

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



جامعة بجاية  
Tasdawit n Bgayet  
Université de Béjaïa

Faculté de Technologie  
Département de Génie Électrique  
Laboratoire de Génie Électrique de Bejaia

## Mémoire de Fin de Cycle

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

*Option: Réseaux Électrique*

### *Thème*

**Etude et caractérisation d'un isolateur en verre couché au chrome superhydrophobe**

**Présentés par :**

**KATI SALEM**

**LAOUBI SARAH**

**Encadré par: Dr. Nacéra ROUHA**

**Co-encadré par : Mme. Nedjma BOUZIDI**

**Président : Mr HERZINE**

**Examineur : Mr Zahir Sahli**

**Promotion 2022/2023**

## *Remerciement*

*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 menés 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 loin à la réalisation de ce travail également à :*

**Mr Z.Sahli,**

**Mme (Moukhtari et Bradai), Mr (Suissi et Bouhali)** et pour le CRAPC Bejaia.

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

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

# *Dédicace*

*Je dédie ce mémoire :*

*A ma mère ; qui à œuvré pour ma réussite, de par son amour, son soutien, tous les sacrifices consentis et précieux conseils, pour tout son assistance et sa présence dans ma vie, l'expression de mes sentiments et de mon éternelle gratitude.*

*A mon cher père, a qui j'exprime ma sincère et éternelle gratitude pour son attention, son soutien, pour m'aider à avancer dans la vie. Puisse dieu faire en sorte que ce travail porte son fruit.*

*A mes chers frère Amine, Habib*

*A mes chères sœur Chafiaa, Souad*

*A mes chers amis: Youcef , Yacine , Lounis , Céline*

*A mes chers cousins : Haroun, Jacob*

*KATI SALEM*

# *Dédicace*

*Je dédie ce travail à mes chères parents qui ont toujours été les étoiles de mon ciel et ont illuminé mon chemin depuis ma naissance. Aucun mot, ni signe ne pourras témoigner mon amour profond et ma reconnaissance pour tous le soutiens que j'ai reçus. Je pris le dieu pour qu'il vous accorde une longue vie pleine de joie.*

*A ma chère grand-mère paternel, mes chères sœurs Marwa, Hadjar, Lila et mes chères frères Aymen, Marwan, Ilyes pour leurs soutiens et leurs amour.*

*A mon cher oncle et sa chère épouse, qui ne cessent jamais de m'encourager et qui m'a aidé à devenir ce que je suis aujourd'hui. Merci beaucoup.*

*A la mémoire de mes grand parents maternel, et mon grand-père paternel qui sont toujours dans mon cœur et mon esprit, je dédie ce travail et que dieu vous accueille dans son vaste paradis.*

*A ma copine Tinhinane, et à mes amis, qui ont toujours été présent pour moi.*

*LAOUBI SARAH*

# Liste des tableaux

## Chapitre I :

**Tableau III.1** : Propriétés physiques moyennes du verre sodique .....29

## Chapitre IV :

**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 volumes de la goutte d'eau mis en jeu dans le cas de l'état vierge de la surface propre de verre sans suie. ....47

**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 volumes de la goutte d'eau mis en jeu dans le cas de l'état vieilli de la surface propre de verre sans suie. ....48

**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 volumes de la goutte d'eau mis en jeu dans le cas de l'état vieilli de la surface polluée du verre sans suie à  $\sigma = 2\text{mS/cm}$ .....49

**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  $\sigma = 5\text{mS/cm}$  .....50

**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 volumes de la goutte d'eau mis en jeu dans le cas de l'état de la surface propre (sans pollution humide) du verre vierge recouvert de suie.....51

**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 volumes de la goutte d'eau mis en jeu dans le cas de l'état de surface du verre recouvert de suie et vieilli à sec (sans pollution humide). ....52

**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  $\sigma = 2\text{mS/cm}$ .....53

**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 volumes de la goutte d'eau mis en jeu dans le cas de l'état de **surface du verre recouvert de suie et vieilli sous pollution humide** à  $\sigma = 5\text{mS/cm}$ .....54

**Tableau IV.9** : Angle limite d'éviction de la goutte .....58

**Tableau IV.10** : la rigidité diélectrique longitudinale  $E_1$  du verre.....64

**Tableau IV.11** : Capacité  $C_x$  et facteur de perte  $\text{tg}\delta$  .....66

<b>Tableau IV.12</b> : Permittivité électrique et de indice de perte .....	66
<b>Tableau IV.13</b> : Composition chimiques des échantillons du verre .....	69

## Liste Symboles et Les Abréviations

a : Etat vierge de la surface propre de verre

b : Etat vieilli de la surface propre de verre

c : l'état vieilli de la surface polluée du verre sans suie à  $\sigma = 2\text{mS/cm}$ .

Cr : Chrome

Cx : La capacité de l'objet d'essai.

Cu : Capacité parasite des conducteurs

C<sub>01</sub> : Capacité parasite de l'objet mesuré

d : l'état vieilli de la surface polluée du verre sans suie à  $\sigma = 5\text{mS/cm}$ .

d : Distance inter électrode.

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

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.

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

EPDM : Ethylène Propylène Diène Monomère.

Ed : La rigidité diélectrique (kV/cm).

Ep: Champ électrique propre (V/m).

Ee: Champ électrique extérieur (V/m).

E1 : La rigidité diélectrique longitudinale.

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

FTIR : L'analyse infrarouge à transformée de fourrier.

f : La fréquence.

g : La rugosité.

h : l'état de surface du verre recouvert de suie et vieilli sous pollution humide à  $\sigma = 5\text{mS/cm}$ .

H : l'enthalpie lors du passage de l'état liquide à l'état solide.

HT : Haute Tension.

H : Humidité. IH: L'indice d'hydrophobicité.

j : l'état de surface du verre recouvert de suie et vieilli sous pollution humide à  $\sigma = 2\text{mS/cm}$ .

Lc : La ligne de contournement.

Lf : La ligne de fuite.

MT : Moyenne tension.

MEB : Microscopie électronique à balayage.

Na : Sodium

O : Oxygène

Oe: Objet d'essai.

P : La pression.

Ra : Résistance d'amorti.

$r\gamma_{SV}$  : Surfaces solide/vapeur.

$r\gamma_{SL}$  : 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 ( $\Omega$ ).

$Z_N$ : 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.

$\epsilon_r$ : Permittivité relative.

$\delta$  : Angle de pertes.

$\theta$ : Angle de contact ( $^\circ$ ).

