous pollution humide
<b>Figure IV.28 :</b> Spectre IFTR des échantillons (vierges et vieillis, polluée à $\sigma$ =2mS et à
$\sigma$ =5mS avec et sans suie) du verre90
Figure IV.29 : Thermo-grammes ATG des échantillons (vierges et vieillis, polluée à
$\sigma=2mS$ et $\sigma=5mS$ ) avec suit du verre
Figure IV.30 : Thermo-grammes de l'ATD des échantillons (vierges et vieillis, polluée
à $\sigma=2mS$ et à $\sigma=5 mS$ ) avec suit du verre

### Liste des tableaux

#### Liste des tableaux

Tableau II.1: Corrélation de l'IH avec l'angle de contact θ	35
Tableau III.1: Propriétés physiques moyennes du verre sodique	39
Tableau III.2: Les techniques d'analyse thermique	.54

**Tableau IV.3 :** L'angle de contact  $\theta$  et l'indice d'hydrophobicité IH en fonction de l'angle de déclinaison  $\alpha$  de la surface de l'échantillon de verre, pour les différents paramètres mis en jeu dans le cas de l'état vieilli de la surface polluée du verre sans suie à  $\sigma=2mS......64$ 

<b>Tableau IV.8 :</b> L'angle de contact $\theta$ et l'indice d'hydrophobicité IH en fonction de l'angle de
déclinaison $\alpha$ de la surface de l'échantillon de verre, pour les différents paramètres mis en jeu
dans le cas de l'état de surface du verre recouvert de suie et vieilli sous pollution humide à
σ=5mS69
<b>Tableau IV. 9 :</b> Angle limite d'éviction de la goutte
Tableau IV.10 : Mesure de la résistance transversale et de la résistivité transversale du verre
vierge
<b>Tableau IV.11 :</b> Mesure de la résistance superficielle et de la résistivité superficielle du verre vierge
<b>Tableau IV.12 :</b> La rigidité diélectrique longitudinale El du verre
<b>Tableau IV.13 :</b> Le calcule de permittivité électrique et de l'indice de perte90
Tableau IV.14 : Différentes bandes d'absorption caractéristique du verre
Tableau IV.15 : Composition chimiques des échantillons du verre

#### Liste Symboles et des Abréviations

- ATG : L'analyse thermogravimétrique.
- ATD : L'analyse thermique différentielle.
- b : La hauteur de la gouttelette.
- Cx : La capacité de l'objet d'essai.
- DSC : L'analyse calorimétrique différentielle.
- DSA30 : L'appareil Drop Shape Analyzer.
- DRX: L'analyse par diffraction aux rayons X.
- D : Diamètre (cm).
- D: Désigne la taille des cristallites en °A.
- d : Distance inter électrode.
- d : Distance inter réticulaire, c'est -à -dire distance séparant deux plans consécutifs.
- EPDM : Ethylène Propylène Diène Monomère.
- Ed : La rigidité diélectrique (kV/cm).
- Ep: Champ électrique propre (V/m).
- Ee: Champ électrique extérieur (V/m).
- E<sub>1</sub> : La rigidité diélectrique longitudinale.
- FTIR : L'analyse infrarouge à transformée de fourrier.
- f : La fréquence.
- g : La rugosité.
- H : l'enthalpie lors du passage de l'état liquide à l'état solide.
- HT : Haute Tension.
- H : Humidité.
- IH: L'indice d'hydrophobicité.
- $L_c$  : La ligne de contournement.
- L<sub>f</sub> : La ligne de fuite.
- MT : Moyenne tension.
- MEB : Microscopie électronique à balayage.
- Oe: Objet d'essai.
- P : La pression.
- PDMS : Poly-Di-Méthyle-Siloxane.
- Rs: Résistance superficielle ( $\Omega$ ).
- $R_t$ : La résistance transversale ( $\Omega$ ).

- $R_i$ : Résistance d'isolement ( $\Omega$ ).
- $r\gamma_{SV}$ : Surfaces solide/vapeur.
- $r\gamma_{st}$ : Surfaces solide/liquide.
- r : Le rayon de la gouttelette.
- SG : Appareil de commande automatique et manuelle de la tension.
- STA : L'analyseur thermique simultané.
- Tr : Transformateur haute tension.
- T : La température.
- Tg  $\delta$ : Facteur de pertes.
- U : Tension électrique à laquelle se produit une perforation (claquage).
- V : Voltmètre de crête.
- Z: Impédance ( $\Omega$ ).
- Z<sub>N</sub> : Impédance de la capacité étalon de facteur de perte faible.
- $\alpha$  : Angles de déclinaison.
- $\gamma$ ls : La tension superficielle entre le solide et le liquide.
- $\gamma$ lv : La tension superficielle entre le liquide et sa phase vapeur.
- $\gamma$ sv : La tension superficielle entre le solide et la vapeur.
- εr: Permittivité relative.
- δ: Angle de pertes.
- η: Ordre de la réfraction.
- $\theta$ : Angle de contact (°).
- $\theta^*$ : L'angle apparent.
- $\theta_e$ : L'angle de Young.
- $\theta$ : Angle de diffraction des rayons X sur la surface du matériau étudié.
- θ: Position du pic de diffraction considéré.
- $\lambda$ : Longueur d'onde du faisceau de rayon X.
- $\lambda$ : Largeur à mi-hauteur exprimée en radiant.
- $\mu A$  : Micro-ampère.
- $\rho_t$ : La résistivité transversale.
- $\rho_s$ : La résistivité superficielle.
- σ: La conductivité.

Liste des équations	
Équation I.1	14
Équation I.2	16
Équation I.3	16
Équation II.1	26
Équation II.2	27
Équation II.3:	
Équation II.4	29
Équation II.5:	29
Équation II.6	29
Équation II.7	29
Équation II.8	29
Équation II.9	
Équation II.10	30
Équation П.11	30
Équation II.12	30
Équation II.13	30
Équation П.14	
Équation II.15	30
Équation II.16	30
Équation II.17	30
Équation II.18	32
Équation II.19:	32

Équation II.20	32
Équation II.21	32
Équation II.22:	32
Équation II.23	33
Équation II.24	33
Équation II.25	33
Équation III.1	57
Équation III.2	58

# Introduction

# Générale

#### **Introduction Générale**

La tenue diélectrique des isolateurs aériens est souvent influencée par divers facteurs environnementaux. L'un de ces facteurs est la pollution atmosphérique sous ses différentes natures ; L'humidification de la couche de pollution accumulée sur les surfaces isolantes favorise le développement des décharges électriques séries et parallèles, asséchant cette couche polluante par le passage du courant électrique sur l'isolation. Ceci implique le contournement de ces surfaces isolantes, et par conséquent, des pannes au niveau des réseaux de transport d'énergie électrique.

Afin de limiter l'influence négative du dépôt polluant sur les surfaces isolantes, qui consiste à empêcher la formation des couches électrolytes sur ces surfaces, de nombreuses études expérimentales et théoriques ont été réalisées sous les différents types de tension, à savoir : alternative à fréquence industrielle, continu pour les deux polarités positive et négative et impulsionnelle aussi bien de chocs de foudre que de manœuvre [1].

Ces recherches ont montré que l'utilisation des surfaces isolantes hydrophobes permet d'approcher cet objectif. En effet, le caractère hydrophobe a pour avantage d'offrir de meilleures performances dans des conditions humides, car cela empêche la formation d'un film d'eau en réduisant ainsi les fuites de courant et donc la perte de puissance. De plus, leur légèreté les rend plus faciles au montage et la mise en service, relativement au verre et la porcelaine.

Cependant, les surfaces superhydrophobes sont une solution plus efficace que cette dernière, vu qu'elles présentent une plus grande résistance à la formation des courants de fuite. Plusieurs hypothèses et modèles ont été développés afin de comprendre l'effet superhydrophobe sur différentes surfaces, rugueuse et non rugueuse, puisque ces deux états influent forcément l'angle de contacte des gouttes d'eau déposées sur la surface.

En vue de mieux comprendre les mécanismes de la superhydrophobie, et le comportement d'une surface de telle nature sous les conditions de service défavorables, en présence d'une pollution environnementale modérée à sévère, nous nous proposons d'étudier l'effet du vieillissement électrique sur l'angle de déclinaison d'une surface superhydrophobe confectionnée au niveau du laboratoire de haute tension de l'université de Béjaia, tout en recherchant l'angle optimal de déclinaison, en vue de corriger le profil des isolateurs à surfaces superhydrophobes.

Le présent manuscrit est organisé autour de quatre chapitres.

Dans le premier chapitre, nous avons présenté les différentes définitions liées aux matériaux isolants, leurs propriétés et en particulier à la superhydrophobie et son application dans la technologie des isolateurs électriques.

Dans le deuxième chapitre, nous avons exposé les méthodes de diagnostic des matériaux diélectriques, notamment:

- Les méthodes de caractérisation chimiques à savoir l'analyse chromatographique, la micro analyse au microscope électronique à balayage (MEB), l'analyse infrarouge à transformée de fourrier (FTIR), l'analyse par diffraction aux rayons X (DRX), l'analyse thermogravimétrique (ATG), l'analyse thermique différentielle (ATD) et l'analyse calorimétrique différentielle (DSC).
- Les méthodes de caractérisation physiques telles que la mesure de la rigidité diélectrique longitudinale et transversale, la mesure du facteur de pertes tg $\delta$  et de la capacité Cx du matériau, la mesure des résistances et des résistivités transversales et superficielles respectivement ( $R_t$ ,  $R_s$  et  $\rho_t$  et  $\rho_s$ ), ceci dans le but de suivre l'évolution du vieillissement des matériaux isolants électriques.

Le troisième chapitre est consacré à l'étude expérimentale qui a pour but d'analyser la perte partielle et totale de la superhydrophobicité de l'isolation en verre recouvert de suie et vieillie électriquement, en fonction de la déclinaison de la surface de l'isolation, ceci sous l'effet des paramètres d'influence suivants : la taille des gouttes d'eau déposées sur la surface superhydrophobe, leur conductivité électrique, leur distribution, et l'état de surface du matériau ; soit le verre vierge, le verre vieilli à l'état propre, le verre pollué avec une solution conductrice et vieilli sous une tension alternative (50 Hz) et de même que le verre recouvert de suie à son état vierge, vieilli propre et vieilli polluée avec une solution conductrice sous tension alternative.

Les résultats de nos travaux sont exposés, interprètes et discutés dans le quatrième chapitre.

Nous avons terminé ce travail par une conclusion générale.

# Chapitre I:

## Etude Bibliographique

#### **I.1 Introduction**

Le présent chapitre fera l'objet d'une étude bibliographique où seront présentés les différentes définitions liées aux matériaux isolants, leurs propriétés et en particulier à la superhydrophobicité et son application dans la technologie des isolateurs électriques.

La nature des surfaces des matériaux peut être hydrophile, superhydrophile, hydrophobe ou superhydrophobe, ce qui destine ces matériaux à des domaines d'application différents plus appropriés. La superhydrophobicité est la propriété recherchée pour le revêtement des surfaces des isolateurs de traversées des lignes moyenne et haute tension pour faire face au problème de pollution auquel sont exposés ces derniers.

Cependant cette propriété se trouve être altérée par le vieillissement de cet équipement sous service. Pour mieux comprendre le comportement de ces matériaux suprahydrophobes et déterminer leurs performances électriques afin de faciliter le dimensionnement des isolateurs et améliorer leur rendement, nous allons exposer les diverses recherches expérimentales menées sur l'étude de cette propriété par des chercheurs à l'échelle mondiale.

#### I.2 Définitions

#### I.2.1 Isolants

Les isolants sont des matériaux ayant une résistivité très élevée : 108 à 1016  $\Omega$ .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 [1].

#### I.2.2 Isolations

En électricité, on dit isolation lorsqu'on parle d'un matériau qui peut empêcher le passage du courant entre deux conducteurs. Le matériau en question est appelé un matériau isolant.

L'isolation auto régénératrice est toute isolation qui peut être remise sous tension immédiatement après claquage. Par contre l'isolation non auto régénératrice, c'est toute isolation qui nécessite une intervention qui immobilise plus ou moins longtemps l'appareil touché [2].

#### **I.2.3 Isolateurs**

L'isolateur est utilisé comme son nom l'indique pour l'isolement entre deux corps ou deux pièces sous différentes tensions pour empêcher les courts circuits, les pertes de courant. L'isolateur est un matériau solide, liquide ou gaz qui a une très grande résistance au passage du courant et dont la conductibilité est pratiquement nulle.

Les isolateurs des lignes aériennes ont deux fonctions principales. D'une part, ils permettent d'isoler électriquement les lignes de transport d'énergie électrique des pylônes mis à la terre, et d'autre part, ils ont un rôle mécanique qui consiste à soutenir ces mêmes lignes et donc résister aux différentes contraintes mécaniques dues surtout au poids de la ligne, son mouvement en présence de vent...[3].

#### I.3 Principaux types d'isolateurs

Nous pouvons distinguer deux principaux types d'isolateurs : les isolateurs rigides et les éléments de chaîne.

#### I.3.1 Isolateur rigide

Un isolateur rigide (**Figure I.1**) est relié au support par une ferrure fixe. Cet isolateur est principalement soumis à des efforts de flexion et de compression, lorsqu'il est placé en position vertical **[4,5]**. Il peut, dans certains cas, être placé horizontalement, voire oblique.

Ce type d'isolateurs est utilisé pour les lignes aériennes qui ne dépassent pas le niveau de tension de 60kV.



Figure I.1 : Vue d'un isolateur rigide en verre.

#### I.3.2 Isolateurs suspendus ou éléments de chaîne

Ils sont constitués par les matériaux isolant et d'une pièce métallique qui sert à réaliser la liaison entre deux isolateurs et à donner une certaine flexibilité à la chaîne d'isolateurs. La chaîne d'isolateurs est montée sur le pylône en suspension soit verticalement (chaîne d'alignement), soit d'une façon horizontale (chaîne d'ancrage) **[6,5]**. Il existe deux types principaux d'éléments de chaîne : les isolateurs à capot et tige, et les isolateurs à long fût.

#### I.3.3 Isolateurs à capot et tige

Chaque élément est constitué d'un capot, d'une partie isolante en forme de jupe et d'une tige. La coupe d'un tel isolateur est schématisée sur la (**figure I.2**) [4]. La forme de la tête est dessinée de sorte que les efforts de traction appliqués à l'isolateur se transforment, autant que possible, en compression des diélectriques sur lesquels apparaissent, toutefois, inévitablement certaines contraintes de cisaillement [7,5].



Figure I.2 : Isolateurs à capot et tige.

#### I.3.4 Isolateurs à long fût

L'isolateur à long fût (**figure I.3**) est constitué d'un bâton cylindrique en céramique, en porcelaine ou en matériaux synthétiques muni d'ailettes, à chaque extrémité duquel est fixée une pièce métallique de liaison. Ils sont utilisés pour les lignes haute tension **[8,7]**. Leur avantage est d'être plus léger que les isolateurs à capot et tige avec un inconvénient de fragilité aux chocs mécaniques.



Figure I.3 : Isolateurs à long fût en céramique.

#### I.4 Matériaux utilisés pour les isolants solides

Nous trouvons plusieurs isolants solides qui peuvent être utilisés pour la fabrication des isolateurs de haute tension comme le verre, la céramique et la porcelaine. Mais durant ces dernières années, la porcelaine est de plus en plus abandonnée à cause de deux inconvénients principaux qui sont : le poids lourd des isolateurs et la difficulté de détection des amorçages.

Ces dernières années on s'intéresse de plus en plus à l'utilisation des isolateurs en matériaux polymères.

#### I.4.1 La céramique

Connues pour leurs performances **[8]**, les céramiques sont développées et fabriquées depuis longtemps déjà. En présence de contraintes mécaniques très importantes, des isolateurs en céramiques à grains très fins sont utilisés. Les céramiques sont souvent retrouvées au niveau des postes : isolateurs supports, couverture isolante des sectionneurs, des disjoncteurs, des transformateurs de potentiel, des bornes de traversées des transformateurs de puissance, etc.



Figure I.4 : Isolateur en céramique.

#### I.4.2 Le verre

En plus d'avoir de bonnes performances électriques, mécaniques et thermique, le verre présente l'avantage d'être transparent, ce qui facilite la détection de défaut. Son bas prix a encouragé l'utilisation des isolateurs en verre en Algérie, aussi bien dans les lignes de transport d'énergie électrique de moyenne tension que de haute tension **[9,5]**. Nous trouvons deux types de verre pour la fabrication des isolateurs : le verre trempé et le verre recuit **[10]**.

#### I.4.2.1 Verres trempé :

Ils consistent à porter la pièce à une température voisine de son point de ramollissement 100°C et à la refroidir brusquement au moyen de jets d'air froid sous pression, ce traitement améliore les qualités mécaniques du verre ainsi que sa tenue aux chocs thermiques en traction environ 5 à 6 fois plus grande que celle du verre recuit et peut changer soudainement la température pouvant atteindre 100°C.

La caractéristique du verre trempé est de rendre visible tout isolateur perforé, ce qui n'est pas des isolateurs à capot et tige en céramique, sous les efforts d'une contrainte électrique trop forte ou même lors d'une défectuosité de l'isolateur.



Figure I.5 : Isolateur en verre trempé.

#### I.4.2.2 Verres recuits

Ils ont été utilisés pour faire des isolateurs rigides, mais on s'est aperçu que les isolateurs un peu épais ne résistaient pas aux variations brusques de température. De plus, le verre recuit ne supporte que des tensions mécaniques relativement faible, ce qui interdit son emploi pour les isolateurs de suspension. On cite aussi les verres sodiques, borosilicate et les polyamides **[11,12]**.



Figure I.6 : Verre recuit.

#### I.4.3 Porcelaine

La porcelaine est constituée par du kaolin et du quartz de première qualité. Ils sont cuits à 1500°C, puis recouverts d'émail au silicate et recuits au four pour obtenir une glaçure à chaud qui le rend imperméable à l'eau [11].

Les propriétés électriques, mécaniques et thermiques sont les suivantes :

- Rigidité diélectrique élevée, 25 à 35 kV/mm ; permittivité relative  $\varepsilon_r = 6$  à 7 ;
- Grande résistivité, environ  $10^{11} \Omega$ . cm à  $20^{\circ}$ C ;
- Manque de pertes électrique en haute fréquence et en haute tension ;
- Résistance mécanique 2500 à 4000 N/mm ;

En plus de ces bonnes caractéristiques, elle est d'une grande résistance aux agents atmosphériques et chimiques, elle n'absorbe pas l'humidité. Elle présente aussi une grande résistance aux températures super élevées sauf qu'au-delà de 300°C ; ces propriétés diélectriques diminuent rapidement.

#### I.4.4 Bakélite

C'est une résine artificielle inventée vers 1909 par le chimiste BAKELAND. On l'obtient sous trois états [12,13].

- La Bakélite A : produite par un chauffage modéré (50°C), et une résine jaunâtre, fondant facilement dans l'alcool méthylique.
- La Bakélite B : C'est de la bakélite A transformée par un chauffage prolongé vers (110°C) ; elle est solide, friable, insoluble dans les dissolvants usuels.

• La Bakélite C : s'obtient vers (180° C) ; elle est insoluble, dure infusible et supporte sans se décomposer une température de 300°C ; elle n'est pas attaquée par l'oxygène, l'ozone et les acides usuelles.

#### I.4.5 Silicone

La silicone est une substance synthétique à base de silicium et d'oxygène formant une quantité particulière de plastique. Les silicones, ou polysiloxanes, sont des polymères inorganiques formés d'une chaîne silicium oxygène (...-Si O Si O Si O- ...) sur laquelle des groupes se fixent sur les atomes de silicium.

Certains groupes organiques peuvent être utilisés pour relier entre elles plusieurs de ces chaînes Si-O. le type le plus courant est le polydiméthylsiloxane linéaire ou PDMS. Le silicium étant présent en proportion suffisante pour affecter les propriétés du produit de façon sensible.

Les silicones sont d'excellents isolants pour les applications hautes et moyenne tension en raison de leur structure moléculaire. Par exemple, les isolateurs en silicone recouverts d'une couche de pollution présentent une résistance aux courants de cheminement plus haut que les modèles en porcelaine, en verre ou en EPDM. Les décharges électriques sont évitées même dans des conditions de pollution extrêmes.

Mais leurs avantages ne se limitent pas aux isolateurs. Aujourd'hui, on utilise les silicones isolants dans toutes les applications MT et HT exigeant une super sécurité de fonctionnement et une grande longévité, par ex. dans les transformateurs, sous forme d'huile, ou dans les extrémités de câbles haute tension **[14]**.

#### I.4.6 Les matériaux synthétiques

Les isolateurs en matériaux synthétiques sont composes d'un centre en fibres de verre imprégnées d'une résine et d'un revêtement à ailettes de type élastomère. Leur avantage réside dans leur légèreté et leur grande résistance mécanique.

Ils ont de bonnes propriétés hydrophobes et peuvent être utilisés dans des conditions de pollution très sévères.

L'inconvénient de ces isolateurs est le vieillissement sous l'effet des différentes contraintes auxquelles ils sont soumis (électriques, mécaniques, atmosphériques, etc.)[15].



Figure I.7 : Isolateur composite.

#### I.5 Caractéristiques d'un isolateur

- Le pas P: C'est la distance séparant deux parties homologues de deux isolateurs consécutifs dans une chaîne. La détermination de ce paramètre nous permet donc de connaître la longueur d'une chaîne ayant un nombre donné d'isolateurs.
- La ligne de fuite L<sub>f</sub>: C'est la plus courte distance, suivant les contours de la surface extérieure des parties isolantes, mesurée entre les parties métalliques.
- La ligne de contournement L<sub>c</sub>: C'est la distance la plus courte dans l'air entre deux parties conductrices.



Figure I.8: Les caractéristiques d'un isolateur.

#### I.6 Quelques définitions concernant les isolateurs

#### I.6.1 Contournement

Le phénomène de contournement est une décharge disruptive accompagnée d'étincelles qui se déplacent sur l'interface de l'isolateur, d'une électrode vers une autre et finir par la formation d'un pont conducteur entre ses deux électrodes **[4,8]**.

### **Chapitre I :**

#### I.6.2 Tension de contournement

La tension de contournement est le niveau de tension le plus bas à partir duquel tous les arcs joignent les deux électrodes. La tension de contournement dépend :

- De la résistivité volumique moyenne de la pollution.
- de la répartition de la couche de pollution.
- de la longueur de l'isolateur.
- du profil de l'isolateur.

#### I.6.3 Tension de tenue

C'est le niveau de tension le plus important, que peut supporter une isolation sans provoquer de décharge disruptive [6].

#### I.6.4 Courant de fuite

C'est un courant de faible amplitude, circulant à travers la couche polluante le long de la surface de l'isolateur, son intensité devient importante lorsqu'on s'approche de la tension de contournement.

Il dépend de plusieurs facteurs tels que la nature de la couche polluante et de la longueur de la ligne de fuite. Dans les conditions de forte humidité, la dissolution des sels contenus dans la couche polluante, provoque la formation d'une couche électrolytique **[19]**.

#### I.7 Propriétés électriques importantes d'un isolant

Une propriété d'un matériau est définie comme étant la mesure d'un comportement par un essai [2]. C'est grâce aux propriétés que les matériaux sont choisis pour une utilisation donnée. Parmi ces propriétés électriques importantes:

#### I.7.1 Résistivité

On peut distinguer trois types [2]:

#### I.7.1.1 Résistivité superficielle (R<sub>s</sub>)

C'est la résistance qui intervient entre deux conducteurs sur une même surface isolante. C'est une notion qui fait intervenir outre la qualité du matériau, le dépôt d'une mince couche conductrice (humide ou autre) à travers laquelle s'effectue en tout ou en partie la conduction.

#### I.7.1.2 Résistance transversale (R<sub>t</sub>)

Elle est déterminée en appliquant un champ électrique perpendiculaire à la surface d'une éprouvette et en mesurant le courant transversal qui résulte de l'application de ce champ ; elle est relative aux propriétés internes du matériau.

#### I.7.1.3 Résistance d'isolement (R<sub>i</sub>)

Elle fait intervenir à la fois la résistance transversale et la résistance superficielle d'un matériau, d'une façon représentative des conditions pratiques d'emploi des matériaux.

#### I.7.2 Rigidité diélectrique

C'est la valeur ou le champ électrique d'un milieu isolant qui forme un arc électrique ou bien un claquage, elle est aussi connue sous le nom court-circuit. Par rapport aux positions relatives de la direction du champ électrique et des surfaces principales de l'isolant, la rigidité diélectrique peut être transversale ou longitudinale. Elle dépend de:

-La fréquence, la forme et la durée d'application de la tension, La température, la pression et l'humidité de l'atmosphère ainsi que de la présence d'impuretés dans l'isolant (bulles d'air, humidité, ...) **[16]**.

#### I.7.3 Permittivité relative

Lorsqu'un diélectrique est soumis à l'action d'un champ électrique, il se produit à l'échelle moléculaire diverses modifications qui ont pour effet de créer un champ électrique propre (**E**<sub>P</sub>) à l'intérieur de la substance (figure **I.9**). Ce dernier s'opposant au champ électrique (**E**<sub>e</sub>) extérieur appliqué. Cette caractéristique des isolants solides et liquides porte le nom de la permittivité relative $\varepsilon_r$  [2].



Figure I.9: Champ électrique propre à l'intérieur d'un matériau isolant sous tension.

#### I.7.4 Facteur de pertes

Tout isolant soumis à un champ électrique alternatif est traversé par des courants de conduction et d'absorption qui donnent lieu à des pertes diélectriques. Le diélectrique réel

### **Chapitre I :**

peut être représenté par les schémas équivalents suivants (figure **I**.10). Le courant total qui traverse l'ensemble du circuit est déphasé en avance sur la tension d'un angle  $\varphi < \pi/2$ . Son complément  $\delta$  est appelé angle de pertes. La tangente de cet angle tg  $\delta$  est appelée facteur de dissipation (ou de pertes) [17].



Figure I.10 : Circuit électrique équivalent série et parallèle.

#### I.8 Superhydrophobicité

Les matériaux superhydrophobes sont une catégorie des matériaux hydrophobes ayant un angle de contact supérieur à 150° **[21]**. On dit qu'une surface est superhydrophobe si et seulement si une goutte d'eau reposant sur cette surface atteint un angle de contact d'au moins 150°.

Pour cela une surface doit posséder deux caractéristiques: premièrement son matériau de surface est apolaire, dans un second temps sa texture de surface réalise le modèle Cassie [23].

#### I.8.1 Propriétés superhydrophobe

#### I.8.1.1 Définition de la mouillabilité

La mouillabilité caractérise la facilité avec laquelle une goutte de liquide s'étale sur une surface solide. Elle dépend de l'angle de contact que forme une goutte d'eau déposée sur cette dernière.

Lorsque l'on dépose une goutte de liquide sur une surface solide parfaitement lisse et horizontale du point de vue chimique, cette goutte adopte à l'équilibre une forme particulière (habituellement une calotte sphérique) définie par un angle de contact  $\theta$  qui caractérise les interactions entre le liquide et le solide (figure **I.11**).



Figure I.11: Représentation de l'angle de contact à l'équilibre.

L'équilibre thermodynamique du point M sur la ligne triple solide-liquide-vapeur s'exprime par l'équation de Young reliant les énergies de surface (Équation I.1).

$$\cos\theta_e = \frac{\gamma_{SV} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LV}} \qquad (\acute{E}quation \ I.1)$$

- $\gamma_{SV}$ : est la tension superficielle solide-vapeur (Nm<sup>-1</sup>).
- $\gamma_{SL}$  : est la tension superficielle solide-liquide (Nm<sup>-1</sup>).
- $\gamma_{LV}$ : est la tension superficielle liquide-vapeur (Nm<sup>-1</sup>).

L'équation de Young ne peut s'appliquer que dans le cas des surfaces parfaitement lisses, sans porosité ni rugosité et totalement homogènes.

Généralement, on définit la mouillabilité d'un matériau en considérant l'angle de contact qu'a ce matériau avec une goutte d'eau. Lorsque cet angle est supérieur à 90°, la surface est hydrophobe et lorsqu'il est inférieur à 90°, la surface est hydrophile.

On voit donc l'eau s'étaler sur une surface hydrophile et conserver une forme beaucoup plus sphérique sur une surface hydrophobe.

Au-delà de 150°, la surface est dite superhydrophobe. La (Figure **I.12**) donne un aperçu du profil d'une goutte d'eau sur différents substrats solides.


Figure I.12 : Les différents états de la mouillabilité.

# I.8.1.2 Non mouillabilité

La non-mouillabilité désigne la capacité de la surface d'un matériau à ne pas pouvoir créer des liaisons d'hydrogène avec une goutte d'eau, c'est ce qui l'empêche de s'étaler sur la surface [20].

# I.8.1.3 Angle de contact

On appelle angle de contact  $\theta$ , l'angle que forme la goutte d'eau avec la surface sur laquelle elle est déposée. Ses valeurs varient de 0 à 180°, en fonction de la nature de la surface (superhydrophile, hydrophile, hydrophobe, superhydrophobe) avec laquelle elle est en contact (figure **I.13**) [21].



Figure I.13 : Comportement d'une goutte sur une surface [22].

# I.8.2 Modèles de surfaces superhydrophobes

D'après la littérature, il existe deux modèles permettant de décrire l'influence de la morphologie des surfaces texturées sur le mouillage. Par exemple, le modèle de Wenzel considère une surface rugueuse imprégnée par le liquide et le modèle de Cassie-Baxter modélise le mouillage d'un substrat rugueux lorsque le liquide n'envahit pas la rugosité.

Le modèle de Wenzel est le plus souvent appliqué dans le cas de surfaces texturées physiquement, et celui de Cassie-Baxter pour celles texturées chimiquement. On arrive parfois à combiner ces deux modèles et avoir des surfaces composites **[24,25]**.

#### I.8.2.1 Selon Wenzel (1936)

Est supposé que la goutte posée épouse la rugosité du solide (Figure **I.14.a**), cela revient à considérer que les énergies en jeu pour les surfaces solide/vapeur et solide/liquide sont  $g\gamma_{SV}$  et  $g\gamma_{SL}$ , en notant g la rugosité, rapport de la surface réelle du matériau sur sa surface apparente (g > 1). On en déduit que l'angle apparent  $\theta^*$  de la goutte s'écrit, en fonction de l'angle de Young  $\theta_e$  (Équation I.2).

La relation de Wenzel est la suivante [24]:

# $\cos \theta^* = g \cos \theta$ (Équation I.2)

#### **I.8.2.2 Selon Cassie (1944)**

Le liquide risque de ne pas se conformer à un solide pour lequel il n'a pas d'affinité. Il reposera plutôt sur les sommets de ces aspérités, en laissant de l'air en dessous de lui (Figure **I.14.b**). En raisonnant sur le cas simple d'une structure crénelée, on voit que la base d'une telle goutte touchera le solide sur la fraction  $\varphi_s$  de surface occupée par le sommet des créneaux, et l'air sur la fraction  $(1 - \varphi_s)$ , les angles sur ces deux milieux sont  $\theta$  et 180°, et l'angle observé sera une moyenne entre ces deux valeurs (qui s'obtient via les cosinus de ces angles, comme nous l'apprend la relation de Young)(Équation I.3). On trouve ainsi pour l'angle apparent sur une telle surface composite [25]:

$$\cos \theta^* = \varphi_s \cos \theta_e - (1 - \varphi_s) \qquad (Équation I.3)$$



**Figure I.14:** Schéma de gouttes sur des surfaces superhydrophobes dont la rugosité est faite de piliers micrométriques, en état Wenzel (a) et en état Cassie-Baxter (b).

#### I.8.3 Techniques de préparation de surfaces superhydrophobes

Plusieurs méthodes existantes dans la littérature ont été utilisées par des chercheurs afin de produire ce type de surface :

#### I.8.3.1 Dépôt par vapeur chimique

Le procédé de cette technique consiste à exposer un substrat à une vapeur chimique produisant un certain dépôt désiré qui se décompose ou réagis à la surface. C'est une méthode assez couteuse, du fait qu'elle nécessite une chambre qui contrôle la pression et la température **[26]**.

#### I.8.3.2 Dépôt électrochimique

Cette méthode consiste à déposer deux substrats dans un liquide, l'un est considéré anode tandis que l'autre joue le rôle d'une cathode. Certains composés sont déposés sur les surfaces, leur nature ainsi que leur forme dépendent du substrat (anode ou cathode) **[27]**.

#### I.8.3.3 Photolithographie

Ce procédé permet d'obtenir des topographies continues. Il consiste à enduire une surface d'un film mince de photo résine ou de polymère, puis la radier avec un faisceau lumineux de haute précision. Cette méthode est utilisée en électronique **[28]**.

# I.8.3.4 Techniques utilisant le plasma

Le plasma peut être utilisé comme étant une technique de déposition (les ions déposent ceux pris dans un bain de vapeurs chimiques sur la surface) ou d'arrachement de matière, ce dernier est généralement utilisé en nano-fabrication des surfaces **[29]**.

# **Chapitre I :**

# **I.8.4 Domaines Applications**

Cette propriété confère de multiples applications. Nous avons sélectionné les trois principales : l'autonettoyant, l'antibuée et l'anti-pluie. Toutes trois découlent de la propriété précédemment vue : l'extrême mobilité de l'eau. Nous pouvons soit les observer dans la nature soit les expliquer physiquement. Toutes les autres applications possibles résultent de celles-ci **[30,31]**.

## L'antibuée

Une des applications de la super-hydrophobie est l'antibuée.

La buée est un dépôt de fines gouttelettes d'eau – qui mesurent entre 1 et 10 micromètres et qui sont un million à un milliard de fois plus petites que les gouttes d'eau-formées par la condensation.

L'antibuée d'une surface hydrophobe s'explique par la structure de cette surface composée de milliers d'aspérités et par l'énergie de surface créée lors du contact de deux gouttes pour n'en former qu'une seule.

Dans notre vie quotidienne, l'antibuée est utilisée pour les verres de lunettes. Une fine couche de produit hydrophobe est appliquée sur les verres, les gouttes ne peuvent donc pas s'empaler : il n'y a pas création de buée.

# L'anti pluie

Une autre application des surfaces superhydrophobes et hydrophobes est le fait qu'elles sont anti pluie. En effet, les gouttes mesurent entre un et deux millimètres, elles sont plus grandes que les aspérités de la surface. De ce fait, les gouttes de pluie ne peuvent pas s'empaler et la surface n'est pas mouillée.

Cette application pourra voir le jour sur des routes. Cela réduirait considérablement le nombre de mort sur la route. En effet, ces dernières seraient toujours sèches, les véhicules ne pourront pas glisser.

# L'autonettoyant

Une surface superhydrophobe permet donc à une goutte d'eau d'être extrêmement mobile et ainsi de ne pas s'étaler sur la surface et ne pas y laisser de traces. Cette propriété est particulièrement utilisée pour les pare-brises par Saint-Gobain par exemple. Enfin cette mobilité extrême donne à la surface superhydrophobe un caractère autonettoyant puisque l'eau en grande quantité emporte les saletés présentes sur la surface. Cette propriété est visible avec une forte pluie par exemple sur tout type de surface superhydrophobe que ce soit du verre, du plastique, du textile...

# I.8.5 Modes de vieillissements

# I.8.5.1 Le vieillissement physique

Il se manifeste de plusieurs manières et il peut avoir lieu avec ou sans transfert de matière. L'interaction physique se traduit généralement par la plastification et le gonflement du matériau.

La plastification apparait lorsque les molécules de solvant s'introduisent dans le réseau macromoléculaire, ce qui provoque des désordres qui affaiblissent ou détruisent les liaisons secondaires entre les chaînes de polymères responsables de la cohésion du matériau.

L'infiltration du solvant au sein du matériau peut induire également des phénomènes de gonflement entraînant des changements de structure interne, lorsqu'il existe des zones hétérogènes qui induisent des contraintes entre des zones plus ou moins gonflées.

#### I.8.5.2 Le vieillissement chimique

Il se manifeste principalement par des phénomènes d'hydrolyse, d'oxydation ou de diffusion qui peuvent mener à un changement de la composition chimique du revêtement. Usuellement, les phénomènes de vieillissement chimique des revêtements à base de polymère peuvent être influencés par de nombreux facteurs tels que le poids moléculaire, l'épaisseur, la composition chimique, la structure et la conformation du polymère, mais aussi par le milieu de vieillissement et ses conditions (température, pH, présence d'ions...).

Il existe plusieurs tests de vieillissement ou de stabilité qui peuvent permettre d'évaluer la durabilité d'un revêtement superhydrophobe **[34]**.

# I.8.5.3 Le Vieillissement électrique

#### I.8.5.3.1.Généralités

Lors de contraintes dues à l'application d'un champ électrique, plusieurs modes de vieillissement peuvent apparaître. On distingue deux type de vieillissements : le vieillissement extrinsèque, qui se fait à une tension supérieure à la TADP et donc sous DP, du vieillissement intrinsèque, lié à l'injection et au déplacement de charges ainsi qu'à la présence de dipôle permanent.

Dans le premier cas, les décharges électriques répétées dégradent progressivement le matériau et finissent par provoquer sa perforation. Dans le second cas, dans certaines conditions (typiquement champ électrique continu de plusieurs dizaines de kV/mm), l'injection de charges d'espace peut conduire à des renforcements locaux de champ électrique à l'origine d'arborescences électriques et finalement de ruptures d'isolation [**32**].

#### I.8.5.3.2 Causes de dégradations

Les phénomènes suivants, agissant aux niveaux macroscopique et microscopique, induisent dans la matière des modifications irréversibles qui contribuent rarement à en améliorer les performances électriques :

- Sous l'effet des contraintes électriques, un champ électrique permanent déforme les molécules ou les chaînes des polymères, conduisant à la rupture d'une certaine partie d'entre elles.
- Les champs électriques transitoires peuvent entrer en résonance avec l'un des mécanismes de polarisation, induisant un transfert d'énergie important entre le champ et le matériau qui détruit des liaisons chimiques.
- Les courants transitoires survenant lors de court-circuites engendrent des contraintes mécaniques violentes par le jeu des forces de Laplace.
- À cela s'ajoute des contraintes climatiques (variations et non-uniformité de la température, induisant des contraintes mécaniques, humidité, brouillard salin, érosion par le vent et les poussières qu'il transporte) et aussi biologiques (développement de moisissures ou de champignons).

#### I.8.5.3.3 Conséquence des dégradations

Différents paramètres caractéristiques du comportement électrique d'un isolant trahissent un vieillissement du matériau :

- La résistance d'isolement diminue (pollution de surface, pénétration d'eau dans les solides, augmentation de la concentration d'humidité dans les huiles).
- La capacité diminue et le facteur de pertes augmente (dans les isolations en couches: certaines couches ne sont plus isolantes).
- L'indice de polarisation diminue (le courant de conduction devient prépondérant par rapport au courant d'absorption).
- La rigidité diélectrique diminue (apparition de pointes par corrosion, décollement entre l'isolant et les électrodes, bulles, etc.)
- Le taux de décharges partielles augmente (la taille des cavités augmente).

D'une manière générale, le contrôle de l'état de l'isolation peut se faire de deux manières:

- <u>par diagnostic :</u> l'équipement est mis hors tension et soumis à des tests in situ ou/et en laboratoire.
- <u>par surveillance continue (monitoring)</u> : les caractéristiques de l'isolation sont mesurées en permanence durant le fonctionnement de l'équipement.

#### I.8.5.4 Vieillissement accéléré

Afin de prévoir la durée de vie d'un composant en service normal, on procède à des essais de vieillissement accéléré. Dans un tel test, l'isolant est soumis à une contrainte de différents niveaux tous supérieurs à celui qui correspond au service normal, et cela jusqu'à une dégradation jugée limite qui définit du même coup sa durée de vie pour la contrainte en question.

Cette procédure permet d'établir une relation empirique entre le niveau de contrainte et la durée de vie. Grâce à cette relation, il sera possible d'évaluer la durée de vie pour la contrainte correspondant au service normal. En pratique, les expériences doivent être réalisées pour des combinaisons de contraintes : température et variation de température, humidité, nombre de phénomènes transitoires (foudre, manœuvre), etc. Le modèle de vieillissement devient alors d'autant plus complexe et sujet à caution, particulièrement lorsque les résultats présentent une forte dispersion statistique. Par

# Chapitre I :

ailleurs, l'augmentation de la contrainte peut conduire à des effets de seuil n'ayant rien à voir avec une accélération du vieillissement **[33]**.