$\theta^*$  : L'angle apparent.

$\theta_e$  : L'angle de Young.

$\theta$  : Angle de diffraction des rayons X sur la surface du matériau étudié.

$\theta$  : Position du pic de diffraction considéré.

$\lambda$  : Longueur d'onde du faisceau de rayon X.

$\lambda$  : Largeur à mi-hauteur exprimée en radian.

$\sigma$  : La conductivité.

# Liste des Figures

## Chapitre I :

<b>Figure I.1</b> : Types de supports a) Sapin, b) Danube et c) Portique .....	04
<b>Figure I.2</b> : Les isolateurs .....	04
<b>Figure I.3</b> : Le verre trempé .....	05
<b>Figure I.4</b> : Le verre recuit .....	05
<b>Figure I.5</b> : La porcelaine.....	06
<b>Figure I.6</b> :La Bakélite.....	06
<b>Figure I.7</b> : La Silicone .....	08
<b>Figure I.8</b> : Isolateurs de type rigide.....	08
<b>Figure I.9</b> : Isolateurs suspendus ou éléments de chaîne .....	09
<b>Figure I.10</b> : isolateurs à capot et tige.....	09
<b>Figure I.11</b> :Métal superhydrophobe .....	10
<b>Figure I.12</b> : Représentation de l'angle de contact et des tensions de surface .....	11
<b>Figure I.13</b> : Comportement d'une goutte sur une surface .....	12
<b>Figure I.14</b> :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) .....	13
<b>Figure I.15</b> : Goutte d'eau sur une surface antibuée .....	14

## Chapitre II :

<b>Figure II.1</b> : Circuit de mesure de la tension de contournement d'une surface isolante .....	23
<b>Figure II.2</b> : Schéma de mesure de la tension de contournement d'une surface isolante.....	23
<b>Figure II.3</b> : Schéma de principe du pont de Schering .....	24
<b>Figure II.4</b> : Schéma de principe du pont de Schering à transformateur différentiel.....	25

**Figure II.5** : Méthode théorique détermination de l'angle de contact  $\theta$ .....26

**Figure II.6**:Schéma de principe de la méthode pratique de détermination de l'angle de contact avec Goniomètre .....26

### **Chapitre III :**

**Figure III.1**: Structure physique et chimique du verre .....29

**Figure III.2**: Le chrome se présente sous la forme d'un métal gris acier et dur (Cr) .....30

**Figure III.3**: Structure chimique du verre chromé.....30

**Figure III.4** : La structure de la suie observée au microscope optique .....31

**Figure III.5**:Etapas essentielles de confection d'une surface en verre superhydrophobe.....32

**Figure III.6**: Objet d'essai .....34

**Figure III.7**: Schéma d'un conductimètre .....35

**Figure III.8**: le dispositif expérimental utilisé pour le vieillissement accéléré du matériau et la mesure de la tension de claquage sous tension alternative .....36

**Figure III.9** : Photos des éléments du dispositif d'essais et de mesure de la haute tension du laboratoire HT G.E.Université de Bejaïa .....36

**Figure III.10**:Photo de la surface du verre avant et pendant le passage de la décharge .....37

**Figure III.11**: Pont de Schering .....38

**Figure III.12**: Appareil de mesure d'angle de contact  $\theta$  : Drop Shape Analyzer DSA30 KRÜSS GmbH.....38

**Figure III.13** : mesure de l'angle de contact  $\theta$  de l'échantillon au moyen de l'appareil Drop Shape Analyzer DSA30 KRÜSS GmbH .....39

**Figure III.14**:La goutte d'eau capturée par l'appareil Drop Shape Analyzer DSA30 KRÜSS GmbH .....40

**Figure III.15**: L'appareil d'analyse de FTIR.....41

**Figure III.16** : L'appareil d'analyse de la fluorescence de rayon X.....42

<b>Figure III.17:</b> L'appareil d'analyse de diffraction des rayons X .....	42
<b>Figure III.18:</b> Représentation schématique du principe de la spectroscopie DRX .....	43
<b>Figure III.19:</b> appareil d'analyse par photoluminescence .....	44
<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 <b>vierge de la surface propre du verre sans suie..</b>	<b>47</b>
<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 <b>vieilli de la surface propre du verre sans suie...</b>	<b>48</b>
<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 <b>vieilli de la surface polluée du verre sans suie à <math>\sigma = 2\text{mS/cm}</math>.....</b>	<b>49</b>
<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 <b>vieilli de la surface polluée du verre sans suie à <math>\sigma = 5\text{mS/cm}</math>.....</b>	<b>50</b>
<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 <b>surface (sans pollution humide) du verre vierge recouvert de suie.....</b>	<b>51</b>
<b>Figure IV.6 :</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 <b>surface du verre recouvert de suie et vieilli à sec (sans pollution humide).....</b>	<b>52</b>
<b>Figure IV.7 :</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 <b>surface du verre recouvert de suie et vieilli sous pollution humide à <math>\sigma = 2\text{mS/cm}</math>.....</b>	<b>53</b>
<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 <b>surface du verre recouvert de suie et vieilli sous pollution humide à <math>\sigma = 5\text{mS/cm}</math>.....</b>	<b>54</b>
<b>Figure IV.9 :</b> Histogramme de l'angle de contacte $\theta$ en fonction du volume de la goutte à $\alpha = 0^\circ$ .....	55
<b>Figure IV.10 :</b> Histogramme de l'angle de contacte $\theta$ en fonction du volume de la goutte d'éjection (glissement de la goutte sur la surface du verre).....	56