# I.9 Mesures électriques

Pour voir l'effet de ce vieillissement électrique sur le matériau, nous avons procédé, avant et après vieillissement, à la mesure de quelques grandeurs électriques à savoir **[35]**:

- la résistance transversale R<sub>t</sub> ;
- la résistivité transversale  $\rho_t$ ;
- la résistance superficielle R<sub>s</sub> ;
- la résistivité superficielle  $\rho_s$ ;
- la rigidité diélectrique longitudinale E<sub>1</sub> ;
- la capacité  $C_x$ ;
- le facteur de perte tg  $\delta$ ;

# I.10.Conclusion

Dans ce chapitre, nous nous sommes intéressés aux principales caractéristiques des différents états de la mouillabilité et les angles de contacts, il en ressort que les surfaces superhydrophobes peuvent être considérés comme une meilleure solution pour l'isolation HT, en raison de leur caractéristique de non muabilité. Par exemple, ces isolateurs recouverts d'une couche de pollution présentent une résistance aux courants de court-circuit plus élevée que les modèles hydrophobe et hydrophile. Dans ce cas, la formation et la propagation des décharges électriques est difficile même dans des conditions de pollution extrêmes.

# Chapitre II:

# Méthodes de diagnostic

# **II.1 Introduction**

Dans cette partie du mémoire, nous avons présenté plusieurs méthodes de diagnostic des matériaux diélectriques, notamment :

Les méthodes de caractérisation chimiques : L'analyse chromatographique, la micro analyse au microscope électronique à balayage (MEB), l'analyse infrarouge à transformée de fourrier (FTIR), l'analyse par diffraction aux rayons X (DRX), l'analyse thermogravimétrique (ATG), l'analyse thermique différentielle (ATD) et l'analyse calorimétrique différentielle (DSC).

Les méthodes de caractérisation physiques : Mesure de la rigidité diélectrique longitudinale et transversale, mesure du facteur de pertes  $tg\delta$ , mesure des résistances et des résistivités transversales et superficielles respectivement ( $R_t$ ,  $R_s$  et  $\rho_t$  et $\rho_s$ ).

Dans le but de suivre l'évolution du vieillissement des matériaux isolants électriques, ces analyses peuvent être effectuées parallèlement au vieillissement du matériau pour connaitre à tout moment son état.

# II.2 Méthodes de diagnostic des matériaux diélectriques

# **II.2.1** Caractérisations chimiques

Une série d'analyses chimiques peut être réalisée pour déterminer l'état d'un matériau (aussi bien sa jeunesse, que son vieillissement au cours de sa mise sous service). Celles-ci permettent de lever le voile sur ce qui pourrait être produit à l'échelle microscopique lors d'un éventuel vieillissement ou voire l'impact de certains facteurs externes (à l'exemple de la pollution) sur la morphologie et la structure moléculaire du matériau.

Les plus intéressantes d'entre elles sont: l'analyse chromatographique, l'analyse morphologique de surface et la micro analyse au microscope électronique à balayage(MEB), l'analyse infrarouge à transformée de fourrier (FTIR), l'analyse par diffraction aux rayons X (DRX), l'analyse thermogravimétrique (ATG), l'analyse thermique différentielle(ATD) et l'analyse calorimétrique différentielle (DSC) [**35**].

# **II.2.1.1** Chromatographie

La chromatographie est une méthode séparative qui permet l'identification et le dosage des différents composés d'un mélange. Le principe est basé sur les différences

d'affinité des composés du mélange avec la phase stationnaire et la phase mobile. Le chromatogramme traduit la variation du soluté dans l'éluant en fonction du temps **[36,37]**.

# II.2.1.2 Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une analyse qui permet de voir clairement les modifications opérées dans la structure du matériau, ceci, d'une part, par une analyse de surface permettant la prise de photos de la morphologie du matériau avec un agrandissement pouvant aller à plus de 5000 fois, et la détermination des éléments chimiques existants dans le mélange qui constitue l'échantillon ainsi que leurs taux, par la microanalyse.

Son principe de base est décrit comme suite :

Un faisceau très fin d'électrons, monocinétique, balaie la surface d'un échantillon où se produisent des interactions détectées par un capteur qui contrôle la brillance d'un oscilloscope cathodique dont le balayage est synchronisé avec celui du faisceau d'électrons, on peut ainsi comparer le MEB à un système de télévision en circuit fermé.

La figure (II.1) illustre le schéma de principe d'un microscope électronique à balayage.



Figure II.1 : Schéma de principe d'un microscope électronique à balayage [38].

# La micro-analyse :

La microanalyse à essentiellement pour but d'établir la composition chimique d'une très petite région d'un échantillon solide. Cette analyse « ponctuelle », étendue de proche en proche, permet de relever les variations locales de concentration de l'un quelconque des éléments constituants et, par conséquent, d'établir une carte donnant la distribution de cet élément au sein de l'échantillon **[39,40]**.

# II.2.1.3 Spectre infrarouge à transformée de fourrier (FTIR)

La spectroscopie infrarouge est un moyen de diagnostic permettant de déterminer la nature des liaisons chimiques présentes dans une molécule. En effet, l'expérience montre que certaines fréquences de vibration, dites " fréquences de groupe" sont caractéristiques de la présence d'un groupement chimique dans la molécule étudiée. La spectroscopie infrarouge est un très puissant moyen de caractérisation pour identifier des groupements moléculaires et obtenir de nombreuses informations microscopiques sur leur formation et leurs éventuelles interactions.

Dans le cas des polymères, la méthode infrarouge peut nous renseigner, d'une manière quantitative, sur la concentration en polymère dans un mélange ou en copolymère, concentration en aditif ou en impureté dans un polymère **[41,42]**.

# II.2.1.4 Diffractométrie des rayons X (DRX)

La diffractométrie des rayons X est une méthode d'analyse utilisée pour identifier les phases cristallisées présentes dans un matériau, sa nature et sa structure, par comparaison automatisée avec un fichier de références [41, 42, 43].

C'est une méthode d'analyse de phases non destructive, qui permet de distinguer les produits amorphes, des produits cristallisés (minéraux, métaux, céramiques). Elle permet également d'étudier les conditions de formation de phases, leur évolution en fonction de la température ou de l'atmosphère, donc de connaître le comportement d'un matériau dans les conditions d'utilisation telles que la température, le balayage gazeux, etc.

# II.2.1.5 Analyse thermogravimétrique (ATG)

L'analyse thermogravimétrique (ATG), en anglais thermogravimétric analysis (TGA), est une technique d'analyse qui consiste en la mesure da la variation de masse d'un échantillon en fonction de la température. Une telle analyse suppose une bonne précision pour les trois mesures: poids, température et variation de température.

L'ATG permet de déterminer la caractéristique des matériaux tels que les polymères, et aussi d'estimer la cinétique d'oxydation en corrosion à haute température.

# II.2.1.6 Analyse thermique différentielle (ATD)

Cette analyse permet d'étudier la différence de température entre un échantillon en cours d'étude et un échantillon de référence, les deux échantillon subissent donc un programme de température préalablement fixés, les signaux positif correspondent à une transformation avec libération d'énergie «chaleur » : réaction exothermique.

Des signaux négatifs signifient une consommation d'énergie: réaction endothermique, la différence de température T entre l'échantillon étudie et l'échantillon de référence est amplifiée et enregistrée en fonction du temps ou de la température.

# II.2.1.7 Calorimétrie différentielle à balayage(DSC)

La DSC (Differential Scanning Calorimetry) est une méthode permettant de déterminer les caractéristiques thermiques des matériaux. La mesure qu'elle nous donne est le flux thermique nécessaire pour que la température de l'échantillon augmente ou diminue à une vitesse choisie. Ce flux thermique est directement proportionnel à la capacité calorifique du matériau à une température donnée **[36]**.

# **II.2.2 Caractérisations physiques**

# II.2.2.1 Rigidité diélectrique

La rigidité diélectrique d'un isolant est la tension qui provoque la perforation d'un centimètre d'épaisseur de l'isolant. Elle s'évalue par l'intensité du champ électrique, auquel il faut soumettre le matériau pour qu'il en résulte une perforation qui le rende inapte à remplir ultérieurement sa fonction. De façon pratique, la rigidité diélectrique est définie comme étant le rapport entre la tension à laquelle se produit une perforation dans les conditions d'essais spécifiées et la distance entre les deux électrodes auxquelles est appliquée la tension. La rigidité diélectrique est donnée par l'expression de l'équation (**II.1**).

$$E_d = \frac{u}{d} (kV/cm)$$
 (Équation II.1)

U : tension électrique à laquelle se produit une perforation (claquage) ;

d : distance inter-électrodes.

# II.2.2.1.a) Mesure de la rigidité diélectrique

L'essai de rigidité diélectrique est destiné à éprouver les éléments isolants des composants et des différents sous-ensembles constituant un équipement électrique, et à vérifier que les lignes de fuite entre points et entre points et la masse sont convenablement dimensionnées suivant la technologie employée.

L'essai de rigidité diélectrique consiste à appliquer une tension (continue ou alternative) entre deux points du système (ex : l'air ou autres matériaux isolants) et vérifier qu'il n'y a pas un courant de fuite supérieur à la valeur nominale admissible due à des phénomènes de claquage ou de décharges disruptives. La sanction de défaut est déterminée par l'analyse de la forme, de l'amplitude et du temps de maintien du courant fourni par le générateur à l'élément en teste et par comparaison avec une consigne déterminée **[45]**.

# II.2.2.1.b) Rigidité diélectrique longitudinale

Elle dépend de peu de la nature de l'isolant mais beaucoup plus de son état sec et propre. En effet dans la plus part des cas, l'amorçage ou décharge entre deux conducteurs se produit d'abord dans le milieu ambiant ou voisinage de la surface du solide. Elle est obtenue entre deux conducteurs situés sur une même surface.

La rigidité diélectrique longitudinale d'un matériau isolant est déterminée lorsque la décharge s'opère entre deux conducteurs plans (électrodes planes) situés sur une même surface de cet isolant. La rigidité longitudinale est alors donnée par la relation (équation **II.2**).

$$E_1 = \frac{U_{contournemnt}}{d} (kV/cm)$$
 (Équation II.2)

La Figure (**II.2**) illustre le schéma de principe de la mesure de la tension de contournement d'une surface isolante.





SG : Appareil de commande automatique et manuelle de la tension.

**Tr** : Transformateur haute tension.

V : Voltmètre de crête.

Oe: Objet d'essai.

#### II.2.2.1.c) Rigidité diélectrique transversale

C'est celle pour laquelle le champ électrique appliquées perpendiculaire à la surface principale du matériau. La rigidité diélectrique transversale d'un matériau isolant est obtenue entre deux conducteurs plans (électrodes planes) située de part et d'autre des surfaces de cet isolant. La rigidité diélectrique transversale dépend de la nature de l'isolant. La tension de perforation de l'épaisseur de l'isolant est mesurée, pour une distance inter électrodes (épaisseur de la plaque isolante), par la montée rapide de la tension jusqu'à perforation de l'isolant. La rigidité diélectrique transversale est alors déterminée par la relation (**II.3**).

$$E_t = \frac{U_{Perforation}}{d} (\text{KV/cm}) \qquad (\text{Équation II.3})$$

La Figure (**II.3**) illustre le schéma de principe de la mesure de la tension de perforation de l'isolant.



Figure II.3 : Circuit de mesure de la tension de claquage d'un matériau isolant.

- SG : Appareil de commande automatique et manuelle de la tension
- $\mathbf{Tr}$ : Transformateur haute tension
- V : Voltmètre de crête

**Oe**: Objet d'essai

## II.2.2.2 Facteur de perte, capacité et permittivité

#### II.2.2.2.a) Mesure du facteur de pertes tg $\delta$ par la méthode du pont de Schering

Le pont de SCHERING (Figure **II.4**) permet la mesure de la capacité et du facteur de perte d'isolation (condensateur, câbles, isolateurs, bornes de traversées, isolants, etc.) en tension alternative **[45, 46, 47, 48]**.



Figure II.4 : Schéma de principe du pont de Schering.

• Impédance de branche : L'impédance de l'objet d'essais.

 $Z_x = R_x + \frac{1}{JC\omega_x}$  (Équation II.4)  $Z_x = \frac{1}{JC\omega_x} (1 + jtg\delta_x)$  (Équation II.5)

Avec :

$$tg\delta_x = \omega R_x \cdot C_x$$
 (Équation II.6)

$$Z_N = \frac{1}{JC_N\omega} \qquad (Équation II.7)$$

 $Z_N$ :Impédance de la capacité étalon de facteur de perte faible.

$$Z_3 = R_3$$
 (Équation II.8)

$$Z_4 = \frac{R_4 \cdot (\frac{1}{J\omega C_4})}{R_4 + \frac{1}{JC\omega_4}}$$
 (Équation II.9)

A l'équilibre :  $I_G = 0$ 

D'où

$$Z_x \cdot Z_4 = Z_N \cdot Z_3 \qquad (Équation II.10)$$

En remplaçant les expressions des impédances et en égalant les parties réelles et imaginaires, on trouve :

$$C_x = \frac{R_4}{R_3} \cdot C_N$$
 (Équation II.11)

$$tg\delta_x = \omega \cdot R_x \cdot C_x = \frac{\omega \cdot R_3 \cdot C_x \cdot C_4}{C_N}$$
 (Équation II.12)

$$tg\delta = \omega \cdot R_3 \cdot C_4 \qquad (Équation II.13)$$

• Mesure de constante diélectrique  $\varepsilon_r$ :

$$C_x = \varepsilon_r \cdot C_0 \rightarrow \varepsilon_r = \frac{c_x}{c_0}$$
 (Équation II.14)  
 $C_x = \varepsilon_0 \cdot \frac{s}{a}$  (Équation II.15)

D'où

$$\varepsilon_r = \frac{R_4}{R_3} \cdot C_N \cdot \frac{a}{\varepsilon_0 \cdot S}$$
 (Équation II.16)

• Le pont à transformateur différentiel [49] : La capacité  $C_x$  et  $C_N$  sont placées dans la branche H.T. La branche basse tension est remplacée par les bobinages  $\omega_1$  et  $\omega_2$  du transformateur, le troisième bobinage du transformateur est connecté à l'indicateur zéro.

Le pont est en équilibre si :

$$C_x = \frac{\omega_1}{\omega_2} \cdot C_N$$
 (Équation II.17)

Le nombre de spire du bobinage et fixé à 4 positions de sorte que le rapport à choisir soit de : 0.1 ; 1 ; 10 ou 100. Le bobinage  $\omega_2$  donne des positions de réglage variables.



Figure II.5 : Schéma de principe du pont de Schering à transformateur différentiel.

Pour déterminer  $\mathbf{tg}\boldsymbol{\delta}$ , des résistances et des capacités variables sont ajoutées au pont. Le facteur de perte est donné par :  $\mathbf{tg}\boldsymbol{\delta} = \boldsymbol{\omega} \cdot \boldsymbol{C} \cdot \boldsymbol{R}$ . Le réglage de  $\boldsymbol{C}$  et  $\boldsymbol{R}$  donne la valeur de  $\mathbf{tg}\boldsymbol{\delta}$ à 50 ou 60 *Hz*.

# II.2.2. 3 Résistance et résistivité

# II.2.2. 3.a) Mesure de la résistance transversale

La résistance transversale  $\mathbf{R}_t$  mesurée entre deux électrodes appliquées sur deux facesopposées d'un échantillon, est le quotient de la tension continue appliquée aux électrodes par la partie du courant qui traverse l'isolant ente ces électrodes.



Figure II.6 : Schéma de mesure de la résistance transversale.

#### II.2.1. 3.b) Mesure de la résistivité transversale

La résistivité transversale d'un matériau  $\rho_t$  est le quotient du gradient du potentiel par densité du courant qui le traverse [50], ce qui donne :

$$\rho_t = S_t \cdot \frac{R_t}{d} \qquad (Équation II.18)$$

D'où

$$S_t = \frac{\pi D_0^2}{4}$$
 (Équation II.19)  
$$D_0 = \frac{D_1 + D_2}{2}$$
 (Équation II.20)

# II.2.1. 3.c) Mesure de la résistance superficielle

La résistance superficielle  $\mathbf{R}_s$  mesurée entre deux électrodes appliquées sur la même face d'un échantillon est le quotient de la tension continue appliquée aux électrodes par la partie du courant à travers la mince couche d'humidité (pollution) qui pourrait exister à la surface de l'isolant et dans les couches superficielle de ce dernier.



Figure II.7 : Schéma de mesure de la résistance superficielle.

# II.2.1. 3.d) Mesure de la résistivité superficielle

La résistivité superficielle d'un matériau $\rho_s$  est le quotient du gradient du potentiel en surface par le courant et par unité de largeur, soit :

$$\rho_s = \frac{P \cdot R_s}{g}$$
 (Équation II.21)  
 $P = \pi \cdot D_0$  (Équation II.22)

D'où

$$D_0 = \frac{D_1 + D_2}{2}$$
 et  $g = \frac{D_1 - D_2}{2}$  (Équation II.23)

II.4 La méthode théorique et pratique de détermination de l'angle de contact  $\theta$  et l'indice d'hydrophobicité (IH)

• La méthode théorique : L'angle de contact peut-être obtenu de plusieurs manières.





$$\sin \theta = \frac{r-b}{b}$$
 (Équation II.24)

Ou encore :

$$\boldsymbol{\theta} = 90^{\circ} - (\frac{r-b}{\sqrt{2rb-b^2}})$$
 (Équation II.25)

b : est la hauteur de la gouttelette ;

r : le rayon de la gouttelette ;

# • La méthode pratique :





En pratique, une goutte de liquide, en général de l'eau ultra-pure, est déposée par une seringue sur la surface de l'échantillon à analyser. La mesure de l'angle est réalisée sur une image capturée par un PC via une caméra. Le logiciel Image J permet de numériser le contour de la goutte par la méthode d'interpolation. Un système motorisé permet de faire des mesures d'angles à l'avancée et au retrait de la goutte, l'aiguille de la seringue étant alors maintenue dans la goutte. Une enceinte en plexiglas permet d'isoler le système goutte-échantillon de l'air et des contaminations extérieures.

Afin d'effectuer des mesures d'angle de contact entre une goutte d'air et un solide, nous disposons d'un porte-échantillon inversé, adapté au positionnement de l'échantillon dans un liquide, la surface à déterminer étant tournée vers le bas. Dans ce cas, nous utilisons une seringue à aiguille recourbée adaptée à la dépose d'une goutte d'eau.

#### • Indice d'hydrophobicité (IH)

L'indice d'hydrophobicité (IH), est obtenu en mesurant l'angle de contact entre la surface de l'échantillon et les gouttelettes d'eau, en utilisant un microscope optique. La corrélation de l'IH avec l'angle de contact  $\theta$  est représentée dans le tableau (**II.1**).

**Tableau II.1 :** corrélation de l'IH avec l'angle de contact  $\theta$ .

IH	Description		
1	Seules des gouttelettes discrètes sont formées. $\theta > 80^{\circ}$ pour la majorité		
	des gouttelettes.		
2	Seules des goutteles discrètes sont formées. $50^{\circ} < \theta < 80^{\circ}$		
3	Seules des gouttelettes discrètes sont formées. $20^{\circ} < \theta < 50^{\circ}$ , elles ne sont		
	plus circulaires.		
4	Des gouttelettes discrètes et des traces mouillées de rigoles d'eau sont		
	observées (c.à.d. $\theta = 0^{\circ}$ ). Zones complètement mouillées< $2cm^2$ . Elles		
	couvrent < 90% de la surface testée.		
5	Quelques zones complètement mouillées> $2cm^2$ , qui couvrent moins de		
	90% de la surface testée.		
6	zones mouillées qui couvrent> 90%, c'est-à-dire de petites zones non		
	mouillées (taches / traces) sont toujours observées.		
7	film d'eau continu sur toute la zone testée.		

# **II.5** Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les différentes méthodes de diagnostic (physico-chimique) d'un matériau diélectrique, qui permettent de déterminer l'état d'un matériau (sa jeunesse, son vieillissement) au cours de sa mise en service.

Ces différentes techniques d'analyse seront réalisées dans un chapitre suivant pour voir si des éventuelles modifications se sont opérées dans la structure de notre matériau suite au vieillissement qu'il a subit.

# Chapitre III:

# **Protocole Expérimental**

# **III.1 Introduction**

L'étude expérimentale menée dans ce chapitre a pour but d'analyser la perte partielle et totale de la superhydrophobicité de l'isolation en verre recouvert de suie en fonction de la déclinaison de la surface de l'isolation, ceci sous l'effet des paramètres d'influence suivants : la taille des gouttes d'eau, leur conductivité électrique, leur distribution, et l'état de surface du matériau (le verre vierge, vieilli propre et vieilli polluée avec une solution conductrice sous tension alternative et le verre recouvert de suie vierge, vieilli propre et vieilli polluée avec une solution conductrice sous tension alternative). Il est question, dans un premier temps et pour chacun des cas à étudier, de déterminer l'angle de contact  $\theta$  et par là, l'indice d'hydrophobicité ou de superhydrophobicité (IH) du matériau (selon le matériau considéré), pour statuer sur son état.

Dans un deuxième temps, nous ferons une caractérisation de l'état du matériau considéré au moyen des méthodes physico-chimiques précitées (§ II). Pour ce faire, nous avons réalisé un banc d'essais muni d'un plan porte objet à angle  $\alpha$  d'inclinaison variable à volonté ( $0^{\circ} \le \alpha \le 180^{\circ}$ ), en vue de mener les tests sur l'effet de la déclinaison de la surface du matériau sur son hydrophobicité/superhydrophobicité.

Ces essais sont réalisés pour quatre tailles des gouttes d'eau  $(0,1 \ \mu l \ a \ 0.4 \ \mu l)$ , deux distributions en surface des gouttelettes d'eau (linéaire et en zigzag), deux conductivités de la solution d'eau (5 mS et 2 mS) et de deux types de suie (issues de la combustion du bois et de la silicone). Cette expérimentation est effectuée sur des échantillons de verre et de verre recouvert de suie présentant différents état de surface ; soit vierge, vieilli électriquement à sec sous une contrainte de tension alternative (50 Hz) croissante et vieilli électriquement (AC 50 Hz) sous pollution humide de conductivité 5 mS et 2 mS.

Pour voir les effets que pourrait avoir la déclinaison de la surface du matériau sur son indice d'hydrophobicité, en l'occurrence sa morphologie et ses performances électriques, thermiques, et physiques, relativement à son état vierge, sous l'effet des paramètres d'influence : le vieillissement électrique, la pollution, la taille et la distribution des gouttes d'eau, une série de mesures physiques, électriques et d'analyses chimiques et thermiques sont réalisées.

Les essais de vieillissement électriques accélérés effectués sur des échantillons de verre et de verre recouvert de suie sont réalisés au laboratoire de Haute Tension, et les analyses chimiques sont réalisées au laboratoire de Génie des procédés de l'Université A. MIRA, Bejaia.

# III.2 Matériau le verre

Le verre trouve divers domaines d'application industrielle, Il est utilisé comme un isolateurs des lignes de hautes et moyennes tensions, dans certains appareils électriques (appareils électroménagers et une variété d'autres appareils électriques). Plusieurs définitions ont été proposées pour le verre, On peut le considérer comme un solide non cristallin obtenu par figeage d'un liquide surfondu. Lors de ce refroidissement, il acquiert les propriétés d'un solide sans pour autant présenter un ordre cristallin à longue distance et sans périodicité dans l'arrangement des atomes. Cette définition n'est pas générale, car il existe des solides qui ne sont pas des verres comme par exemple les gels et répondent à cette définition. Ce qui a permis à Tammann(1939) **[51]** de postuler l'existence d'un état vitreux, et on peut définir le verre comme un solide non cristallin présentant le phénomène de transition vitreuse.

Ce phénomène de transition vitreuse est caractéristique des matériaux indépendamment de leur formulation chimique ou de leur mode de préparation. On notera que, quelle que soit la température, l'enthalpie du verre est toujours supérieure à celle du cristal. L'état vitreux est donc un état métastable de la matière et seules des barrières cinétiques empêchent l'évolution du matériau vers un état stable.

Le verre est un alliage dur, fragile (cassant) et transparent à la lumière visible. C'est un corps solide constitué d'oxyde de silicium (silice  $SiO_2$ ) et de fondants, le constituant principal du sable. Le verre est un matériau amorphe qui présente un désordre structural important et un phénomène de transition vitreuse. En dessous de sa température de transition, qui est très élevée, le verre se présente à l'état vitreux.



**Figure III.1:** Variations thermiques du volume spécifique V et de l'enthalpie H lors du passage de l'état liquide à l'état solide (vitreux ou cristallin).

Chaque atome de silicium est placé au centre d'un tétraèdre et lié à quatre atomes d'oxygène.

Ces tétraèdres sont liés ensemble par le sommet de telle sorte que chaque atome d'oxygène est lié à deux atomes de silicium. Le verre, à l'état pur, est du bioxyde de silicium.



Figure III.2: Représentation schématique bidimensionnelle de la silice cristalline cristobalite.



Figure III.3: Représentation schématique bidimensionnelle de la silice vitreuse.

Propriété physique	Valeur	Unité
Masse volumique	2 500	kg/m <sup>3</sup>
Module de Young	69 000	MPa
Coefficient de Poisson	0,25	-
Limite d'élasticité	3 600	MPa
Résilience	de 1 500 à 2 500	Ра
Coefficient de dilatation linéaire	de 0,5 à 15×10 <sup>-6</sup>	/°C
Conductibilité thermique	1	W/m/°C
permittivité relative	5 à 7	/
Rigidité diélectrique	10	kV/mm

Tableau III.1 : Propriétés physiques moyennes du verre sodique.

Les verres le plus utilisés sont :

# III.2.1 les verres SODOCALCIQUES :

Ils sont formés à partir de la silice, la chaux et la soude.

Leurs qualités électriques peuvent être améliorées par le remplacement d'une partie de la soude par de la potasse.

# III.2.2 les verres borosilicatés :

Ils sont formés à partir de la silice, l'acide borique, la soude et la potasse.

Le verre peut subir des modifications pour le renforcer et le sécuriser.

Deux types de verre sont employés :

Verre cuit : (réchauffage suivie d'un refroidissement lent) sert à réduire les tensions internes inacceptables apparaissant dans le moule. Le verre recuit a surtout été utilisé pour faire des isolateurs rigides, mais on s'est aperçu que les isolateurs un peu épais ne résistent pas aux variations brusques de température, de plus, le verre recuit ne supporte que des tensions mécaniques relativement faibles ce qui interdisait son emploi pour les isolateurs de suspension.

# > Verre trempé :

<u>Trempe thermique :</u> Des traitements thermiques permettent d'améliorer la résistance du verre par un refroidissement rapide et contrôlé, le plus souvent par de l'air.

Verre trempé est obtenu par réchauffage de l'isolant retiré du moule à une température d'environ 700°C puis refroidi par des jets d'air sous pression. Le verre trempé présente une résistance mécanique à la traction environ 5à 6 fois plus grande que celle du verre recuit et peut supporter des variations brusques de température pouvant atteindre 100°c.

• <u>Trempe chimique :</u> Ce type de trempe à lieu en remplaçant par diffusion une partie des ions sodium du verre par des ions potassium (plus gros).

Le verre est utilisé pour faire des isolateurs de lignes haute tension [52, 53, 54].

# III.3 La structure de la suie

La suie est un ensemble de composés chimiques résultant de la combustion incomplète de combustibles fossiles (essence, gazole, fioul, kérosène, charbon) et de biomasse (bois, végétaux).

Les suies se présentent sous la forme de substances solides ou goudronneuses d'aspect noirâtre et riches en carbone.

La formation des suies est liée au mode de combustion (notamment au pourcentage d'air ou d'oxygène, en regard de la combustion stœchiométrique) et à la nature du combustible (type d'hydrocarbures). Elle est constituée de composés carbonés agglomérés, formant des particules d'une vingtaine de nanomètres, disposées en spirale, formant ainsi une structure poreuse et régulière **[55]**.



Figure III.4 : La structure de la suie observée au microscope optique.

# **III.4 Protocole expérimentale**

Dans le cadre de ce travail, nous portons un intérêt particulier au verre utilisé pour la fabrication des chaines d'isolateurs en haute tension. Le matériau verre étudié est une plaque de verre solide non cristallin.

Afin de mener à bien cette étude expérimentale qui a pour but d'analyser la perte partielle et totale de la superhydrophobicité de l'isolation en verre en fonction de la déclinaison de la surface de l'isolation, sous l'effet des paramètres d'influence cités précédemment, nous avons réservé huit plaques de verre :

- Verre vierge, vieilli à sec et vieilli sous pollution humide de conductivité 5 mS et 2 mS.

- Verre recouvert de suie de combustion de silicone : vierge, vieilli à sec et vieilli sous pollution humide de conductivité 5 mS et 2 mS.

# III.4.1 Technique de dépôt de la suie

Après étalage manuel et uniforme d'une quantité de gel en silicone fraîche en couche très fine sur la surface de la plaque en verre, cette dernière est directement exposée à la flamme de la combustion de la silicone. Les composés chimiques (fumée) résultant de cette combustion incomplète de ce combustible, apporte de la suie qui se dépose sur la couche fraîche de gel en silicone recouvrant la plaque en verre qui aussi se carbonise pour donner une couche de suie d'une bonne adhérence (**figure III.5**).



Figure III.5 : Etapes essentielles de confection d'une surface en verre superhydrophobe.

# III.4.2 Technique expérimentale

- Avant d'entreprendre tout essai physique ou électrique, une série de mesures de caractérisation physico-chimique est entreprise sur la première plaque de verre à l'état vierge. Les résultats de ces mesures, qui seront présentés ultérieurement, feront l'objet de valeurs de référence.
- 2- La deuxième plaque de verre est d'abord vieillie électriquement à l'état propre (sec), en lui faisant subir une série de décharges en surface (AC 50 Hz), avant d'entreprendre la même série de mesures de caractérisation physico-chimique que précédemment.
- 3- La troisième plaque de verre est vieillie électriquement sous pollution humide de conductivité 5 mS, en lui faisant subir une série de décharges en surface (AC 50 Hz), avant d'entreprendre la même série de mesures de caractérisation physico-chimique que précédemment.
- 4- La quatrième plaque de verre est vieillie électriquement sous pollution humide de conductivité 2 mS, en lui faisant subir une série de décharges en surface (AC 50Hz), avant d'entreprendre la même série de mesures de caractérisation physicochimique que précédemment.
- 5- les cinquième, sixième, septième et huitième plaques de verre recouvert de suie de silicone subiront respectivement le même traitement que les plaques 1, 2, 3 et 4. Pour chacun des huit cas considérés, il est question de mesurer l'angle de contact θ de la goutte d'eau déposée sur le matériau pour différentes déclinaisons de la plaque en verre. Cette opération est répétée pour les quatre tailles de la goutte

d'eau, les deux conductivités considérées de la solution utilisée et les deux distributions des gouttes, et par la même déterminer l'indice de la superhydrophobicité pour chaque cas étudié.

# **III.5** L'objet d'essais

En vue de mener les tests sur l'effet de la déclinaison de la surface de verre sur son hydrophobicité / suprahydrophobicité, nous avons confectionné un banc d'essais qui permet de faire des mesures de l'angle de contacte  $\theta$  de la goutte d'eau déposée sur la plaque de verre en fonction de la déclinaison de cette dernière. Le banc d'essais, en bois verni, est muni d'un plan porte objet (où sera posée la plaque de verre), dont l'angle d'inclinaison  $\alpha$  est variable à volonté.

La figure (**III.6**) ci-après illustre un ensemble de photographies du banc d'essai prises sous plusieurs angles de vue. Il est constitué d'une armature (1) supportant un plan amovible rotatif (2), offrant des angles d'inclinaison  $\alpha$  (3) réglables à volonté, et allant de 0° à 180° par rapport à l'horizontale. L'angle  $\alpha$  d'inclinaison du plan est ajustable par réglage de la longueur d'une tige support (4), et l'angle  $\alpha$  est directement lu sur un rapporteur (5) fixé sur l'armature à la position horizontal 0°.



**Figure III.6 :** Différentes vues du banc d'essai de mesure de l'angle de contact  $\theta$ . a): $\alpha = 0^\circ$ , b): $\alpha = 30^\circ$ , c): $\alpha = 90^\circ$ , d): $\alpha = 180^\circ$ 

(1): armature, (2): plan rotatif, (3): angles d'inclinaison  $\alpha$ , (4): tige support, (5): rapporteur

L'échantillon de verre (6) de dimensions (16 x 8 x 0,1) cm<sup>3</sup> est posé sur une plaque en plexiglas (7) et fixé par une raille en plexiglas (8), le tout étant fixé sur le plan amovible (1). Pour réaliser les essais de vieillissement électrique, deux électrodes (9) de forme parallélépipédique en cuivre et de taille (8 x 1.5 x 0.5) cm<sup>3</sup> arrondies aux extrémités afin d'éviter l'effet de bords sont déposées sur la plaque en silicone, distante l'une de l'autre d'une distance d. L'une des deux électrodes est portée à la Haute Tension et l'autre est mise à la terre. La figure (**III.7**) montre une photographie de l'objet d'essai.



Figure III.7 : Objet d'essai.

(6): échantillon de verre, (7): électrodes, (8): plaque en plexiglas.

# **III.6 Modes opératoires**

#### III.6.1 Mode opératoire : Angles de déclinaison $\alpha$ et de contact $\theta$

Pour analyser la perte partielle et totale de l'hydrophobicité de l'isolation en verre en fonction de la déclinaison de la surface de l'isolation, nous avons adopté pour le mode opératoire décrit ci-après. Avant tout essai, nous avons procédé à la caractérisation physico-chimique du matériau verre vierge, en réalisant des mesures électriques de la rigidité diélectrique  $E_d$ , du facteur de perte tg $\delta$ , de la capacité Cx, de la permittivité  $\varepsilon_r$ , de la résistance  $R_t$  et la résistivité  $\rho_t$  transversales et de la résistance Rs et la résistivité  $\rho_s$  longitudinale. Ensuite une série d'analyses chimiques : FTIR, ATG/DTG, DRX, FRX et microscope optique est réalisée.

Les résultats obtenus, qui seront présentés ultérieurement, font guise de référence.

- 1- La plaque de verre est fixée sur la raille du banc d'essai.
- Le plan porte-objet rotatif est réglé à la position désirée en fixant l'angle d'inclinaison α (lu sur le rapporteur).
- 3- A l'aide d'une micropipette, nous déposons sur la surface de l'échantillon de verre des rangés de gouttelettes d'eau de même taille et de même conductivité.

Nos tests sont réalisés pour :

- ✓ les angles d'inclinaison  $\alpha$  allant de 0° à 180°;
- ✓ deux distributions des gouttelettes d'eau : linéaire et en zigzag ;
- ✓ deux conductivités de la solution d'eau  $\sigma = 2mS$  et  $\sigma = 5mS$ ;
- ✓ Quatre tailles des gouttes d'eau : 0,1µl à 0.4 µl ;
- ✓ Quatre états de surface pour chacune des deux (02) types de plaques (de verre, de verre recouvert de suie de silicone) : vierge, vieilli électriquement à sec sous une contrainte de tension alternative (50 Hz) croissante et vieilli électriquement (AC 50 Hz) sous pollution humide de conductivité 5 mS et 2 mS; soit au total huit (12=2x4) états considérés.
  - 4- L'appareil "Drop Shape Analyzer DSA30 KRÜSS Gmbh" est utilisé pour analyser la forme de la goutte et mesurer l'angle de contact θ.
  - 5- La mesure de l'angle de contacte  $\theta$  permet de déterminer l'indice d'hydrophobicité / superhydrophobie du matériau analysé.
  - 6- Pour obtenir une meilleure qualité d'image, nous avons utilisé une eau distillée colorée avec un bleu de méthyle.
  - 7- Enfin, les échantillons de verres vieillis à sec et sous pollution humide conductrice seront, à leur tour, caractérisés en réalisant les mêmes mesures électriques et analyses chimiques qu'au point 0 ci-dessus.

\* L'appareil Drop Shape Analyzer DSA30 KRÜSS Gmbh : est un analyseur de forme de goutte DSA30 qui permet la mesure de l'angle de contact  $\theta$  dans le contrôle qualité. C'est un instrument qui peut être utilisé de manière flexible pour la mesure précise de l'angle de contact et de l'énergie libre de surface (SFE) par analyse du mouillage et l'adhérence sur des surfaces solides. Il est équipé d'une unité d'éclairage LED uniforme, de

# Chapitre III :

composants optiques de haute qualité et d'une caméra haute résolution. Il en résulte une image précise de la goutte distribuée qui garantit que la forme de la goutte peut être évaluée de manière fiable pour l'angle de contact.



Figure III.8 : Appareil de mesure d'angle de contact  $\theta$  : Drop Shape Analyzer DSA30 KRÜSS Gmbh

- 1 : réservoir de la solution liquide et pipette
- 2 : plateau où est déposée la goutte d'eau
- 3 : caméra
- 4 : torche

5 : PC de paramétrage de données (volume de la goutte) et l'affichage de la forme de la goutte et de l'angle de contact  $\theta$ 



**Figure III.9 :** Mesure de l'angle de contact  $\theta$  au moyen de l'appareil Drop Shape Analyzer DSA30 KRÜSS Gmbh.

#### III.6.2 Essais de vieillissement électrique

Les essais de vieillissement électriques accélérés sur des différents échantillons de verre considérés sont réalisés dans le but de simuler un cas de contournement par une décharge électrique d'un system d'isolateur en en verre sous contrainte de champ électrique.

Ces essais consistent à appliquer sur la surface de l'échantillon considéré, entre deux électrodes planes en cuivre distantes de d (cm), une rampe de tension alternative 50 Hz, de vitesse constante 2kV/s jusqu'au claquage. Pour simuler ce vieillissement électrique accéléré, nous avons fait subir à l'échantillon, une série de 100 claquages superficiels, et ce dans le cas de trois états de leurs surfaces : sec, pollué avec une solution de conductivité électrique  $\sigma = 5 \text{ mS}$  et pollué avec une solution de conductivité électrique  $\sigma = 5 \text{ mS}$  et pollué avec une solution de conductivité électrique  $\sigma = 2 \text{ mS}$ . Dans le cas de ces deux derniers cas (Surface polluée à  $\sigma = 5 \text{ mS}$  et  $\sigma = 2 \text{ mS}$ ), les gouttes de pollution conductrice sont appliquées sur la surface de l'échantillon en adoptant deux distributions (linéaire et en Zigzag) et en déposant des gouttes de tailles 0.1ml ou 0.4ml, de conductivité  $\sigma = 5 \text{ mS}$  ou  $\sigma = 2 \text{ mS}$ .

Chaque compartiment de surface de 1 cm de long correspond à un ensemble (taille, conductivité, distribution) codé numériquement en (XYZ) où :

X=1, 2, 3 et4 pour un volume de 0.1, 0.2, 0.3 et 0.4  $\mu$ l de la goutte,

#### Y=3 pour $\sigma$ = 2mS et Y=4 pour $\sigma$ = 5mS,

Z=5 pour une distribution linéaire et Z=6 pour une distribution en zigzag des gouttes.

La solution polluante, composée d'un mélange d'eau distillée et de chlorure de sodium (Na Cl) avec du bleu de méthyle est préparée selon la conductivité désirée que nous contrôlons au moyen d'un conductimètre, comme illustré ci-après (**figure III.10**).

Après la rupture, nous relevons la valeur de la tension de claquage (contournement), le temps et le chemin emprunté par la décharge .Vu que la décharge est initiée de manière aléatoire sur la surface de l'échantillon, nous relevons, pour analyses les zones touchées par dix passages de la décharge au minimum.

Tous les essais sont réalisés de manière successive de sorte à conserver les mêmes conditions climatiques de laboratoire, soit une température ambiante T = $20^{\circ}$ C, une pression P=1007hPa et une humidité H=63%.