<b>Figure IV.11</b> : Gouttes d'eau posée sur une surface superhydrophile $\alpha=0$ capturée par l'appareil Drop Shape Analyzer DSA30 KRÜSS GmbH.....	56
<b>Figure IV.12</b> : Gouttes d'eau posée sur une surface superhydrophobe.....	57
<b>Figure IV.13</b> : Histogramme de l'angle limite d'éviction $\alpha_{\text{éviction}}$ de la goutte en fonction du volume de la goutte.....	58
<b>Figure IV.14</b> : Gouttes d'eau posée sur une surface hydrophile.....	60
<b>Figure IV.15</b> : Angle de contact $\theta$ en fonction de l'angle de déclinaison $\alpha$ pour tous les états de surface de verre avec un <b>volume de 2<math>\mu</math>l</b> .....	61,62
<b>Figure IV.16</b> : Angle de contact $\theta$ en fonction de l'angle de déclinaison $\alpha$ pour tous les états de surface de verre avec un <b>volume de 4<math>\mu</math>l</b> .....	63
<b>Figure IV.17</b> : Histogramme de la rigidité diélectrique longitudinale $E_l$ (kV/cm) du verre en fonction de l'état de surface de l'échantillon.....	65
<b>Figure IV.18</b> : Histogramme de la rigidité diélectrique longitudinale $E_l$ (kV/cm) du verre en fonction de la conductivité de la pollution ( $\sigma = 2\text{mS/cm}$ et $\sigma = 5\text{mS/cm}$ ).....	65
<b>Figure IV.19</b> : Spectre IFTR des échantillons (vierges avec suie ) et, (polluée à $\sigma = 5\text{mS}$ ) avec et sans suie du verre.....	68
<b>Figure IV.20</b> : Spectre IFTR des échantillons (vierges et vieillis et vieilli avec suie du verre).....	69
<b>Figure IV.21</b> : Diffractogramme des rayons X des différents verres(vieilli, vieilli avec suie et vierge sans suie) .....	71
<b>Figure VI.22</b> :Diffractogramme des rayons X des différents verres (pollué à 5mS, vierge avec suie et pollué a 5mS/cm avec suie).....	72
<b>Figure VI.23</b> : Analyse par photoluminescence des différents verres (vierge, vieilli et vieilli avec suie).....	73

# Sommaire

Introduction générale .....	1
<b>Chapitre 1: Etude Bibliographie</b>	
I.1 Introduction.....	3
I.2 Les éléments constitutifs d'une ligne électrique .....	3
I.2.1 Les supports.....	3
I.1.1 Isolateur .....	4
I. 1.1.1 Constitution de l'isolateur et son fonctionnement.....	5
I.1.1.2 Matériaux isolants utilisés pour la fabrication des isolateurs .....	5
a) Le verre trempé .....	5
b) Le verre recuit .....	6
I.1.1.3 Principaux types d'isolateurs .....	8
I.2 La superhydrophobie .....	9
I.2.1 La surface superhydrophobe.....	10
I.2.2 Propriétés superhydrophobe .....	10
I.2.2.A la mouillabilité.....	10
I.2.2.B Non mouillabilité.....	11
I.2.2.C Angle de contact .....	11
I.2.3 Modèles de surfaces superhydrophobes .....	12
I.2.3.A. Selon Wenzel (1936) .....	12
I.2.3.B Selon Cassie (1944) .....	12
I.2.4 Techniques de préparation de surfaces superhydrophobes .....	13
I.2.4.A Dépôt par vapeur chimique .....	13
I.2.4.B Dépôt électrochimique .....	13
I.2.4.C Photolithographie.....	13
I.2.4.D Techniques utilisant le plasma .....	14
I.2.5 Domaines Applications .....	14
I.2.5.A L'antibuée .....	14
I.2.5.B L'anti pluie .....	14
I.2.5.C L'autonettoyant.....	15
I.3 Vieillessement des matériaux isolants .....	15
I.3.A Le vieillissement physique .....	15
I.3.B Le vieillissement chimique .....	16

I.3.C Le Vieillissement électrique .....	16
I.3.C.1 Causes de dégradations .....	16
I.3.C.2 Conséquence des dégradations .....	17
I.3.D Vieillissement accéléré.....	17
I.4 Sources de pollution .....	18
I.4.1 Types de pollution .....	18
I.4.1.A Pollution naturelle.....	18
I.4.1.B Pollution marine .....	18
I.4.1.C Pollution désertique .....	19
I.4.1.D Pollution industrielle.....	19
I.4.1.E Pollution mixte.....	19
I.5 CONCLUSION :.....	19

## **Chapitre 2: Méthodes diagnostique**

II.1 INTRODUCTION .....	20
II.2 Méthodes de diagnostic des matériaux diélectriques .....	20
II.2.1 Caractérisations chimiques : .....	20
II.2.1.1 Spectre infrarouge à transformée de fourrier (FTIR).....	20
II.2.1.2 Diffractométrie des rayons X (DRX) .....	21
II.2.1.3 Spectrométrie de fluorescence des rayons X (FRX).....	21
II.2.1.4 La photoluminescences .....	21
II.2.2 Caractérisations physiques .....	21
II.2.2.1 Rigidité diélectrique .....	21
II.2.2.2 Facteur de perte, capacité et permittivité.....	24
II.3 La méthode théorique et pratique de détermination de l'angle de contact $\theta$ et l'indice d'hydrophobicité (IH).....	26
II.3.1 La méthode théorique : .....	26
II.3.2 La méthode pratique : .....	26
II.3.3 Indice d'hydrophobicité (IH) .....	27
II.5 Conclusion.....	27

## **Chapitre 3: Protocole Experimentale**

III.1 Introduction .....	29
III.2 Matériau le verre.....	29
III.2.1 Le verre utilisé - Verre couché au chrome :.....	30
III.3 La suie.....	32
III.4 Protocole expérimentale.....	32

III.4.1 Préparation de la surface superhydrophobe .....	33
III.4.2 Mode opératoire .....	34
III.5 L'objet d'essais.....	35
III.5.1 Essais de vieillissement électrique .....	35
III.6 Les mesures électriques .....	38
III.6.1 mesure de la rigidité diélectrique longitudinale .....	38
III.6.2 Mesure de la capacité Cx et du facteur de perte tgδ.....	39
III.6.3 Les mesures physiques - angles de contact $\theta$ et de déclinaison $\alpha$ .....	39
III.6.3.1 Technique de mesure .....	40
III.7 Analyses chimiques .....	41
III.7.1 L'analyse FTIR mode ATR .....	41
III.7.2 L'analyse par la fluorescence de rayon X : .....	43
III.7.3 L'analyse par diffracter des rayons X : .....	43
III.7.4 L'analyse par photoluminescence .....	45
III.8 Conclusion : .....	45

#### **Chapitre 4: Interpretation des resultats**

IV. 1 Introduction .....	46
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.....	46
IV.3 présentation, interprétation et discussion des résultats d'essais électriques .....	64
IV.3.1 Mesure de la rigidité diélectrique longitudinale .....	64
IV.3.2 Mesure du facteur de perte tg $\delta$ et de la capacité Cx.....	66
IV.3.3 Calcul de la permittivité électrique $\epsilon_r$ et de l'indice de perte $\epsilon_r''$ .....	66
IV.4 Présentation et discussion des résultats des analyses chimiques .....	67
IV.4.1 Analyse par spectroscopie infrarouge à transformé de Fourier (FTIR) .....	67
IV.4.2 Analyse par fluorescence des rayons X (FRX).....	70
IV.4.3 Analyse par diffraction des rayons X (DRX) .....	71
IV.4.4 l'analyse photoluminescence .....	73
IV.5 CONCLUSION : .....	74
Conclusion général .....	76
Bibliographie.....	78