Figure III.10 : Photographie du conductimètre.

La figure suivante (**III.11**) illustre le dispositif expérimental utilisé pour le vieillissement accéléré du matériau et la mesure de la tension de claquage sous tension alternative. Le dispositif est constitué des éléments suivants :

- Un transformateur HT (T100) 0.8/135 kV pouvant délivrer une tension allant de 0 à 100 kV pour des essais en alternatif et de 0 à 135 kV en tension continue.
- Un appareil de commande automatique et manuelle de tension SG, à vitesse de montée variable.
- Un diviseur de tension capacitif (C0 = 0 .1  $\mu$ F et Cu = 41.4  $\mu$ F) pour les mesures en tension alternative.

• Un voltmètre de crête AC/DC de type MU11, à affichage digital permettant, selon le montage électrique, la mesure des hautes tensions alternatives ou continues.

- Une résistance de protection  $R = 106 \text{ k}\Omega$  limitant le courant.
- Une table servant de support à l'objet d'essai (ensemble échantillons et électrodes).
- Enfin, l'ensemble dispositif HT et échantillon est entouré par une cage de protection.


Figure III.11 : Dispositif expérimental de vieillissement électrique et de mesure de la tension de claquage.

1 : Électrode en cuivre. 2 : Matériaux (verre). 3 : Table. 4 : Fil conducteur. 5 : Transformateur haute tension. 6 : Support d'éléments. 7 : Nœuds de liaison. 8 : Grille de protection. 9 et 10 : Câble coaxial. 11 : Boite de connexion. 12 : (MU11) Voltmètre de crête. 13 : (SG1BT) Système de commande manuel et automatique.



a) Transformateur haute tension T100;



b) Résistance de protection ;

c) : Diviseur de tension capacitif ;



- d) : Voltmètre de crête MU11 ;
- e) : appareil de commande automatique et manuelle de la tension ;

Figure III.12 : Photos des éléments du dispositif d'essais et de mesure de la haute tension du laboratoire HT G.E.Université de Béjaia.

Notre objet d'essai est constitué de l'échantillon de verre et de la paire d'électrodes en cuivre. La figure (**III.13**) montre une photo de l'objet d'essai pour une surface non Polluée du verre avant le passage de la décharge.



Figure III.13 : Objets d'essai.

La figure (**III.14**) montre deux photos de l'objet d'essai pour une surface polluée du verre avant et pendant le passage de la décharge.



- a) : Pendant la propagation de l'arc
- b) : Avant la propagation de l'arc

Figure III.14 : Photo de la surface polluée du verre avant et pendant le passage de la décharge.

## III.6.3 Les mesures électriques

Pour voir l'effet de ce vieillissement électrique sur le matériau le verre, nous avons procédé, avant et après vieillissement, à la mesure de quelques grandeurs électriques à savoir :

## III.6.3.1 Mesure de la capacité Cx et du facteur de perte $tg\delta$

Le facteur de pertes tg $\delta$  et la capacité Cx sont déterminés avant et après vieillissement de l'échantillon de verre pour tous les cas envisagés de la surface de l'échantillon de verre (vierge, vieilli à se cet vieilli sous pollution humide de conductivité électrique  $\sigma$ =5mS et  $\sigma$ =2mS. C<sub>x</sub> et tg $\delta$  sont mesurés sous une tension électrique appliquée V=100Vet une fréquence **f**= 50Hz. La permittivité  $\varepsilon_r$  et l'indice de perte  $\varepsilon_r$ . tg $\delta$  du matériau sont alors déterminés.

### III.6.3.2 Mesure de la résistance

### a-Mesure de la résistance transversale

La résistance transversale Rt du matériau est déterminée par la pente de la caractéristique V(It), établie selon la méthode de mesure illustrée par la figure (**II.5**). La résistivité transversale est alors calculée par l'équation (**II.18**). Ces mesures sont réalisées avant et après vieillissements des échantillons.

### b- Mesure de la résistance superficielle

La résistance superficielle  $R_s$  du matériau est déterminée par la pente de la caractéristique *V* (*Is*) établie selon la méthode de mesure illustrée par la figure (**II.6**). La résistivité superficielle est alors calculée par l'équation (**II.21**). Ces mesures sont réalisées avant et après vieillissements des échantillons. La figure infra(**III.15**) illustre une photo du dispositif expérimental de mesure de  $R_t$  et  $R_s$ .



Figure III.15: Photo du dispositif de mesure des résistances Rt et Rs.

## **III.6.4 Analyses chimiques**

## III.6.4.1 L'analyse FTIR mode ATR

La réflectance totale atténuée est une technique en spectroscopie infrarouge, ou plus précisément spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), permettant de déterminer les liaisons chimiques d'un échantillon. Elle est basée sur le principe optique de la réflectance, phénomène optique bien connu, cette méthode ne nécessite que très peu de préparation de l'échantillon, et permet d'analyser aussi bien les liquides que les solides.

- 1- Préparation de l'échantillon : Les échantillons de verre de 1mm d'épaisseur sont placés sous un diamant à réflexion unique avec lentille ZnSe qui comprend une tour haute pression du spectrophotomètre (modèle Nicolet<sup>TM</sup> IS50 FTIR) afin de réaliser l'analyse FTIR. Dans le cas des échantillons vieillis (à sec et sous pollution conductrice de  $\sigma = 2mS$  et  $\sigma = 5mS$ ) la lentille ZnSe est placée sur la zone où la décharge est passée 10 fois au minimum.
- 2- principe de mesure : l'analyse FTIR ATR est réalisée sur les échantillons de verre dans la gamme spectrale [400cm<sup>-1</sup>;4000cm<sup>-1</sup>]. Le traitement des spectres obtenus est réalisé à l'aide du logiciel panorama trial version. La figure (III.16) représente le spectrophotomètre (modèle Nicolet<sup>TM</sup> IS50 FTIR).



**Figure III.16 :** Photo du spectrophotomètre (modèle Nicolet<sup>TM</sup> IS50 FTIR).

L'échantillon est soumis à un rayonnement électromagnétique dans la gamme des longueurs d'onde du centre infrarouge ( $2.5\mu m < \lambda < 50\mu m$ ). Sous l'action de la radiation lumineuse, une molécule peut passer d'un état d'énergie E1 vers un état d'énergie

supérieure E2. Lorsque la fréquence du champ électrique induit par l'onde électromagnétique coïncide avec la fréquence de vibration d'un mode propre de la molécule, l'interaction créée engendre la vibration de certaines liaisons et l'absorption de l'énergie de l'onde excitatrice correspondante. La position des bandes d'absorption dépend, en particulier, de la différence d'électronégativité des atomes, de leur masse et de l'environnement proche du groupement considéré. Par conséquent, à un matériau de composition chimique et de structure donnée va correspondre un ensemble de bandes d'absorption caractéristiques permettant d'identifier le matériau. La figure (**III.17**) illustre le principe de la mesure.



Figure III.17 : Représentation schématique du principe de la spectroscopie IR.

### **III.6.4.2** Analyses thermiques (AT)

Les analyses thermiques (ATD et ATG) sont réalisées afin qu'elles puissent nous fournir des informations concernant la stabilité thermique des matériaux et les changements d'enthalpies pendant la décomposition thermique ou pendant les changements de phase. Leurs techniques respectives sont résumées dans le tableau **III.2**.

Tableau III.2 : L	es techniques d'	analyse the	rmique.
-------------------	------------------	-------------	---------

Technique	Paramètre mesuré	Instrument utilisé
Thermogravimétrie (ATG)	Masse	Thermo balance
Analyse Thermique Différentielle (ATD)	Différence de températures	Appareil DTA

Des éprouvettes de la dimension des creusets utilisés, sont découpées de l'échantillon vierge de référence et des zones de l'échantillon vieilli (à sec et sous pollution conductrice de  $\sigma = 2\text{mS}$  et  $\sigma = 5\text{mS}$  respectivement) ou la décharge est passée 10 fois au minimum.

## 1- L'appareillage (ATD/ATG)



Figure III.18 : Photo de l'analyseur thermique simultané (STA) 8000 et ses éléments.

2- Principe de fonctionnement de l'ATG : L'ATG est une technique mesurant la variation de masse d'un échantillon lorsqu'il est soumis à une augmentation de la température, sous atmosphère contrôlée. Cela consiste à déterminer la perte de masse lors de la fusion, de la déshydratation, du séchage et de la décomposition. Cette variation de masse peut-être sous forme d'une perte de masse (émission de vapeurs) ou un gain de masse (fixation de gaz). La manière d'enregistrement des variations de la masse consiste à maintenir le fléau de la micro balance de l'appareil en position horizontale et mesurer la force nécessaire à cela. L'équilibre entre l'ensemble suspente-échantillon et le contrepoids est assuré par un électroaimant. Le courant B nécessaire pour le maintien de l'équilibre est traduit en mesure de masse (Figure III.18).

La figure suivante (**III.19**) illustre l'appareil et ses différents organes principaux, utilisé pour l'analyse thermique de nos échantillons.



Figure III.19 : Représentation schématique d'une ATG (type Setaram TG-DTA 92 B).

3- Principe de fonctionnement de l'ATD: L'ATD est une technique mesurant la différence de température entre un échantillon et une référence matériau inerte thermiquement en fonction du temps ou de la température lorsqu'ils sont soumis à une augmentation de température, sous atmosphère contrôlée. La figure (III.20) illustre la cellule expérimentale utilisée.

## Type d'Analyse :

- Détermination des températures de décomposition ;
- Evolution des matériaux soumis à une élévation de température ;
- Détermination des températures de transformation de phases des matériaux.





## III.6.4.3 Diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X permet d'identifier les phases cristallines présentes dans les matériaux analysés et offre la possibilité d'établir leur composition chimique. Aussi permet-elle d'évaluer leur degré de cristallinité et de mettre en évidence la morphologie des cristallites qui les constituent. Elle donne de même la possibilité d'estimer les dimensions de ces cristallites. La figure ci-après (**III.21**) illustre le schéma de principe d'un diffractomètre de poudre. Un faisceau de rayons X monochromatique incident est diffracté par l'échantillon à certains angles spécifiques, suivant la loi de Bragg.



Figure III.21 : Schéma de principe de loi de Bragg.

## $2d_{hkl.}\sin\theta = n.\lambda$ (Équation III.1)

d: Distance inter réticulaire, c'est -à -dire distance séparant deux plans consécutifs ;

- θ: Angle de diffraction des rayons X sur la surface du matériau étudié ;
- n: Ordre de la réfraction ;
- $\lambda$ : Longueur d'onde du faisceau de rayon X.

L'enregistrement du signal par un détecteur adapté permet de visualiser les angles et les intensités des pics de diffraction obtenus. L'indexation de ces pics est réalisée à l'aide de bases de données spécifiques permettant l'identification du (ou des) composé(s) en présence. L'analyse radio cristallographique a été effectuée à température ambiante sur un diffractomètre de poudre de marque Bruker AXS; *D*8 ADVANCE, fonctionnant avec une tension de 40 kV et une intensité de 40 *mA*. L'analyse est effectuée grâce aux rayonnements *Ka* d'une anti cathode de cuivre (*Ka*= 1.54060). Du silicium de très haute pureté est utilisé comme étalon interne. Les spectres RX ont été enregistrés en 2 $\theta$  entre 20 et 80°. Les pastilles de verre de dimension (16×8) *mm*<sup>2</sup> sont exposés à un faisceau de rayons X dont l'intensité est mesurée au moyen d'un détecteur rotatif directionnel.



Figure III.22 : Principe d'un diffractomètre de poudre.

La taille des grains a été calculée en utilisant la formule de Debye-Sherrer.

$$D = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos \theta} \qquad (Équation III.2)$$

D: désigne la taille des cristallites en °A ;

 $\lambda$ :largeur à mi-hauteur exprimée en radiant ;

θ: position du pic de diffraction considéré.



Figure III.23 : Détermination de la largeur à mi-hauteur ( $\beta$ ) à partir d'une courbe de diffraction des rayons X.

## III.4.4.5 Le microscope optique

La microscopie est un ensemble de techniques permettant d'obtenir une image des structures à l'échelle microscopique. Le principe est dans tous les cas le même : une onde est envoyée sur la préparation ou émise par la préparation. Cette onde est captée par un objectif qui la concentre et passe par un oculaire qui crée une image observable. Cette

image est soit observée à l'œil nu, soit photographiée, soit enregistrée par caméra CCD et stockée sur ordinateur pour retraitement. La figure qui suit (**III.24**) représente le microscope optique.



Figure III.24 : Schéma d'un microscope.

## **III. 5** Conclusion

En vue d'avoir une meilleure approche possible du comportement du verre vis-à-vis de sa perte totale ou partielle de son superhydrophobicité sous l'effet des paramètres d'influence étudiés, des techniques de mesures sont utilisées et présentées dans ce chapitre.

Ces dernières nous ont permis de réaliser la caractérisation physico-chimique du verre, dont les résultats intéressant obtenus seront présentés dans le chapitre IV suivant.

# Chapitre IV :

## **Présentation et discutions des** résultats

## **IV.1 Introduction**

Ce chapitre est consacré à la présentation et l'interprétation des résultats obtenus des différents essais physique (angles de contact  $\theta$  de la goutte d'eau, indice d'hydrophobicité), électriques (Rigidité diélectrique, pertes diélectrique,...) et des analyses chimiques et thermiques (FTIR, FRX, ATG, ATD et microscope optique) menés dans les divers laboratoires de Génie électrique, de Génie des Procédés, de biologie et du CRAPC de l'université A. Mira de Bejaia.

Les résultats de ces essais et analyses ont formés une banque de données importante qui nous a permis de faire le point sur le comportement du verre vis-à-vis de sa perte totale ou partielle de son/sa hydrophobicité /superhydrophobicité en fonction de sa déclinaison sous l'effet des paramètres d'influence étudiés, ainsi que de caractériser et d'évaluer le comportement électrique, chimique et thermique du verre avant et après vieillissement sous la contrainte électrique et/ou de pollution conductrice humide.

Des conclusions intéressantes sont tirées des résultats de cette étude que nous présentons ci-dessous.

## IV.2 Mesure de l'angle de contact de la goutte d'eau et de l'indice d'hydrophobicité de la surface de la plaque de verre

La superhydrophobicité d'une surface est caractérisée par l'angle de contact  $\theta$  d'une goutte de liquide déposée sur une surface solide plane, celui-ci est défini par l'angle formé entre la tangente à la goutte au point de contact et la surface solide. La mesure de cet angle permet de déduire le caractère hydrophobe/superhydrophobe ou hydrophile de la surface exprimé par son indice d'hydrophobicité (IH).

Dans notre étude, l'angle de contact  $\theta$  de la goutte d'eau est déterminé pour différentes déclinaisons de la surface de la plaque de verre, sous l'effet des paramètres d'influence mis en jeu, à savoir : le volume des gouttes, leurs conductivités et leurs distributions sur la surface de contact. Pour une meilleure gestion des variantes étudiées, nous avons adopté le code (XYZ) défini ci-après.

X=1, 2, 3 et 4 pour un volume de 0.1, 0.2, 0.3 et 0.4  $\mu$ l de la goutte,

Y=3 pour  $\sigma$  = 2mS et Y=4 pour  $\sigma$  = 5mS,

Z=5 pour une distribution linéaire et Z=6 pour une distribution en zigzag des gouttes.

Pour mesurer l'angle de contact  $\theta$ , nous avons utilisé l'appareil "Drop Shape Analyzer DSA30 KRÜSS Gmbh". Cet instrument analyse la forme de la goutte, le mouillage et l'adhérence sur la surface solide du verre et mesure avec précision l'angle de contact  $\theta$ .

Ceci dans un premier temps, puis nous déterminons l'indice d'hydrophobicité de cette surface défini dans le tableau (II.1) du (§ II.4), et ce pour les différentes variantes considérées.

Les tableaux (IV. (1,2,3,4,5,6,7,8)) résument les résultats de la mesure de l'angle de contact  $\theta$  en fonction de l'angle de déclinaison  $\alpha$  de la surface de l'échantillon de verre, pour les différents paramètres mis en jeu et pour les huit états de la surface de verre considérés, soit pour l'ensemble verre sans suie (vierge, vieillie à l'état propre et vieillie à l'état polluée à  $\sigma = 2mS$  et  $\sigma = 5mS$  et l'ensemble verre recouvert de suie (vierge, vieillie à l'état propre et vieillie à l'état polluée à  $\sigma = 2mS$  et  $\sigma = 5mS$  et  $\sigma = 5mS$ ).

## Remarque

- 1. Il est toutefois à remarquer, que l'effet de la distribution des gouttes d'eau sur la surface de la plaque de verre, aussi bien vierge que vieillie, n'est pas notable.
- Il est également à remarquer, que l'effet sur l'angle de contact θ de la conductivité de la goutte d'eau posée sur la surface de la plaque de verre aussi bien vierge que vieillie, n'est pas notable.
- 3. A noter que ces remarques sont également vérifiées pour tout les cas étudiés présentés ci- dessous.

**Tableau IV.1 :** L'angle de contact  $\theta$  et l'indice d'hydrophobicité IH en fonction de l'angle de déclinaison  $\alpha$  de la surface de l'échantillon de verre, pour les différents paramètres mis en jeu dans le cas de l'état vierge de la surface propre de verre sans suie.

XYZ	$\alpha(^{\circ})$	$\theta(^{\circ})$	IH	<i>α</i> (°)	$ heta(^\circ)$	IH									
135/136	0	30.2	3	10.8	38.6	3	22.1	42.7	3	34.5	50.7	3	53.4	60	2
235/236	0	26.7	3	10.8	31.5	3	22.1	37.8	3	41.3	42.2	3	48.5	51.5	2
335/336	0	23.2	3	5.5	30	3	10.8	36.1	3	16.5	37.5	3	22.1	45.8	3
435/436	0	17.5	4	5.5	28	3	11	34.2	3	16.5	36	3	22	40	3



**Figure IV.1 :** Angle de contact  $\theta$  en fonction de l'angle de déclinaison  $\alpha$  pour différents volumes de la goutte, dans le cas de l'état vierge de la surface propre du verre sans suie.

**Tableau IV.2 :** L'angle de contact  $\theta$  et l'indice d'hydrophobicité IH en fonction de l'angle de déclinaison  $\alpha$  de la surface de l'échantillon de verre, pour les différents paramètres mis en jeu dans le cas de l'état vieilli de la surface propre du verre sans suie.

XYZ	<i>α</i> (°)	$ heta(^\circ)$	HI	$\alpha(^{\circ})$	$ heta(^\circ)$	HI	<i>α</i> (°)	$ heta(^\circ)$	HI	<i>α</i> (°)	$ heta(^\circ)$	HI	<i>α</i> (°)	$ heta(^\circ)$	HI
135/136	0	60.6	2	20	64.2	2	36	69.4	2	51.6	71.6	2	78.6	79.5	2
235/236	0	52.6	2	14.2	55.2	2	26	58.2	2	36	64.9	2	52	70.8	2
335/336	0	45.7	3	17	51.6	2	26	54.7	2	39.5	56.5	2	43	63.8	2
435/436	0	30.7	3	11.3	41	3	17.1	43.5	3	23	46.5	3	33	60	2



**Figure IV.2 :** Angle de contact  $\theta$  en fonction de l'angle de déclinaison  $\alpha$  pour différents volumes de la goutte, dans le cas de l'état vieilli de la surface propre du verre sans suie.

**Tableau IV.3 :** L'angle de contact  $\theta$  et l'indice d'hydrophobicité IH en fonction de l'angle de déclinaison  $\alpha$  de la surface de l'échantillon de verre, pour les différents paramètres mis en jeu dans le cas de l'état vieilli de la surface polluée du verre sans suie à  $\sigma = 2$ mS.

XYZ	<i>α</i> (°)	$\theta(^{\circ})$	HI	<i>α</i> (°)	$\theta(^{\circ})$	HI	<i>α</i> (°)	$\theta(^{\circ})$	HI	<i>α</i> (°)	$ heta(^\circ)$	HI	<i>α</i> (°)	$ heta(^\circ)$	HI
105/106	0	(0.0		1.5	757		27			25.0	00	1	<b>5</b> 1	01.5	1
135/136	0	69.9	2	15	/5./	2	27	//./	2	35.8	80	1	51	81.5	1
235/236	0	67	2	19	72	2	35.7	76.7	2	51	78.5	2	57.5	80.6	1
335/336	0	54	2	19	56	2	35.7	59.4	2	40.5	64.8	2	51.1	70	2
435/436	0	44.2	3	7.5	49.3	3	19	52.5	2	30	56.5	2	45.5	63	2



Figure IV.3 : Angle de contact  $\theta$  en fonction de l'angle de déclinaison  $\alpha$  pour différents volumes de la goutte, dans le cas de l'état vieilli de la surface polluée du verre sans suie à  $\sigma = 2 \text{mS}.$ 

**Tableau IV.4 :** L'angle de contact  $\theta$  et l'indice d'hydrophobicité IH en fonction de l'angle de déclinaison  $\alpha$  de la surface de l'échantillon de verre, pour les différents paramètres mis en jeu dans le cas de l'état vieilli de la surface polluée du verre sans suie à  $\sigma = 5$ mS.

XYZ	$\alpha(^{\circ})$	$\theta(^{\circ})$	HI	<i>α</i> (°)	$\theta(^{\circ})$	HI	<i>α</i> (°)	$\theta(^{\circ})$	HI	<i>α</i> (°)	$ heta(^\circ)$	HI	<i>α</i> (°)	$\theta(^{\circ})$	HI
135/136	0	60.8	2	14.8	62.5	2	26.6	66.5	2	40	71	2	64	75.7	2
235/236	0	56.8	2	14.8	58.2	2	35.2	60.1	2	50.3	62.2	2	74	75	2
335/336	0	52.5	2	14.8	54.6	2	30.8	56.3	2	35.2	58.8	2	40	62.7	2
435/436	0	36.5	3	7.4	38.5	3	18.7	50	2	26.6	53.2	2	30.8	60.2	2



Figure IV.4 : Angle de contact  $\theta$  en fonction de l'angle de déclinaison  $\alpha$  pour différents volumes de la goutte, dans le cas de l'état vieilli de la surface polluée du verre sans suie à  $\sigma = 5 \text{mS}.$ 

**Tableau IV.5 :** L'angle de contact  $\theta$  et l'indice d'hydrophobicité IH en fonction de l'angle de déclinaison  $\alpha$  de la surface de l'échantillon de verre, pour les différents paramètres mis en jeu dans le cas de l'état de la surface propre (sans pollution humide) du verre vierge recouvert de suie.

XYZ	$\alpha(^{\circ})$	$\theta(^{\circ})$	HI	<i>α</i> (°)	$ heta(^\circ)$	HI									
135/136	0	116.5	1	1.9	110.6	1	3.2	106.2	1	4	103.7	1	5.2	90	1
235/236	0	127.8	1	1.3	113.2	1	1.9	106.6	1	2.5	98.8	1	3.2	86.1	1
335/336	0	134.4	1	0.7	98.7	1	1.3	91	1	1.9	85.3	1	2.5	80.4	1
435/436	0	136.3	1	0.5	115.5	1	1	98.4	1	1.5	93.5	1	2	84.3	1



Figure IV.5 : Angle de contact  $\theta$  en fonction de l'angle de déclinaison  $\alpha$  pour différents volumes de la goutte, dans le cas de l'état de surface (sans pollution humide) du verre vierge recouvert de suie.

**Tableau IV.6 :** L'angle de contact  $\theta$  et l'indice d'hydrophobicité IH en fonction de l'angle de déclinaison  $\alpha$  de la surface de l'échantillon de verre, pour les différents paramètres mis en jeu dans le cas de l'état de surface du verre recouvert de suie et vieilli à sec (sans pollution humide).

XYZ	<i>α</i> (°)	$\theta(^{\circ})$	HI	<i>α</i> (°)	$ heta(^\circ)$	HI									
135/136	0	128.7	1	8.6	112.1	1	11.5	108.5	1	14.5	106.6	1	27	100	1
235/236	0	118.2	1	7	117.3	1	11.5	115.5	1	23.5	110.5	1	30	108.3	1
335/336	0	116	1	1.5	110.4	1	2.5	106.2	1	4.5	100.1	1	5.5	98.4	1
435/436	0	114	1	0.7	112	1	1.5	105	1	2	99.9	1	3	90.5	1



**Figure IV.6 :** Angle de contact  $\theta$  en fonction de l'angle de déclinaison  $\alpha$  pour différents volumes de la goutte, dans le cas de l'état de surface du verre recouvert de suie et vieilli à sec (sans pollution humide).

**Tableau IV.7 :** L'angle de contact  $\theta$  et l'indice d'hydrophobicité IH en fonction de l'angle de déclinaison  $\alpha$  de la surface de l'échantillon de verre, pour les différents paramètres mis en jeu dans le cas de l'état de surface du verre recouvert de suie et vieilli sous pollution humide à  $\sigma = 2$ mS.

XYZ	<i>α</i> (°)	$\theta(^{\circ})$	HI	<i>α</i> (°)	$\theta(^{\circ})$	HI	<i>α</i> (°)	$\theta(^{\circ})$	HI	<i>α</i> (°)	$ heta(^\circ)$	HI	<i>α</i> (°)	$ heta(^\circ)$	HI
135/136	0	117.1	1	11.5	111.3	1	23.5	95.9	1	40.5	90.7	1	48.5	75.6	2
235/236	0	114	1	11.5	104.9	1	20.5	100.7	1	30	97.8	1	37	85.9	1
335/336	0	110	1	11.5	100.5	1	17.5	100.5	1	23.5	92.4	1	30	89.4	1
435/436	0	106	1	6	90	1	14.5	84	1	30	57.5	2	37	50.5	2



Figure IV.7 : Angle de contact  $\theta$  en fonction de l'angle de déclinaison  $\alpha$  pour différents volumes de la goutte, dans le cas de l'état de surface du verre recouvert de suie et vieilli sous pollution humide à  $\sigma = 2$ mS.

**Tableau IV.8 :** L'angle de contact  $\theta$  et l'indice d'hydrophobicité IH en fonction de l'angle de déclinaison  $\alpha$  de la surface de l'échantillon de verre, pour les différents paramètres mis en jeu dans le cas de l'état de surface du verre recouvert de suie et vieilli sous pollution humide à  $\sigma = 5$ mS.

XYZ	<i>α</i> (°)	$ heta(^\circ)$	HI	<i>α</i> (°)	$\theta(^{\circ})$	HI	<i>α</i> (°)	$\theta(^{\circ})$	HI	$\alpha(^{\circ})$	$\theta(^{\circ})$	HI	<i>α</i> (°)	$\theta(^{\circ})$	HI
135/136	0	116.6	1	11.5	113.8	1	23.5	110.4	1	37	116.4	1	53	100.2	1
235/236	0	118.5	1	11.5	110.6	1	23.5	108.3	1	37	103.3	1	53	98.5	1
335/336	0	120.8	1	11.5	108	1	23.5	104.2	1	37	100.4	1	53	95.2	1
435/436	0	136.1	1	6	102.4	1	18	97	1	24	93	1	27	86	1



Figure IV.8 : Angle de contact  $\theta$  en fonction de l'angle de déclinaison  $\alpha$  pour différents volumes de la goutte, dans le cas de l'état de surface du verre recouvert de suie et vieilli sous pollution humide à  $\sigma = 5$ mS



Figure IV.9 : Histogramme de l'angle de contacte  $\theta$  en fonction du volume de la goutte à  $\alpha = 0^{\circ}$ .

T1 :l'état vierge de la surface propre du verre sans suie.

T2 :l'état vieilli de la surface propre du verre sans suie.

T3 :l'état vieilli de la surface polluée du verre sans suie à  $\sigma = 2$ mS.

T4 :l'état vieilli de la surface polluée du verre sans suie à  $\sigma = 5$ mS.

T5 :l'état de la surface propre (sans pollution humide) du verre vierge recouvert de suie.

T6 :l'état de la surface propre (sans pollution humide) du verre vieilli recouvert de suie.

- T7 :l'état de surface du verre recouvert de suie et vieilli sous pollution humide à  $\sigma = 2$ mS.
- T8 :l'état de surface du verre recouvert de suie et vieilli sous pollution humide à  $\sigma = 5$ mS.



**Figure IV.10 :** Histogramme de l'angle de contacte  $\theta$  en fonction du volume de la goutte à  $\alpha$  d'éjection (glissement de la goutte de la surface du verre).

### *Effet de la couche de suie couvrant la plaque de verre sur l'angle de contact* $\theta$ :

Les résultats de mesures donnés par les tableaux IV.1 à IV.8 et les figures IV.1 à IV.10) montrent que :

- Le verre sans suie, quel que soit l'état considéré de la surface de l'échantillon, (voir tableaux IV.1, IV.2, IV.3, VI.4, et figures (IV.1, IV.2, IV.3, IV.4) présente un aspect de surface hydrophile (θ< 90°). (Voir figure IV.12 a et b)</li>
- La couche de suie déposée sur la surface du verre, quel que soit l'état considéré de la surface de l'échantillon, (voir tableaux IV.5, IV.6, IV.7, IV.8, et figures (IV.5, IV.6, IV.7, IV.8) confère au matériau un aspect de surface hydrophobe (θ>90°), voir superhydrophobe (θ≈150°). (Voir figure IV.13 a et b)

Effet de la déclinaison  $\alpha$  de la surface de la plaque de verre sur l'angle de contact  $\theta$  en fonction de l'état de cette surface: (voir tableaux IV.1 à IV.8 et figures IV.1 à IV.8)

- Les résultats de mesures dans les cas de verre <u>sans suie</u>, quel que soit l'état de surface de l'échantillon, dressés dans les tableaux suivants (IV.1, IV.2, IV.3, IV.4), et traduits par les différentes caractéristiques illustrées par les figures (IV.1, IV.2, IV.3, IV.4), IV.3, IV.4), montrent que l'angle de contact θ augmente à mesure que l'angle de déclinaison α augmente, tout en gardant toutefois son aspect hydrophile, et ceci quel que soit la variante (X, Y, Z) considérée.
- A l'inverse, les résultats de mesures dans les cas de verre <u>avec suie</u>, quel que soit l'état de surface de l'échantillon, dressés dans les tableaux suivants (IV.5, IV.6, IV.7, IV.8), et traduits par les différentes caractéristiques illustrées par les figures (IV.5, IV.6, IV.7, IV.8), montrent que l'angle de contact θ diminue à mesure que l'angle de déclinaison α augmente; Le matériau perd son caractère superhydrophobe, mais garde toutefois son aspect hydrophobe, ceci est vrai quel que soit la variante (X, Y, Z) considérée.

## À l'état vierge, comme vieilli (avec ou sans pollution) :

- Lorsque l'angle de déclinaison α atteint une valeur limite relative à chaque état de surface considéré, résumé dans le tableau (IV. 9) et la figure (IV.10) ci-dessous, les gouttes d'eau de faible volume (0,1 µl) simulant une pluie fine, glissent à la surface de la plaque de verre sans suie, alors que ces premières roulent sur la surface de verre recouverte de suie.
- Il est à remarquer que l'éviction de la goutte s'opère à de plus grandes déclinaisons  $\alpha$  de la plaque de verre vieillie (à l'exception du cas du verre sans suie vieilli sous pollution à  $\sigma = 2mS$  sauf imprécision de la mesure), et ce dépendamment de la conductivité de la solution polluante ; Plus  $\sigma$  augmente, plus  $\alpha_{(éviction)}$  augmente. Ceci reste vrai pour le verre recouvert d'une couche de suie.
- Il est également à noter que la couche de suie qui confère au verre un caractère superhydrophobe laisse rouler la goutte à des angles d'éviction plus petits relativement aux cas du verre sans couche de suie.
- Les constatations ci-dessus relevées, restent vraies dans le cas des volumes de goutte moyens (0,2 et 0,3 μl) simulant une pluie modérée, et dans le cas de volumes plus importants (0,4 μl) simulant une pluie forte.

Etat de	surface		Ver	rre sans suie			Ve	rre avec suie	
		Vierge	Vieilli	Vieilli avec	Vieilli avec	Vierge	Vieilli	Vieilli avec	Vieilli avec
			à sec	pollution à	pollution à		à sec	pollution à	pollution à
				σ=2 mS	σ=5 mS			σ=2 mS	σ=5 mS
Angle	v=0,1 µl	60	85	70	75	6	29	57	60
limite	v=0,2 µl	50	57	60	70	3.5	20	46	58
d'éviction	v=0,3 µl	25	40	55	65	3	6	30	55
$\alpha_{\text{éviction}}(^{\circ})$	v=0,4 µl	23	35	50	60	2.5	4	25	30

**Tableau IV. 9 :** Angle limite d'éviction de la goutte.



Figure IV.11 : Histogramme de l'angle limite d'éviction de la goutte  $\alpha_{(éviction)}$  en fonction du volume de la goutte.

## <u>Effet du volume des gouttes d'eau posées sur la surface de la plaque de verre ( quel</u> <u>que soit l'état de surface):</u>

Les résultats de mesures dans les cas de verre avec et sans suie et quel que soit l'état de surface de l'échantillon, dressés dans les tableaux suivants (IV.1 à IV.8), montrent que plus le volume de la goute augmente (de 0.1 à 0.4 µl), plus l'angle d'éviction α éviction de la goutte diminue, car celle-ci glisse sous l'effet de son

poids, pour des déclinaisons  $\alpha$  de la surface plus faibles. (Exception faite pour quelques cas qui peut revenir à une imprécision de la mesure).

- Dans les cas de verre sans suie, Vu le caractère hydrophile du verre, à l'angle α=0° de déclinaison de la surface du verre, plus le volume de la goutte est grand, plus la goutte a tendance à s'étaler, ce qui se traduit par des angles de contact θ plus faibles(voir figure IV.9).
- A mesure que l'angle de déclinaison α augmente, la goutte glisse sur la surface en formant un front de plus en plus arrondie (Voir figure IV.12 a et b), ce qui se traduit par des angles de contact θ plus grand, et c'est pourquoi lorsque le volume de celle-ci augmente, le rayon de son front augmente, d'où l'inversion dans l'ordre observé à α = 0° donnant ainsi des angles de contact θ plus importants à mesure que le volume de la goutte augmente. Ceci est vrai au delà d'une valeur critique de α, spécifique à chaque état de surface et aux paramètres mis en jeu.
- Toutefois, la goutte glisse en laissant derrière elle un effet de mouillage de la surface (voir figure IV.12).



a) Etalage d'une goutte d'eau posée sur la surface hydrophile du verre à  $\alpha = 0^{\circ}$ .

b) Goutte d'eau à front arrondie posée sur la surface hydrophile du verre à  $\alpha > 0^{\circ}$ .

Figure IV.12 : Gouttes d'eau posée sur une surface hydrophile.

- Dans les cas de verre avec suie Vu le caractère superhydrophobe du verre recouvert de suie, à l'angle  $\alpha=0^{\circ}$  de déclinaison de la surface du verre, la goutte est quasi sphérique. Et plus le volume de la goutte est grand, plus la goutte est grosse et ronde et plus son rayon est important, ce qui se traduit par des angles de contact  $\theta$  plus élevés (voir figure (**IV.13** a)et (**IV.14**)).
- A mesure que l'angle de déclinaison α augmente, la goutte a tendance à rouler sur la surface en amassant des particules de suie qui se collent à son front, déformant

ainsi sa forme arrondie (voir figure **IV.13** b), ce qui se traduit par des angles de contact  $\theta$  moins importants, et c'est pourquoi lorsque le volume de celle-ci augmente, la déformation de son front est plus accentuée sous l'effet du poids, d'où l'inversion dans l'ordre observé à  $\alpha = 0^{\circ}$  donnant ainsi des angles de contact  $\theta$  plus faible à mesure que le volume de la goutte augmente. Ceci est vrai au delà d'une valeur critique de  $\alpha$ , spécifique à chaque état de surface et aux paramètres mis en jeu.

• Toutefois, la goutte roule sans laisser derrière elle un effet de mouillage de la surface (voir figure **IV.13**).



Figure IV.13 : Gouttes d'eau posée sur une surface superhydrophobe.

a) Une goutte d'eau perle sur la surface superhydrophobe du verre (avec suie) à α = 0°.
b) Une goutte d'eau à front arrondi perle sur la surface superhydrophobe du verre (avec suie) inclinée à α > 0°.



**Figure IV.14 :** L'angle de contacte  $\theta$  en fonction du volume de la goutte à  $\alpha = 0^{\circ}$ .

### Effet de la conductivité des gouttes d'eau posées sur la surface de la plaque de verre:

Comme déjà mentionné plus haut, la conductivité des gouttes d'eau posées sur la surface de la plaque de verre avec ou sans suie n'a, quant à elles, aucun effet remarquable sur l'angle de contact  $\theta$  qui reste inchangé pour les variantes X3Z et X4Z. Pour rappel, Y=3 pour  $\sigma = 2mS$  et Y=4 pour  $\sigma = 5mS$ ,

Nous pouvons ainsi déduire que la conductivité des gouttes d'eau posées sur la surface du verre ne contribue pas dans la dégrade de la propriété superhydrophobe de la surface de verre.

## Effet de la distribution des gouttes d'eau sur la surface de la plaque de verre :

Il est également à rappeler, que l'effet de la distribution des gouttes d'eau sur la surface de la plaque de verre avec ou sans suie, aussi bien vierge que vieillie, n'est pas notable ; Les résultats obtenus dans le cas des variantes XY5 et XY6 restent inchangés. Pour rappel, Z=5 pour une distribution linéaire et Z=6 pour une distribution en zigzag des gouttes.

## **Chapitre IV :**

Ceci laisse déduire que quelque soit l'orientation de la pluie sur la surface de la plaque de verre, l'hydrophilie/hydrophobie de cette dernière n'est pas affectée.

## *Effet de l'état de surface de la plaque de verre et de la conductivité de la solution polluante sur l'hydrophobicité du matériau :*

- De sa nature lisse, la surface de la plaque de verre (sans suie) se trouve affectée par un vieillissement, aussi bien à sec que sous pollution. La décharge glissante résultant de l'application de la contrainte de champ électrique laisse des traces sur cette surface qui lui font perdre son aspect lisse, ce qui atténue son caractère hydrophile (figures **IV.15** b,c,d). De même, une pollution conductrice augmente l'effet thermique de la décharge qui laisse des traces plus profondes, ce qui atténue davantage son caractère hydrophile, d'où un angle de contact  $\theta$  plus important enregistré dans ce cas (figures **IV. 9** et **IV.10**). Cependant, une forte conductivité de la pollution ( $\sigma = 5mS$ ) accentue l'effet thermique qui accompagne la décharge, ce qui pourrait dégrader la qualité de la surface du verre et diminuer de l'hydrophobie gagnée de surface.
- Cependant, la superhydrophobie de la surface de la plaque de verre recouverte de suie se trouve affectée par un vieillissement, aussi bien à sec que sous pollution, de cette dernière (figure **IV.9** et **IV.10**), à l'exception du cas de vieillissement à sec (sauf imprécision dans la mesure). Ceci parce que la décharge détruit partiellement, sur son passage, les piques de suie (qui confèrent au verre ce caractère superhydrophobe) et qui se dégagent alors en poussière volatile noirâtre (figures **IV.15** f,g,h), d'où des angles de contact  $\theta$  plus faibles relativement au cas vierge, tout en conservant un caractère hydrophobe, voir même partiellement superhydrophobe. Cette approche est étayé par le fait que pour des gouttes de fort volume, celles-ci peuvent rester perchées sur les piques de suie plus au moins rapprochés, ce qui explique la valeur élevée de l'angle de contact  $\theta$  de la goutte de volume 0,4 µl posée sur la surface de verre recouverte de suie vieillie sous pollution humide conductrice à  $\sigma = 5mS$ .

## Nous pouvons ainsi déduire que:

A l'état de jeunesse, le verre sans suie (état vierge) est hydrophile. Son vieillissement sur site causé par les multiples contournements subit (état vieilli à sec) et les conditions environnementales imposées par le site d'exploitation dont dépend le degré de pollution qui peut être faible où élevé (états vieillis sous

pollution à  $\sigma = 2mS$  et  $\sigma = 5mS$  respectivement), engendre l'atténuation de ce caractère, sans toutefois le rendre hydrophobe (figure IV.9 et IV.10).