## **Introduction générale**

# Introduction générale

---

## Introduction générale

De nos jours, l'approvisionnement en énergie électrique joue un rôle crucial dans le développement et l'économie d'un pays. Pour assurer un équilibre entre la production et la demande d'électricité, le transport de l'énergie des centrales de production vers les consommateurs est assuré par des lignes à haute tension. Les isolateurs jouent un rôle essentiel dans la conception et la protection de ces lignes, mais ils sont menacés par la pollution et le vieillissement. Afin de prévenir les effets néfastes du contournement des isolateurs hydrophiles et hydrophobes en cas de pollution humide intense, de nombreux chercheurs se sont tournés vers des isolations à surface superhydrophobe, qui résistent mieux à la formation de courants de fuite.

Dans notre étude, nous nous sommes intéressés à la caractérisation physico-chimique des isolateurs en verre, en vue de comprendre leur comportement sous les contraintes de service, dans un premier temps, et voir les possibilités d'améliorer leur conception, dans un deuxième temps. Pour ce faire, il est, d'abord, question d'analyser l'effet du vieillissement et de la pollution sur l'angle de déclinaison des surfaces superhydrophiles et superhydrophobes du matériau verre, avec pour objectif de déterminer l'angle de déclinaison optimal pour corriger le profil de l'isolateur à surface superhydrophile ou superhydrophobe, que des mesures physiques et des analyses chimiques viendront renforcer par corrélation.

Notre étude est structurée en quatre chapitres. Dans le premier chapitre seront présentées les différentes définitions liées aux matériaux isolants, leurs propriétés, en mettant l'accent sur la superhydrophobicité, ainsi que leurs applications dans la technologie des isolants électriques. Nous abordons également les différents types de vieillissement auxquels ces matériaux sont confrontés ainsi que les problèmes de pollution auxquels ils sont exposés.

Dans le deuxième chapitre, nous détaillons les méthodes de diagnostic physico-chimique des matériaux diélectriques, que nous avons utilisées. Parmi ces méthodes, nous avons mis en œuvre l'analyse infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), la spectrométrie par fluorescence des rayons X (FRX), la photoluminescence et l'analyse par diffraction des rayons X (DRX). Nous avons également présenté les mesures physiques et électriques que nous avons effectuées, telles que la mesure de la rigidité diélectrique longitudinale ( $E_1$ ), la mesure du facteur de perte ( $\text{tg}\delta$ ) et de la capacité ( $C_x$ ), ainsi que la mesure de l'angle de contact ( $\theta$ ).

Le troisième chapitre est dédié à l'étude expérimentale, visant à analyser le gain ou la perte partielle (ou totale) de la superhydrophobie de l'isolateur en verre recouverts de suie et vieillis électriquement, en fonction de la déclinaison de la surface de l'isolant. Pour cela, nous avons

## **Introduction générale**

---

étudié les paramètres d'influence tels que le volume des gouttelettes d'eau déposées sur la surface Superhydrophile et superhydrophobe, la conductivité électrique de ces premières, ainsi que les différents états de surface du matériau avec et sans suie (vierge, vieilli, pollué avec des solutions conductrices de 2 mS/cm et 5 mS/cm), après quoi une caractérisation physico-chimique s'en suit.

Enfin, dans le dernier chapitre, seront présentés, expliqués et discutés les résultats obtenus. Nous terminerons cette étude par une conclusion générale.

**Chapitre 1 :**  
**Etude Bibliographique**

**I.1 Introduction**

Les contraintes électriques dans les circuits sont principalement résistées par des isolateurs, qui sont constitués d'un matériau isolant solide et se caractérisent par une résistance élevée au passage du courant électrique. Sa fonction est de séparer les deux conducteurs, soumis à deux potentiels différents.

La distance d'amorçage dans l'air le long de l'isolateur doit être suffisante pour assurer l'isolation requise, compte tenu des environnements pouvant réduire significativement la tension d'amorçage (pluie, embruns salins, pollutions de toutes natures). A cet effet, l'isolateur est équipé d'une jupe de prolongement de la ligne de vol aérienne.

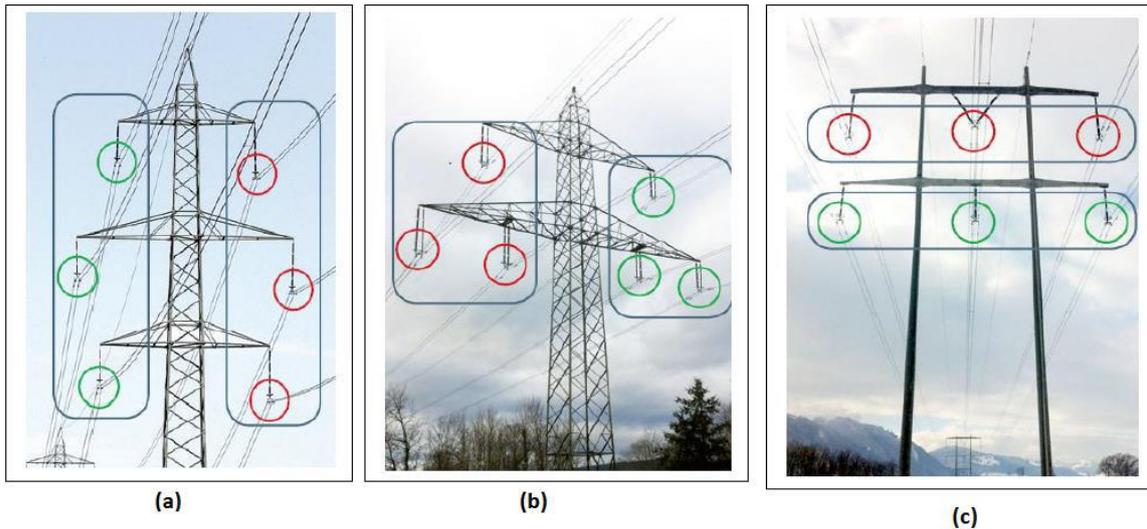
La nature de la surface du matériau peut être hydrophile, superhydrophile, hydrophobe ou superhydrophobe, ce qui rend ces matériaux plus adaptés à différents domaines d'application. La superhydrophobicité est une propriété recherchée pour les revêtements de surface des isolateurs croisés de ligne moyenne et haute tension pour résoudre les problèmes de pollution auxquels ils sont confrontés.