- A l'inverse, le verre recouvert de suie est superhydrophobe à sa jeunesse (état vierge), et son vieillissement affecte partiellement ce caractère, surtout en présence de pollution humide (pluie fine à modérée), alors que l'effet de ce premier (vieillissement) n'est pas notable en cas de forte pluie, vu que la taille importante des gouttes d'eau compense cette perte et fait regagner au matériau son caractère superhydrophobe.
- Il est également à remarquer que dans le cas du verre recouvert de suie, les angles d'éviction  $\alpha_{éviction}$  reste faibles, ce qui favorise le lavage des surfaces superhydrophobes des isolateurs, en particuliers lors des fortes pluies.

## IV.3 Analyse par microscopie optique

La microscopie optique nous a permis d'avoir des informations sur le relief des échantillons analysés du verre, soient pour les états vierge, vieillie à sec (propre), vieillie sous pollution humide de conductivité  $\sigma = 2 \text{ mS}$  et  $\sigma = 5 \text{ mS}$ , et ce aussi bien dans le cas du verre recouvert de suie que sans la couche de suie. Les observations et les prises photographiques effectuées par le microscope optique à des grossissement de 400 et 1000 fois, ont permis de voir l'aspect de surface de chacun des états étudiés et de révéler les importantes modifications opérées dans la structure morphologique de surface de ces échantillons.

- La surface du verre vierge sans suie est lisse et uniforme, ce qui lui confère le caractère hydrophile confirmé par la mesure de l'angle de contact θ (figure IV.15.a).
- La surface du verre vierge recouvert d'une couche de suie est hétérogène et rugueuse, ce qui lui confère le caractère superhydrophobe confirmé par la mesure de l'angle de contact θ (figure IV.15.e) et (figures IV.9 et IV.10).
- L'observation au microscope a révélé des traces provoquées par la décharge électrique sur les échantillons de matériau (verre avec et sans suie) vieilli sous contrainte de champ électrique à l'état propre et pollué.
- Lors du vieillissement à sec de la surface du verre sans suie, la décharge électrique a provoqué de légères saignées localisées, retraçant sa trajectoire. Ces dernières ont fait perdre au verre son aspect lisse, ce qui atténue son caractère hydrophile révélé

par l'augmentation de l'angle de contacte  $\theta$  mesuré (figures **IV.15.b**) et (figures **IV.9** et **IV.10**).

- La pollution conductrice augmente l'effet thermique de la décharge qui laisse des traces plus profondes rendant la surface rugueuse, ce qui atténue davantage son caractère hydrophile, d'où un angle de contact θ plus important enregistré dans ce cas (figures IV.15.c) et (figures IV.9 et IV.10).
- Une forte conductivité de la pollution (5 mS) accentue l'effet thermique qui accompagne la décharge. Les traces laissées par cette dernière sont plus larges (figures IV.15.d), ce qui aurait dégradé la qualité de la surface du verre et diminué de l'hydrophobie gagnée de surface (figures IV.9 et IV.10).
- Le vieillissement à sec de la surface de la plaque de verre recouverte de suie laisse voir au microscope optique des traces nettes du chemin de la décharge qui a balayé à son passage la suie préalablement déposée (figures **IV.15.f**).
- La pollution humide conductrice ravive la décharge qui, en plus de balayer la suie, laisse derrière elle des traces de carbonisation et un dépoli de la surface (figure IV.15.g). Ceci affecte le caractère superhydrophobe de ce matériau qui est confirmé par la diminution de l'angle de contact θ à σ = 2 mS (figure IV.9 et IV.10).
- Le vieillissement sous pollution sévère à  $\sigma = 5 \text{ mS}$  laisse apparaitre des traces réparties sur toute la surface de l'échantillon de verre (recouvert de suie) qui suivent une trajectoire sinueuse sous forme d'arborescence (figure IV.15.h). Cela donne à la surface du matériau un aspect rugueux qui améliore le caractère superhydrophobe du matériau, relativement aux autres états du matériau vieilli (à sec et sous pollution à  $\sigma = 2 \text{ mS}$ ), confirmé par l'augmentation de l'angle de contact  $\theta$  (figure IV.9 et IV.10). De plus, la salinité de la couche de pollution favorise la naissance des arcs électriques suite à l'établissement d'un courant de fuite à travers la couche superficielle et le caractère superhydrophobe du verre (avec suie) laisse les gouttes d'eau perler en surface du matériau (figure IV.20), ce qui constitue des points de concentration de la décharge provoquant une sévère altération de l'état de surface de celui-ci.



Figure IV.15 : Photographies prises par le microscope optique avec un grossissement de 10×100 fois des différents échantillons de :

<u>Verre sans suie</u>: a) vierge, b) vieilli à sec, c) vieilli polluée à  $\sigma = 2 \text{ mS}$  et d) vieilli polluée à  $\sigma = 5 \text{ mS}$ ).



Figure IV.16 : Photographies prises par le microscope optique avec un grossissement de 10×100 fois des différents échantillons de :

<u>Verre avec suie</u> : e) vierge, f) vieilli à sec, g) vieilli polluée à  $\sigma = 2 \text{ mS}$  et h) vieilli polluée à  $\sigma = 5 \text{ mS}$ ).



Figure IV.17 : Gouttes d'eau posée sur une surface superhydrophobe.

## IV.4 présentation, interprétation et discussion des résultats d'essais électriques

IV.4.1 Mesure de la résistance

## IV.4.1.1 Mesure de la résistance transversale

La résistance transversale  $R_t$  est déterminée par la pente de la caractéristique  $V(I)_t$  et la résistivité transversale  $\rho_t$  calculée par l'équation (**II.18**) sont dressées dans le tableau (**IV.10**) pour un état vierge du verre.

**Tableau IV.10 :** Mesure de la résistance transversale et de la résistivité transversale du verre vierge.

	Résistance $R_t(x10^{10} \Omega)$	Résistivité $\rho_t (x 10^{10} \Omega.m)$
Verre	3,08471	1.085

## IV.4.1.2 Mesure de la résistance superficielle

La résistance superficielle  $R_s$ , déterminée par la pente de la caractéristique  $V(I)_s$  et la résistivité superficielle  $\rho_s$  calculée par l'équation (**II.21**) sont dressées dans le tableau (**IV.11**) pour un état vierge du verre.

**Tableau IV.11 :** Mesure de la résistance superficielle et de la résistivité superficielle du verre vierge.

	Résistance $R_s(x10^6\Omega)$	Résistivité $\rho_s$ (x10 <sup>9</sup> $\Omega$ .m)
Verre	217,30754	3.139

## IV.4.2 Mesure de la rigidité diélectrique longitudinale

Le tableau **IV.12** représente les résultats de mesure de la rigidité diélectrique longitudinale El (kV/cm) du matériau verre qui est représentée par la pente de la caractéristique V(d).

	Etat de surface de l'échantillon	El (kV/cm)
a	Verre vierge propre.	15.26
b	Verre vieilli propre.	14.04
c	Verre vierge polluée à $\sigma = 2mS$ .	12.86
d	Verre vierge polluée à $\sigma = 5 \text{mS}$ .	11.58
e	Verre vieilli polluée à $\sigma = 2$ mS.	10.54
f	Verre vieilli polluée à $\sigma = 5$ mS.	8.4
g	Verre vierge avec la suie propre.	13.2
h	Verre vieilli avec la suie propre.	12.12
i	Verre vierge avec la suie polluée à $\sigma = 2mS$ .	11.34
j	Verre vierge avec la suie polluée à $\sigma = 5$ mS.	9.5
k	Verre vieilli avec la suie polluée à $\sigma = 2mS$ .	9.40
1	Verre vieilli avec la suie polluée à $\sigma = 5$ mS.	7.36

**Tableau IV.12 :** La rigidité diélectrique longitudinale El du verre.



**Figure IV.18 :** Histogramme de la rigidité diélectrique longitudinale El (kV/cm) du verre en fonction de l'état de surface de l'échantillon.


Figure IV.19 : Histogramme de la rigidité diélectrique longitudinale El (kV/cm) du verre en fonction de la conductivité de la pollution ( $\sigma = 2mS$  et  $\sigma = 5mS$ ).

À l'état propre, avec et sans suie, le verre présente une bonne rigidité diélectrique. Cependant, à l'état pollué, le verre perd de ses performances au fur et à mesure que la conductivité de la pollution déposée est élevée.

Le vieillissement électrique du matériau verre résulte une diminution de sa rigidité diélectrique qui est plus marquée avec l'augmentation de la conductivité de la couche polluante.

De plus, l'ajout de la couche de suie sur la surface du verre qui a pour avantage de conférer à ce dernier un aspect superhydrophobe, a pour inconvénient de diminuer de la rigidité longitudinale du matériau, relativement aux différents états homologues du verre sans suie étudiés.

La décharge glissante résultant de l'application de la contrainte de champ électrique a provoqué la dégradation de la surface du matériau, laissant des traces visibles au microscope optique et plus profondes avec l'augmentation de la conductivité de la couche polluante. Sous l'effet thermique qui accompagne la décharge, la pollution déposée, comme la suie ajoutée, laissent des traces de carbone sur la surface vieillie du verre. Celles-ci augmentent la conductivité superficielle du matériau, ce qui affecte directement sa rigidité longitudinale.

### IV.4.3 Mesure de capacité Cx et du facteur de perte tgo

#### IV.4.3.1 Mesure de capacité Cx

La figure (**IV.20** à **IV.23**) illustre la variation de la capacité Cx du verre, en fonction de la fréquence, sous différentes tensions de mesure. Nous remarquons une diminution importante de la capacité avec l'augmentation de la fréquence de la tension appliquée, alors que l'amplitude de cette dernière n'a pas d'influence sensible sur Cx.

Le vieillissement électrique du matériau résulte une diminution de sa capacité qui est plus marquée avec l'augmentation de la conductivité de la couche polluante.



Figure IV.20 : Capacité Cx en fonction de la fréquence du Verre vierge.



Figure IV.21 : Capacité Cx en fonction de la fréquence du Verre vieilli à sec.



Figure IV.22 : Capacité Cx en fonction de la fréquence du Verre vieilli sous pollution humide.



**Figure IV.23** : Capacité Cx en fonction de la fréquence du verre vierge, vieilli à sec et sous pollution humide.

#### IV.4.3.2 Mesure du facteur de pertes

Les figures (**IV.24** à **IV.27**) illustrent la variation du facteur de pertes tgδ du verre, en fonction de la fréquence, sous différentes tensions de mesure. Nous remarquons une diminution importante de tgδ avec l'augmentation de la fréquence de la tension appliquée, alors que l'amplitude de cette dernière n'en a pas d'influence sensible. Ce résultat implique que le matériau répond en fréquence tel un circuit équivalent à constantes localisées RC parallèle, ce qui les prédestine à un fonctionnement à fréquence élevée vu leur meilleur rendement en terme de qualité d'énergie.

Le vieillissement électrique du matériau résulte une augmentation du facteur de pertes qui est plus marquée avec l'augmentation de la conductivité de la couche polluante dans le cas du verre.



Figure IV.24 : Facteur de perte en fonction de la fréquence du verre vierge.



Figure IV.25 : Facteur de perte en fonction de la fréquence du verre vieilli à sec.



Figure IV.26 : Facteur de perte en fonction de la fréquence du verre vieilli sous pollution humide.



Figure IV.27 : Facteur de perte en fonction de la fréquence du verre vierge, vieilli à sec et sous pollution humide.

#### IV.4.3.3 Calcule de La permittivité électrique $\varepsilon_r$ et l'indice de perte $\varepsilon_r$ .tg( $\delta$ )

Les valeurs de la permittivité électrique et de l'indice de perte du verre à l'état vierge, calculées pour une tension (50V) et une fréquence (100Hz), sont représentées sur le tableau (**IV.13**).

**Tableau IV.13 :** Le calcule de permittivité électrique et de l'indice de perte.

	Permittivité ε <sub>r</sub>	l'indice de perte $\varepsilon_r.tg(\delta)$		
Verre	9.23	34.44x10 <sup>-2</sup>		

### IV.5 Présentation et discussion des résultats des analyses chimiques

#### IV.5.1 Analyse par spectroscopie infrarouge à transformé de Fourrier (IRTF)

Les spectres infrarouges à transformer de Fourier des matériaux de départ et de ceux préparés ont été enregistrés sur un spectrophotomètre, modèle (Nicolet<sup>TM</sup> IS50 FTIR), dans le domaine spectral (4000-400 cm<sup>-1</sup>) en mode ATR (réflexion totale atténuée). Les spectres obtenus sont portés sur la Figure (**IV.28**).



Figure IV.28 : Spectre IFTR des échantillons (vierges et vieillis, polluée à  $\sigma = 2$ mS et à  $\sigma = 5$ mS avec et sans suie) du verre.

S1:Verre vierge propre.

- S2: Verre vieilli propre.
- S3: Verre vieilli polluée à  $\sigma = 2mS$ .
- S4: Verre vieilli polluée à  $\sigma = 5$ mS.
- S5: Verre vierge avec la suie propre.
- S6: Verre vieilli avec la suie propre.
- S7: Verre vieilli avec la suie polluée à  $\sigma = 2mS$ .
- S8: Verre vieilli avec la suie polluée à  $\sigma = 5$ mS.

 Tableau IV.14 : Différentes bandes d'absorption caractéristique du verre.

Bandes d'absorption (cm <sup>-1</sup> )	Attribution
991-1021	Vibration d'élongation des liaisons Si-O
3430	Vibration de déformation de groupes O-H
1650	Vibration d'élongation des liaisons C-O
2859-2932-2962	Vibration d'élongation de la liaison C-H
	des groupements CH3

Les spectres FTIR relatifs aux différents échantillons avec et sans suie et avec et sans pollutions (S1, S2, S3, S4, S5, S6, S7 et S8) sont représentés sur la figure (**IV.28**). D'après ces spectres, nous remarquons la présence de deux domaines distincts : le premier domaine démarrant de 4000 à 1500 cm<sup>-1</sup> relative aux groupements hydroxyles (O-H) et les groupements liés aux liaisons (C-H et C-0, C=C, C=C) ; le second domaine, allant de 1600 jusqu'à 400 cm<sup>-1</sup> ; relatif à l'empreinte digitale du composé et des différents groupements caractérisant les liaisons structurales liés généralement au verre (Si-O, Al-O, etc...).Ainsi, nous remarquons la présence des bandes très larges situés entre 991 et 1021 cm<sup>-1</sup> ; elles sont attribuées à la liaison Si-O relative au verre.

Cependant, la pollution a fait apparaître deux bandes larges à 3430 et 1670 cm<sup>-1</sup> pour les échantillons S3 et S4; elles sont attribuées à la présence de groupent hydroxyles des O-H externes caractérisant les liaisons H-O-H.

L'application de la suie sur le verre à fait apparaître plusieurs bandes caractérisant les liaisons des composés organiques composant la suie ; par ailleurs, l'influence de vieillissement et de la pollution sur la suie associé au verre se laisse apparaître par la présence accentué de nouvelles bandes de vibration. D'après les différents spectres des échantillons S5-S8, nous remarquons la présence des pics caractérisant les groupements fonctionnels à 2962, 2932 et 2859 cm<sup>-1</sup> des liaisons CH2 et CH3 respectivement ; relatifs aux cycles aliphatiques de la suie. Ces pics sont beaucoup plus intenses quand les échantillons ne sont pas soumis à la pollution (S5-S6). D'autres part, au fur et à mesure que la pollution est accentuée, de larges bandes apparaissent vers 3430 cm-1 qui sont attribuées à la présence des OH externes indiquant la présence d'eau (H-O-H).

De l'autre coté des différents spectres (1600-500 cm<sup>-1</sup>), plusieurs bandes intenses apparaissent, elles sont attribuées aux différents cycles aromatiques composant la suie. Les bandes remarquées à 1470 cm<sup>-1</sup> sont attribuées aux groupements fonctionnels des liaisons C-H des cycles aliphatiques CH2 et CH3, ces pics sont beaucoup plus intenses à mesure que la pollution augmente.

D'autres parts, on remarque la présence d'une large bande à 1650 cm<sup>-1</sup>, elle est attribuée à la présence de cycles aromatiques C-C, C-H et C-O-C. La structure du verre est très influencée par la présence de la suie et de la pollution, nous le remarquons par la présence et l'élargissement des pics à 991 cm<sup>-1</sup>, relatif à la liaison Si-O.

### IV.5.2 Analyse par fluorescence des rayons X (FRX)

L'analyse par fluorescence X pour les différents échantillons analysés du verre effectuée par un spectromètre de fluorescence des Rayons X, modèle (Sci Aps X-200) nous a permis de déterminer sa composition chimique. Les résultats obtenus sont portés dans le tableau (**IV.15**).

Eléments(%)	<b>S1</b>	S2	<b>S3</b>	S4	<b>S</b> 5	<b>S6</b>	S7	<b>S8</b>
Echantillons								
E.L (Léger)	48.08	48.71	47.14	48.63	37.31	32.44	35.75	34.35
Al (Aluminium)	0.608	0.572	0.677	0.563	/	/	/	/
S (Sulfur)	0.212	0.214	0.165	0.237	/	0.030	0.025	/
Ca (Calcium)	6.34	6.30	6.15	6.31	0.135	1.91	3.90	1.53
Fe (Iron)	0.115	0.112	0.099	0.114	0.050	0.101	0.117	0.092
Zn (Zinc)	0.024	0.001	0.060	0.001	0.001	0.013	0.001	0.001
Sr (Strontium)	0.005	0.005	0.003	0.005	0.005	0.006	0.006	0.005
Pb (Lead)	0.001	/	0.001	0.001	/	0.001	0.001	0.001
Mg (Magnésium)	2.72	2.70	2.84	2.65	/	/	/	/
Si (Silicon)	41.50	41.02	42.52	41.13	62.49	65.47	60.04	64.02
K (Potassium)	0.344	0.352	0.168	0.335	/	/	0.137	/
Mn (Manganese)	0.006	/	0.006	0.005	0.004	0.004	/	/
Cu (Copper)	0.045	0.002	0.128	0.003	0.001	0.024	0.001	0.001
Rb (Rubidium)	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001	0.001
Zr (Zirconium)	0.010	0.010	0.006	0.009	0.008	0.010	0.010	0.010
As (Arsentic)	/	0.000	/	/	/	/	/	/
Ni (Nickel)	/	/	0.002	/	/	/	/	/
Ti (Titanium)	/	/	0.042	/	/	/	/	/

**Tableau IV.15 :** Composition chimiques des échantillons du verre

D'après le tableau (**IV.15**) donnant la composition chimique des différents échantillons, nous remarquons que les teneurs de l'élément silicium augmentent en fonction de la présence de la suie, la pollution et le vieillissement n'ont pas une grande influence. Cette variation est directement liée à l'application de la silicone sur le verre, cependant la pollution à différentes conductivités affecte légèrement la teneure en silicium.

Le verre est un matériau amorphe non cristallin de composition SiO2-CaO- Na2O (verre silico sodo calcique), les teneurs en calcium se trouvent aussi variés selon les différents procédés. Le vieillissement a attaqué le calcium et se trouve légèrement diminué à 6.30 %, cependant la pollution par le sel affecte la composition du verre variant ainsi la

teneur en calcium de 6.15 à 6.31 %. C'est en appliquant la suie et la pollution que la teneur en calcium diminue considérablement jusqu'à une teneur de 0.135 %.

Les éléments légers sont caractérisés par la présence d'autres éléments chimiques tels que le carbone, l'hydrogène, le bore, l'azote, l'oxygène et le fluor. Selon ce tableau, la teneur en éléments légers est très importante dans le verre qui est en moyenne de 48 % ; elles sont dues à la présence de résines ou d'ajouts auxiliaires pour améliorer la qualité des verres. Cependant, les effets du vieillissement et de la pollution n'ont pas une grande influence sur la composition en éléments légers. C'est lorsqu'on applique la suie qu'une différence notable de la teneur en éléments légers est remarquée, elle diminue jusqu'à 37 % (S5) pour atteindre les 34 % sur l'échantillon S8. La pollution de conductivité 5mS à une grande influence sur les éléments légers du verre enduit de suie.