Cependant, cette propriété change à mesure que l'appareil vieillit en cours d'utilisation. Afin de mieux comprendre le comportement de ces matériaux superhydrophobes et de déterminer leurs propriétés électriques pour faciliter le dimensionnement et améliorer les performances des isolants, nous présenterons différentes études expérimentales sur cette propriété menées par des chercheurs du monde entier.

**I.2 Les éléments constitutifs d'une ligne électrique****I.2.1 Les supports**

Ils servent à suspendre les conducteurs et à supporter leur poids ainsi que les charges extérieures (vent, neige) et à maintenir les conducteurs à une distance entre eux et à une hauteur du sol déterminée en fonction du poids de la structure et de la tension du fil. Ces supports permettent de maintenir les conducteurs en nappe horizontales, drapeaux ou triangles.

Les supports de types pylônes sont de silhouettes Sapin, Danube ou Portique (figure I.1.a, b, et c).



**Figure I.1** : Types de supports a) Sapin, b) Danube et c) Portique

### I.1.1 Isolateur

Les isolateurs, comme leur nom l'indique, sont utilisés pour isoler deux corps ou deux parties à des tensions différentes afin d'éviter les courts-circuits, les pertes de courant et les charges d'électrocution.

Un isolant est un matériau solide, liquide ou gazeux qui présente une résistance élevée au passage du courant électrique et une conductivité électrique presque nulle. Les isolateurs de ligne aérienne ont deux fonctions principales. D'une part, ils permettent d'isoler électriquement les lignes de transmission des pylônes de mise à la terre, et d'autre part, ils ont un rôle mécanique, à savoir supporter ces mêmes lignes et ainsi résister à diverses contraintes. La mécanique est principalement due au poids de la ligne, à son mouvement dans le vent, etc [1].



**Figure I.2** : Les isolateurs

## I. 1.1.1 Constitution de l'isolateur et son fonctionnement

Les isolateurs sont une partie essentielle de la transmission et de la distribution de l'énergie électrique. Leur importance est directement liée à [2]:

- Maintenir les conducteurs en place (aligner et fixer les isolateurs).
- Assurer la transition entre isolation interne (huile, SF6) et isolation externe (atmosphère).
- Établir une connexion mécanique entre les conducteurs de différents potentiels connectés aux pylônes de ligne aérienne.
- Raccordement des équipements électriques au réseau (passages de transformateurs, embouts de câbles).
- Servir d'enveloppe pour certains équipements (disjoncteurs, parafoudres, réducteurs de comptage).

## I.1.1.2 Matériaux isolants utilisés pour la fabrication des isolateurs

On trouve plusieurs isolants solides pour la fabrication des isolateurs de haute tension :

### I.1.1.2.1 Le verre

Il est fondu dans des creusets rouge vif chauffés à 900°C, un mélange de sable, de chaux et de carbonate de sodium. Le liquide faible est versé dans un moule en acier creux en forme d'isolant. Chimiquement, le verre est un mélange de silicates alcalins et de calcium ou de plomb. Les principaux types de verre utilisés dans l'industrie électrique sont : le verre trempé et le verre recuit [3].

#### a) Le verre trempé

Le verre trempé a environ 5 à 6 fois la résistance à la traction du verre recuit et peut résister à des changements brusques de température allant jusqu'à 100°C.

Le verre trempé libère beaucoup d'énergie lors de l'impact et se brise généralement en flocons. Le verre trempé est considéré comme du verre de sécurité.

Le verre trempé peut supporter des températures jusqu'à 200°C (60°C pour le verre non trempé) [4].



**Figure I.3 :** Le verre trempé

### **b Le verre recuit**

Le verre recuit est utilisé pour fabriquer des isolants rigides, mais il présente des inconvénients. Parmi ces inconvénients, on cite le fait qu'il ne supporte pas les changements brusques de température, et qu'il ne peut supporter que des tensions mécaniques relativement faibles, il n'est donc pas utilisé dans la fabrication des isolateurs de suspension.



**Figure I.4 :** Le verre recuit

### **I.1.1.2.2 La Porcelaine**

La porcelaine est faite de kaolin et de quartz de haute qualité. Ils sont cuits à 1400°C, puis recouverts d'émail au silicate et recuits au four pour obtenir une glaçure thermique résistante à l'eau. La rigidité diélectrique de la porcelaine varie entre 25 et 35 kV/mm, et sa permittivité relative fluctue entre 6 et 7. Il a une résistivité élevée d'environ  $10^{11}\Omega \cdot \text{cm}$  à 20°C, ses pertes diélectriques sont faibles aussi bien en basse fréquence qu'en haute tension, et quant à sa résistance mécanique, elle varie entre 2500 et 4000 N/mm [5].



**Figure I.5 :** La porcelaine

### **I.1.1.2.3 La Bakélite**

C'est une résine artificielle inventée vers 1909 par le chimiste BAKELAND. Il est obtenu en trois états [6] :

- Bakélite A : Fabriquée par chauffage modéré (50°C), résine jaune clair, facile à fondre, soluble dans le méthanol.
- Bakélite B : C'est la Bakélite A transformée par chauffage à (110°C) pendant une longue période, elle est solide, cassante et insoluble dans les solvants usuels ;
- Bakélite C : obtenue vers (180°C) ; elle est insoluble, difficile à fondre et ne supporte pas la décomposition à une température de 300°C ; elle n'est pas attaquée par l'oxygène, l'ozone et les acides courants.



**Figure I.6:**La Bakélite

### **I.1.1.2.4 La Silicone**

Ce nom a été donné à toute une classe d'objets récemment inventés ressemblant à des résines synthétiques. Ils sont différents car ils contiennent peu ou pas de carbone dans leur structure moléculaire. Ils ne sont pas combustibles. De nombreuses variétés ont été fabriquées avec des propriétés très différentes et transformées en huiles, vernis, graisses et caoutchoucs [7].



Figure I.7 : La Silicone

### I.1.1.3 Principaux types d'isolateurs

#### I.1.1.3.A. Isolateurs de type rigide

Ce type d'isolateur assure une connexion rigide entre le support et le câble. Il est constitué d'une ou plusieurs pièces isolantes noyées et scellées les unes avec les autres. Ces isolateurs sont fixés à la tour par des ferrures de formes diverses. Principalement utilisé pour les lignes aériennes dont la tension ne dépasse généralement pas 60kV.