# IV.6 Présentation et discussion des résultats des analyses thermiques IV.6.1 Analyse thermogravimétrique (ATG)



Figure IV.29 :Thermo-grammes ATG des échantillons (vierges et vieillis, polluée à  $\sigma = 2mS$  et  $\sigma = 5mS$ ) avec suit du verre.

#### IV.6.2 Analyse thermique différentielle (ATD)



Figure IV.30 :Thermo-grammes de l'ATD des échantillons (vierges et vieillis, polluée à  $\sigma = 2mS$  et à  $\sigma = 5mS$ ) avec suit du verre.

Selon les graphes présentés sur les figures **IV.29** et **IV.30** donnant les comportements thermiques des échantillons S5, S6, S7 et S8. Ces comportements sont traduits par les pertes en masse (ATG) et l'analyse thermique différentielle (ATD) en fonction de l'élévation de la température de 30 à 575 °C où nous remarquons ce qui suit :

Selon le diagramme ATG de l'échantillon S5 (figures IV.29), deux pertes de masses sont enregistrées ; l'une entre 30 et 275 °C et l'autre entre 275 et 575 °C. Dans le premier domaine des températures, ces pertes de masse (~ 0.7%) sont dues à la déshydratation de l'eau d'hydratation (30-100 °C), remarqué par le pic endothermique (ATD) représenté sur la figure IV.30. Entre 100-275 °C l'échantillon continue de perdre une masse de 3.4 %, elles sont dues à la combustion des matières organiques des groupements aliphatiques et aromatiques de la suie. Un pic endothermique centré à 275 °C est remarqué sur l'ATD (Figure IV.30) de l'échantillon S5 qui correspond à la transformation allotropique du quartz α →quartz β composant le verre sans pertes de masse. A la deuxième phase lors de

l'élévation de la température (275-575 °C), l'échantillon perd en moyenne 9,8 % de sa masse, ces pertes sont dues aux impuretés existant dans le verre.

- L'échantillon vieilli portant la suie (S6) à un comportement différent lors de l'élévation des températures. Ce dernier présente une légère perte de masse d'environ 1% entre 30- 230 °C qui est dues à la perte de l'eau hygroscopique et aux matières organiques composant la suie. Entre 230 et 400 °C, les pertes de masse de ces échantillons sont quasi minimes (~0.3 %). Au delà de 400 °c, les pertes de masse sont évaluées à 2.9 %. Il semblerait que la suie joue un rôle de protection du verre, le vieillissement n'a pas affecté le verre ; on le remarque par l'absence du pic endothermique (275 °C) caractérisant la transformation quartz α →quartz β composant le verre.
- La pollution appliquée sur les échantillons S7 et S8 affecte considérablement ces échantillons. En effet, plus la conductivité augmente plus les pertes de masse augmentent (figure IV.29). Elles évoluent de 0.2 et 0.27% entre 160 et 400 °C respectivement pour S7 et S8. L'augmentation des masses des différents échantillons entre 30-200 °C, remarqué par les pics endothermiques centrés à 50 °C (Figure IV.30) sont dues à la présence excessive de l'eau d'hydratation (pollution) sur la surface du verre. Au delà de 400 °C, les échantillons S7 et S8 perdent en moyenne 3,5 et 3,3 % respectivement.

# **IV.7** Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté et discuté les résultats de recherche des états d'hydrophilie, d'hydrophobie et de superhydrophobie de la surface d'une plaque de verre avec et sans couche de suie, en fonction de la déclinaison de cette plaque sous l'effet de différents paramètres mis en jeu, tels que le volume, la distribution et la conductivité des gouttes d'eau qui y sont déposées, ceci pour huit aspects de surface du verre avec et sans suie répondant aux états vierge, vieilli à sec et vieilli sous pollution humide conductrice de conductivité  $\sigma=2$  mS et  $\sigma=5$  mS.

Les différents résultats de mesures et d'analyses obtenus lors de cette étude nous ont permis de faire certaines constatations et de tirer quelques conclusions que nous résumons comme suit :

Le volume des gouttes d'eau décide du comportement de celles-ci sur la surface isolante;

- Les résultats des mesures électriques et physiques, étayées par les observations au microscope optique et les analyses chimiques FTIR, FRX, ATG et DTG, ont montré que la structure du verre est très influencée par la présence de la suie et de la pollution, et que le vieillissement électrique sous des conditions de pollution sévère (conductivité σ=5mS) dégrade les propriétés électriques du verre (rigidité électrique Ed, facteur de pertes électrique tgδ, capacité Cx), mais en revanche améliore le caractère hydrophobe de sa surface en la rendant rugueuse ; Cela baisse l'énergie de surface et rend la zone de contact entre le solide (verre) et le fluide (gouttes) négligeable. Ceci peut s'expliquer par l'arrangement nano et micro structuré produit par le passage de la décharge, et par la grande quantité d'air qui est emprisonnée dans la topographie, ce qui rend les frictions entre l'eau et l'air, et l'air et l'air quasi nulles [57].
- L'effet de la distribution des gouttes d'eau sur la surface de la plaque de verre ainsi que leur conductivité, n'est pas notable.
- Le verre sans suie, présente un aspect de surface hydrophile. Dans ce cas, l'angle de contact θ augmente à mesure que l'angle de déclinaison α augmente, tout en gardant, toutefois, son aspect hydrophile.
- La couche de suie déposée sur la surface du verre confère au matériau un aspect de surface quasi-superhydrophobe. A l'inverse du cas précédent, l'angle de contact θ diminue à mesure que l'angle de déclinaison α augmente ; Le matériau perd son caractère superhydrophobe, mais garde toutefois son aspect hydrophobe.
- L'éviction de la goutte s'opère à de plus grandes déclinaisons α de la plaque de verre vieillie et ce dépendamment de la conductivité de la solution polluante ; Plus σ augmente, plus α<sub>(éviction)</sub> augmente. Ceci reste vrai pour le verre avec ou sans couche de suie. Il est à noter qu'avec la couche de suie les angles d'éviction sont plus petits relativement aux cas du verre sans couche de suie.

### Plus le volume de la goute augmente,

- $\circ$  plus l'angle d'éviction α<sub>éviction</sub> de la goutte ne diminue, car celle-ci glisse sous l'effet de son poids, pour des déclinaisons α de la surface plus faibles.
- plus la goutte a tendance à s'étaler, se traduisant par des angles de contact θ
   plus faibles à α=0° et dans le cas du verre sans suie.

- plus les angles de contact θ sont importants à α>0° et dans le cas du verre sans suie car la goutte glisse sur la surface en formant un front de plus en plus arrondie, en laissant derrière elle un effet de mouillage de la surface.
- o plus la goutte est grosse et ronde et plus les angles de contact θ sont plus élevés à <u>α=0° et dans le cas du verre avec suie.</u>
- Moins les angles de contact  $\theta$  sont importants à  $\alpha > 0^\circ$  et dans le cas du verre avec suie, car la goutte forme un front qui déforme ainsi sa forme arrondie et roule sans laisser derrière elle un effet de mouillage de la surface.
- ► Le vieillissement, aussi bien à sec que sous pollution, du verre sans suie atténue le caractère hydrophile de ce dernier, car la décharge glissante laisse ses traces qui rendent sa surface rugueuse. Cette atténuation est plus maquée en présence d'une pollution conductrice modérée. Cependant, une forte conductivité de la pollution ( $\sigma = 5mS$ ) accentue l'effet thermique qui accompagne la décharge, ce qui pourrait dégrader la qualité de la surface du verre et diminuer de l'hydrophobie gagnée de surface.
- Le vieillissement, aussi bien à sec que sous pollution, du verre avec suie affecte le caractère superhydrophobe de ce dernier, car la décharge détruit partiellement, sur son passage, les piques de suie, tout en conservant un caractère hydrophobe, voir même partiellement superhydrophobe, notamment pour les gouttes de fort volume ; Celles-ci peuvent rester perchées sur les piques de suie plus au moins rapprochés.
- La dégradation du verre sous l'effet de la contrainte de champ appliqué peut être liée directement à la fragilisation de ce matériau suite au changement de phase opéré, au mécanisme d'oxydation produit et à l'altération de sa surface sous l'effet de l'intense énergie de décharge, ce qui se traduit par une diminution de ses performances électrique et physique.
  - Les analyses FTIR, FRX, ATG et ATD ont révélé que la structure moléculaire du verre est affectée par l'action du champ électrique appliquée et par la présence de la pollution conductrice humide, mais aussi par la présence de la couche de suie. La perte de cristallites pourrait être produite par les forces résultant de l'interaction du champ électrique alternatif avec des molécules polaires (des zones amorphes) du verre. Le caractère polaire de la solution polluante conductrice (Na Cl) contribue à cette dégradation.

# Conclusion

# Générale

## **Conclusion générale**

L'objectif principal de notre travail est d'étudier l'évolution des états d'hydrophilie, d'hydrophobie et de superhydrophobie de la surface d'une plaque de verre en fonction de la déclinaison de cette dernière sous l'effet de différents paramètres mis en jeu, tels que le volume, la distribution et la conductivité des gouttes d'eau qui y sont déposées ceci pour les huit états de la surface de verre considérés, soit pour l'ensemble verre sans suie (vierge, à l'état propre et vieilli à l'état pollué à  $\sigma = 2mS$  et  $\sigma = 5mS$  et l'ensemble verre recouvert de suie (vierge, vieilli à l'état propre et vieilli à l'état pollué à  $\sigma = 2mS$  et  $\sigma = 5mS$ , et des analyses chimiques et thermiques (FTIR, FRX, ATG, DTG, ATD et microscope optique) menés dans les divers laboratoires de Génie électrique, de Génie des Procédés, de biologie et du CRAPC de l'université A. Mira de Béjaia. Les résultats essentiels de cette analyse peuvent être résumés comme suit:

- Le verre présente un aspect de surface hydrophile. La couche de suie déposée sur sa surface lui confère un caractère quasi superhydrophobe.
- la conductivité des gouttes d'eau posées sur la surface du verre, de même que leur distribution sur cette dernière ne contribuent pas dans le comportement de ces gouttes sur cette surface sous l'effet des autres paramètres mis en jeu.
- Le volume de la goutte d'eau a une influence sur l'angle de contact de cette première avec la surface du verre, que celle-ci soit hydrophile (verre sans suie) ou hydrophobe (verre avec suie).
- L'éviction de la goutte s'opère à de plus grandes déclinaisons α de la plaque de verre vieillie et ce dépendamment de la conductivité de la solution polluante ;
   Plus σ augmente, plus α<sub>(éviction)</sub> augmente.
- La pollution conductrice augmente l'effet thermique de la décharge qui laisse des traces plus profondes sur la surface du verre la rendant rugueuse, ce qui atténue son caractère hydrophile, augmentant dans ce cas l'angle de contact θ.
- La structure du verre est très influencée par la présence de la suie et de la pollution ; le vieillissement électrique sous des conditions de pollution sévère (conductivité  $\sigma$ =5mS) dégrade les propriétés électriques du verre (rigidité électrique Ed, facteur de pertes électrique tg\delta, capacité Cx), mais en revanche améliore le caractère hydrophobe de sa surface en la rendant rugueuse ;
- La dégradation du verre sous l'effet de la contrainte de champ appliqué peut être liée directement à la fragilisation de ce matériau suite au changement de

phase opéré, au mécanisme d'oxydation produit et à l'altération de sa surface sous l'effet de l'intense énergie de décharge, ce qui se traduit par une diminution de ses performances électrique et physique.

 Les analyses FTIR, FRX, ATG et ATD ont révélé que la structure moléculaire du verre est affectée par l'action du champ électrique appliquée et par la présence de la pollution conductrice humide, mais aussi par la présence de la couche de suie. Le caractère polaire de la solution polluante conductrice (Na Cl) contribue à cette dégradation.

# Références

# Bibliographiques

# **Références Bibliographiques**

[1] E. BEN RAHAL, "Etude du comportement des gouttelettes d'eau déposées sur une surface isolante superhydrophobe". Mémoire du projet de fin d'études 2019, Université de Ghardaïa.

[2] A. Kuechler, "Hochspannungestechnik: Grundlagen-Technologie-Anwendungen", 3ème édition, Springer Dordrecht Heidelberg London New York, Avril 2009, Germany.

[3] S. VITET, «La pollution des isolateurs,» EDF-Epure, Juillet 1990.

[4] G. Talal, "Comportement d'un modèle d'isolateur sous tension impulsionnelle", mémoire de magister en génie électrique, laboratoire de haute tension, école nationale polytechnique d'Alger, 2007.

[5] S. Tounsi, F. Chikh, "Influence du Sol sur le Comportement d'un Modèle d'Isolateur sous Tension", Mémoire du projet de fin d'études laboratoire de haute tension, école nationale polytechnique d'Alger, Juin 2008.

[6] D. Dumora, "Matériaux isolants cramiques en électrotechnique", Techniques de l'ingénieur D275-1975.

[7] http://www.hydroquebec.com/terminologie/chroniques/chro-isolateur.html.

[8] R. Bouzeroura, "Etude du développement d'arcs électriques parallèles sur une surface isolante non uniformément polluée sous tension continue", Mémoire de magister, Université de Bejaia, 2009.

[9] B. Hammoum, A. Kerbouche, "Etude du Phénomène de Pollution des Isolateurs de

Haute Tension dans la Région Electrique du Centre Algérien", Mémoire de fin cycle, laboratoire de haute tension, école nationale polytechnique d'Alger, Juin 2007.

[10] X. Ducouret, "lignes aériennes : matériels", Techniques de l'ingénieur D4423.

[11] F. Amir et KH. Namaoui: " étude du comportement d'un isolateur pollué soumis à une tension alternative" PFE Ingénieur, UAM Béjaïa, juin 2004.

[12] A. Chabloz, "Technologie des matériaux a l'usage de profession de l'électricité", 1986.

**[13]** A. Simuila, L. dascalescu et R. Tabazeon, "breackdown on ionized air gaps in the presence of spherical conductive particle" session 2143. 9th ISH, Graz 1995, pp. 1-4.

[14] Wacker, "silicones pour applications haute et moyenne tension" www.wacker.com.

**[15]** MEKHALDI Abdelouahab «Etude des phénomènes de conduction et de décharge électrique sur des surfaces isolantes polluées sous tension alternative 50 Hz» Thèse de doctorat d'Etat en Génie Electrique, Ecole Nationale Polytechnique Alger 1999.

[16] Microsoft Word-7.Di \351 electriques.doc .

[17] Jean-Denis brassard, «revêtements nanostructures superhydrophobes en vue d'application en aérodynamique», l'université du Québec à Chicoutimi, Novembre 2011, pp.
[18] «Insulation co-ordination, » IEC, pp. 71-1, 1993.

**[19]** C. LEROY, Les propriétés diélectriques de l'air et les très hautes tensions, paris: collection de la direction des études et recherches d'électricité de France, 1984.

[20] http://www.mineralogie.fr/Structure\_Matiere.html.

[21] "Characterization and Distribution of Water-repellent, Self-cleaning Plant Surfaces", Neinhuis, C. Barthlott, W., Ann. Botan. (1997), 79, 667-677.

[22] D. Quéré, '' Lois du mouillage et de l'imprégnation, '' Tech. Ing, vol. Principe de formulation, no j2140, 2003.

[23] https://tpesuperhydrophobiemgs.wordpress.com/.

[24] R. N. Wenzel, "Resistance of solid surfaces to wetting by water", Industrial & Engineering Chemistry, vol. 28, no. 8, pp. 988-994, 1936.

[25] A. Cassie and S. Baxter, "Wettability of porous surfaces", Transactions of the Faraday Society, vol. 40, pp. 546-551, 1944.

[26] K.S. Lau, J. Bico and all, "Superhydrophobic Carbon Nanotube Forests", ACS Puplication, Nano Letter, 3, 12, pp 1701-1705, 2003.

[27] Huang, Y.; Sarkar, D.K.; Chen, X.G., Mater. Lett, "A one-step process to engineer superhydrophobic copper surfaces", pp, 64, 2722-2724, 2010.

[28] Chen, L; Xiao, Z.; Chan, P.C.H.; Lee, Y.K. "Dual-scaled stable superhydrophobic nanoflower surfaces", , TRANSDUCERS 2009 - 15th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems, 441-444,2009.

[29] Lim, H.; Jung, D.H.; Noh, J.H.; Choi, G.R.; Kim, W.D. "Simple nanofabrication of a superhydrophobic and transparent biomimetic surface", Chinese Science Bulletin, 54,3613-3616,2009.

[30] Superhydrophobie active. Ecole Polytechnique. THEVENIN, 2014

[**31**] M. Merilhou « étude de phénomène super-hydrophobie ».mémoire fin d'étude Lycée Clément Marot CAHORS, 2015.

[32] C. Hudon, N. Amyot, T. Lebey, P. Castelan et N. Kandev, « Testing of low-voltage motor turn insulation intended for pulse-width modulated applications », IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 7, No. 6, Décembre 2000.

[33] http://www.surprises.ch/HT/annexes/19.pdf.

[34] B.MORTEGNE, « Vieillissement des composites – Evolution des propriétés et modélisation », Techniques de l'Ingénieur, rubrique Corrosion et vieillissement : phénomènes et mécanismes, COR 113, juillet 2005.

[**35**] M*e* ROUHA Nacira «Etude physico-chimique de la Silicone vieillie électriquement avec ou sans pollution conductrice humide», Mémoire de fin cycle, université de Béjaia, 2016.

[36] G. Burgot, J.L. Burgot. "Méthode instrumentales d'analyse chimiques" tecet doc 2002.

[37] F. Rouessac, A. Rouessac. "Analyse chimique dunod 2004.

[38] F.Brisset. "Microanalyse " éditeur : EDP science.

[39] A. Lamotte. Microanalyse chimique encyclopaedia universalis. 2016.

**[40]** J. Philibert. "microanalyse et microscopie électronique" revue de physique appliquée 1968, 3(4), pp343-350.

[41] Skoog, Holler, Nieman, Livre, "Principe d'analyse instrumentale", Edition boeck, 1997.

[42] J.Faerber, livre, Microscopie électronique à balayage, Microanalyse X par sonde électronique, Rapport de l'IPCMS (Institut de physique et chimie des matériaux de Strasbourg),2004.

[43] C.Darcel, J.Uziel, "les grands principes, chimie organique",2éme édition, DUNOD, 2007.

[44] F. Amidi, k. Ouerdane, "Les effets de la pollution sur les ouvrages électriques a 30kV enregions littorales", Projet de fin de cycle, Departement d'Electrotechnique, Universite des Sciences et Technologies Houari Boumediene, Bab Ezzouar, juin 1998.

[45] C. H. A. Ely, P. J. Lambeth, J. S. T. Looms, D. A. S. Surift, Legb, "contournementdes polyméres humides et polués", L'ailette booster, rapport 15-02 1978.

**[46]** I. Kimoto, T. Fujimurax, "performance of isolateors for direct currenttransmition lineunderpolluted condition",IEEE, trans, on pas vol pas 92 N3.PP 934 949, may june1973.

[47] Phllippe Jorda N, Publication ,14 novembre 2008.

[48] W. Reider, "plasma undlichtbogen", vierwegverlag, brunschweig, pp 128-132, 1967.

[49] kind, karner, "hethvoltage, exprimental technique", VIEWEG édition, 1978.

[50].H. M. Schneider, W. M. Guidi, J. T. Burnham, R. S. Gorur, J. F. Hall, "Accelerated aging and flashover test on 138 kv non-ceramic line post insulators", EEE Transaction son power Delivery, 8(1), 1993.

[51]L.HEIRECHE "Propriétés optoélectroniques liées aux changements de phases dans le verre GeSbTe", Thèse Doctorat, Université D'ORAN, 2010.

[52] A.Chablose. "Technologie des matériaux à l'usage des profesions de l'éléctrisié .

[53] P. COMBETTE et I. ERNOULT, "structure, fabrication et emploi", idition HERMANN,2005.

[54] A. Cimador, S .Vitet, "la pollution des isolateurs", EDF-Epure N°27, Juillet 1990.

[55] https://actu.univ-fcomte.fr/agenda/la-suie-formation-caracterisation-impacts#.

[**56**] Munson, B.R.; Young, D.F.; Okiishi, T.H., Fundamentals of fluid mechanics. 2002, New York Wiley, xvii, 840 p.