Les isolateurs rigides peuvent être placés en position horizontale, verticale ou inclinée.

Il existe deux types principaux :

- Isolateurs rigide à socle : constitués d'un ou plusieurs éléments en matière céramique ou synthétique, assemblés à demeure sur une base métallique, destinés à être montés sur un châssis au moyen d'une tige centrale ou d'un boulon solidaire de la base
- Isolateurs rigide à tige : constitués d'un ou plusieurs disques céramiques en forme de cloche reliés entre eux de manière permanente et conçus pour être montés sur un support par une tige à visser dans l'isolateur

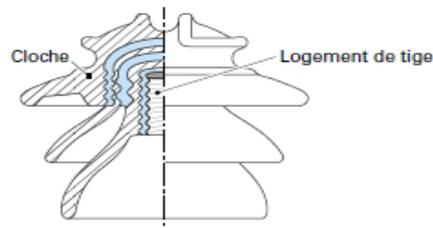


Figure I.8 : Isolateurs de type rigide

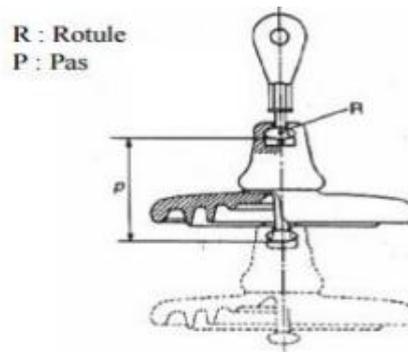
#### I.1.1.3.B. Isolateurs suspendus ou éléments de chaîne

Ils sont constitués d'un matériau isolant et d'une partie métallique qui sert à créer une liaison entre deux isolateurs et à donner une certaine souplesse à la chaîne d'isolateurs. Chaîne

d'isolateurs suspendue verticalement (chaîne d'alignement) ou horizontalement (chaîne d'ancrage) à la tour [8].

Il existe deux types principaux d'éléments de chaîne :

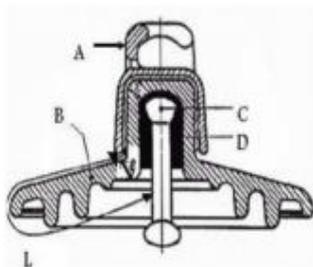
- les isolateurs à capot et tige.
- les isolateurs à long fût.



**Figure I.9 :** Isolateurs suspendus ou éléments de chaîne

### I.1.1.3.C. Les isolateurs à capot et tige

Le couvercle et la tige consistent en un isolant porté à l'intérieur d'une tige en acier avec une tête conique scellée dans un isolant en verre ou en porcelaine. L'extrémité supérieure de l'isolateur a un couvercle en fer malléable scellé avec un trou à travers lequel l'extrémité inférieure de la tige peut être insérée, grâce à quoi le scellement du couvercle à l'élément de chaîne de tige est réalisé. Utilisez du ciment pour enfoncer la partie inférieure de la tige de l'élément supérieur dans le capuchon de l'élément inférieur [9].



- A : le capot.
- B : le diélectrique (verre trempé ou céramique).
- D : le ciment de fixation.
- C : la tige.
- L : Plus courte distance dans l'air entre le capot et la tige.
- $\epsilon$  : Longueur du canal de perforation,  $\epsilon \ll L/2$ .



**Figure I.10 :** isolateurs à capot et tige

## I.2 La superhydrophobie

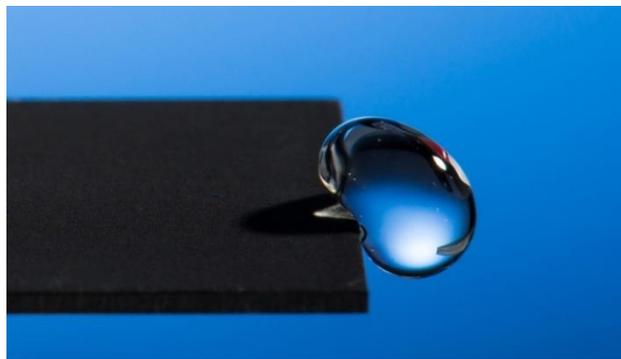
La superhydrophobicité en est un bon exemple. Le mot hydrophobie vient des mots grecs « hydro » (eau) et « phobos » (peur, effroi) ; il signifie donc étymologiquement « qui a peur de l'eau ». Or, la peur de l'eau est désignée par un terme dérivé du latin aquaphobie. En fait,

l'hydrophobicité a un tout autre sens : une surface est dite superhydrophobe lorsqu'elle ne peut pas être mouillée par l'eau ou toute autre substance aqueuse et les repousse. Ce phénomène, bien que rare, est relativement courant dans la nature, car d'innombrables organismes utilisent ce trait pour survivre [10].

### I.2.1 La surface superhydrophobe

La superhydrophobicité atteint des angles de contact "froids" et permanents approchant les  $180^\circ$ . Une surface est considérée comme superhydrophobe si et seulement si une goutte d'eau posée sur la surface atteint un angle de contact d'au moins  $150^\circ$ .

Pour cela, une surface doit avoir deux caractéristiques : premièrement, son matériau de surface est non polaire, et deuxièmement, sa texture de surface implémente le modèle de Cassie [10].



**Figure I.11** : Métal superhydrophobe

### I.2.2 Propriétés superhydrophobe

#### I.2.2.A 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 formé par une goutte d'eau déposée sur celle-ci.

D'un point de vue chimique, lorsqu'une goutte de liquide est déposée sur une surface solide parfaitement lisse et horizontale, la goutte adopte une forme spécifique (généralement une calotte sphérique) à l'équilibre, définie par l'angle de contact  $\theta$ , qui caractérise les interactions entre liquides et solides

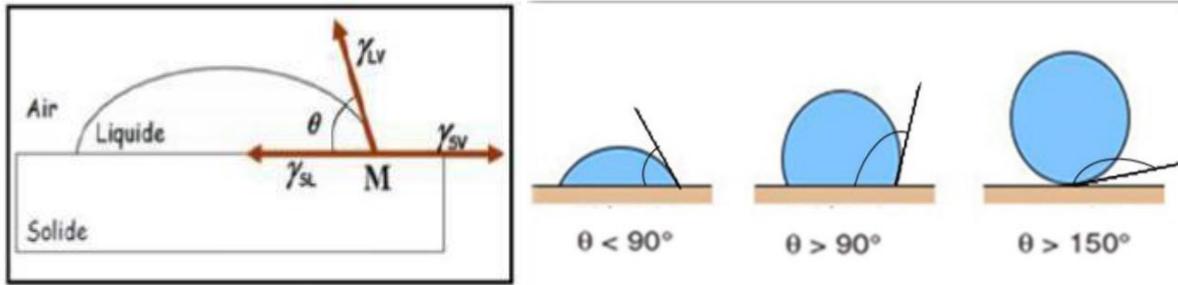


Figure I.12 : Représentation de l'angle de contact et des tensions de surface

$$\cos \theta_e = \frac{\gamma_{SV} - \gamma_{SL}}{\gamma_{LV}} \quad (\text{Équation I.1})$$

- $\gamma_{SV}$  : est la tension superficielle solide-vapeur ( $\text{Nm}^{-1}$ ).
- $\gamma_{SL}$  : est la tension superficielle solide-liquide ( $\text{Nm}^{-1}$ ).
- $\gamma_{LV}$  : est la tension superficielle liquide-vapeur ( $\text{Nm}^{-1}$ ).

L'équation de Young n'est valable que pour des surfaces parfaitement lisses, non poreuses ou rugueuses et parfaitement homogènes.

Généralement, la mouillabilité d'un matériau est définie en considérant l'angle de contact de ce matériau avec une goutte d'eau.

Lorsque cet angle est supérieur à  $90^\circ$ , la surface est hydrophobe, et lorsqu'il est inférieur à  $90^\circ$ , la surface est hydrophile.

Ainsi, on voit l'eau s'étaler sur une surface hydrophile et conserver une forme plus sphérique sur une surface hydrophobe. Au-dessus de  $150^\circ$ , la surface est dite superhydrophobe. La figure (I.12) donne un aperçu d'une goutte d'eau sur différents substrats solides.

### I.2.2.B Non mouillabilité

La non-mouillabilité fait référence à la capacité d'une surface de matériau à ne pas former de liaisons hydrogène avec des gouttelettes d'eau, ce qui l'empêche de se répandre sur la surface [11].

### I.2.2.C Angle de contact

L'angle de contact  $\theta$  est l'angle formé par une goutte d'eau avec sa surface de dépôt.

Ses valeurs varient de  $0$  à  $180^\circ$ , en fonction de la nature de la surface (superhydrophile, hydrophile, hydrophobe, superhydrophobe) avec laquelle elle est en contact [12].

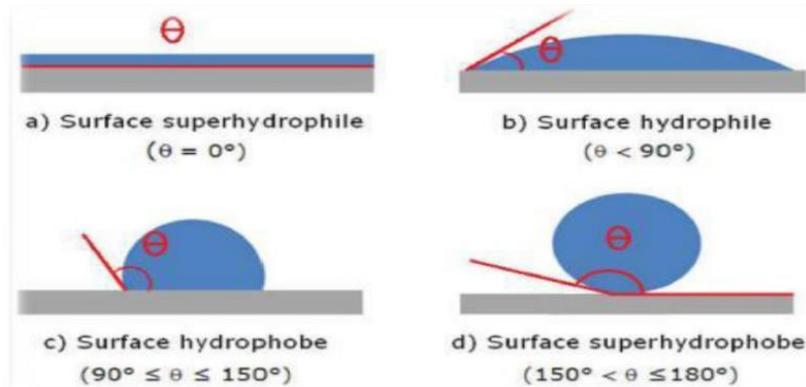


Figure I.13 : Comportement d'une goutte sur une surface

### I.2.3 Modèles de surfaces superhydrophobes

Sa valeur varie entre 0 et 180° selon la nature de la surface avec laquelle il est en contact (superhydrophile, hydrophile, hydrophobe, superhydrophobe).

Selon la littérature, il existe deux modèles pour décrire l'effet de la morphologie des surfaces texturées sur le mouillage. Par exemple, le modèle de Wenzel considère des surfaces rugueuses imprégnées de liquide, tandis que le modèle de Cassie-Baxter simule la mouillabilité des substrats rugueux sans intrusion de liquide dans la rugosité.

Le modèle Wenzel est le plus couramment utilisé pour les surfaces physiquement texturées, tandis que le modèle Cassie-Baxter est utilisé pour les surfaces chimiquement texturées. On arrive parfois à combiner ces deux modèles et avoir des surfaces composites [13][14].

#### I.2.3.A. Selon Wenzel (1936)

En supposant que la goutte se combine avec la rugosité du solide, cela revient à considérer que l'énergie mise en jeu pour les surfaces solide/vapeur et solide/liquide est la même en surface ( $r > 1$ ). Nous en déduisons que l'angle apparent  $\theta^*$  de la goutte s'écrit en fonction de l'angle de Young  $\theta_e$  [13].

$$\cos \theta^* = r \cos \theta \quad (\text{Équation I.2})$$

r: La rugosité ( $r > 1$ ) ;

$\theta$  : Angle de contact sans la rugosité;

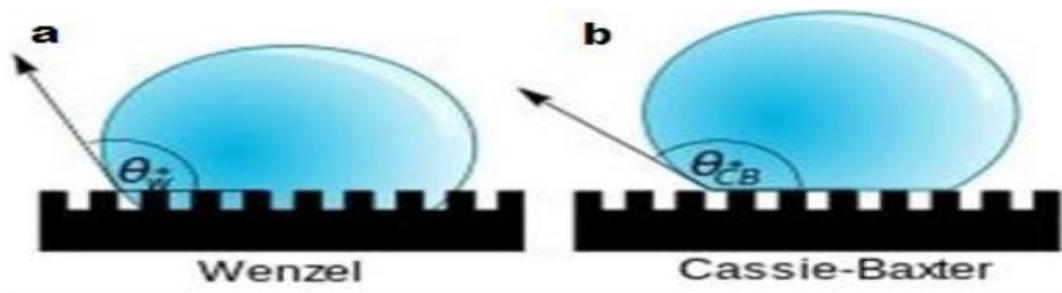
$\theta^*$ : l'angle de contact avec la rugosité;

#### I.2.3.B Selon Cassie (1944)

Un liquide peut ne pas être conforme à un solide pour lequel il n'a aucune affinité. Au lieu de cela, il restera au-dessus de ces bords rugueux, laissant de l'air en dessous. En raisonnant

sur le cas simple d'une structure en dents de scie, on voit que le bas d'une telle goutte va toucher le solide sur la fraction  $\varphi_s$  de la surface occupée par le sommet de la dent de scie, et l'air sur la fraction  $(1 - \varphi_s)$ , l'angle sur ces deux milieux vaut  $\theta$  et  $180^\circ$ , et l'angle observé sera la moyenne entre ces deux valeurs (cela s'obtient en prenant le cosinus de ces angles, comme nous l'a appris la relation de Young[14].

$$\cos \theta^* = \varphi_s \cos \theta_e - (1 - \varphi_s) \quad (\text{Équation I.3})$$



**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.2.4 Techniques de préparation de surfaces superhydrophobes

Par conséquent, nous trouvons l'angle apparent sur cette surface composite

Les chercheurs ont utilisé plusieurs méthodes existantes dans la littérature pour réaliser ce type de surface.

##### I.2.4.A Dépôt par vapeur chimique

Le processus de cette technique consiste à exposer le substrat à une vapeur chimique, ce qui crée des dépôts souhaités qui se décomposent ou réagissent sur la surface. C'est une méthode assez coûteuse car elle nécessite une chambre à pression et température contrôlées [15].

##### I.2.4.B Dépôt électrochimique

Le procédé consiste à déposer deux substrats dans un liquide, l'un considéré comme l'anode et l'autre la cathode. Certains composés se déposent en surface, leur nature et leur forme dépendent du substrat (anode ou cathode) [16].

##### I.2.4.C Photolithographie

Ce procédé permet d'obtenir une topographie continue. Il s'agit de recouvrir une surface d'un mince film de résine photosensible ou de polymère, puis d'y faire briller un faisceau de lumière de haute précision. Cette méthode est utilisée pour l'électronique [17].

#### I.2.4.D Techniques utilisant le plasma

Le plasma peut être utilisé comme technique de dépôt (des ions dans un bain de vapeur chimique où les ions sont déposés sur une surface) ou de déchirure de matière, cette dernière étant souvent utilisée dans la nano fabrication de surfaces [18].

#### I.2.5 Domaines Applications

Cet attribut est attribué à plusieurs applications. Nous avons opté pour trois principaux : autonettoyant, antibuée et antipluie. Tous trois découlent d'une propriété déjà vue : l'extrême fluidité de l'eau. Nous pouvons les observer dans la nature et nous pouvons les expliquer physiquement. Toutes les autres applications possibles en découlent [19].

##### I.2.5.A L'antibuée

L'une des applications de la superhydrophobicité est l'anti-buée. La bouée est un dépôt de fines gouttelettes d'eau - d'une taille comprise entre 1 et 10 micromètres, un million à un milliard de fois plus petites que les gouttelettes d'eau formant de la condensation

Les propriétés anti-buée d'une surface hydrophobe s'expliquent par la structure de la surface, qui se compose de milliers de surfaces inégales, et par l'énergie de surface générée lorsque deux gouttelettes entrent en contact pour n'en former qu'une.

Dans notre vie quotidienne, l'anti-buée est principalement utilisée dans les verres de lunettes. Les verres sont enduits d'une fine couche de produit hydrophobe, pour que les gouttelettes ne se perforent pas : pas de buée.

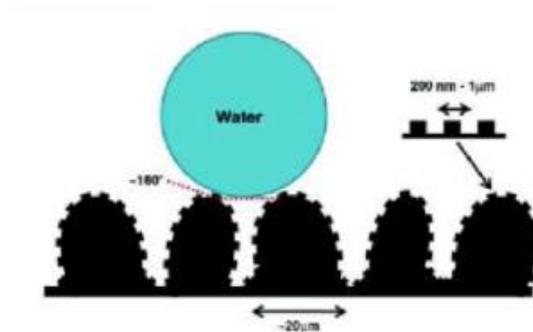


Figure I.15 : Goutte d'eau sur une surface antibuée

##### I.2.5.B L'anti pluie

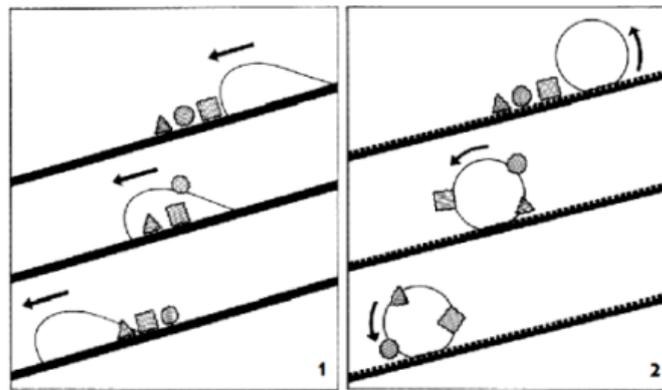
Une autre application des surfaces superhydrophobes et hydrophobes est leur capacité à résister à la pluie. En fait, les gouttelettes ont une taille comprise entre un et deux millimètres et elles sont plus grandes que la rugosité de la surface. En conséquence, les gouttes de pluie ne peuvent pas se percer et la surface n'est pas mouillée.

Cette application peut voir le jour sur la route. Cela réduira considérablement le nombre de morts sur la route. En effet, ce dernier est toujours sec et le véhicule ne pourra pas dérapier.

### I.2.5.C L'autonettoyant

Ainsi, une surface superhydrophobe permet à une goutte d'eau d'être très fluide, donc elle ne s'étale pas sur la surface et ne laisse pas de traces. Par exemple, Saint-Gobain utilise cette propriété spécifiquement pour les pare-brise.

Enfin, cette extrême fluidité confère aux surfaces superhydrophobes leurs propriétés autonettoyantes, car de grandes quantités d'eau emportent la saleté de la surface. Cette propriété est visible sous de fortes pluies, par exemple sur tout type de surface superhydrophobe, que ce soit du verre, du plastique, du textile.



**Figure I.16 :** Comportement d'une goutte en présence de saletés sur une surface non hydrophobe (à gauche) et super-hydrophobe (à droite)

## I.3 Vieillessement des matériaux isolants

En électrotechnique, le vieillissement électrique est défini comme toute modification des propriétés d'un matériau affectant sa fonction isolante. Il peut donc s'agir d'une modification des propriétés chimiques ou physiques entraînant une modification des propriétés électriques dans un sens préjudiciable à la pérennité de la fonction isolante. En général, il est admis intuitivement, et l'expérience l'a souvent montré, que la propriété d'un matériau isolant dépend de l'importance de la contrainte électrique qu'il subit et de la durée pendant laquelle cette contrainte de temps est appliquée [20].

### I.3.A Le vieillissement physique

Le vieillissement physique du verre est un processus naturel qui se produit au fil du temps et qui peut affecter ses propriétés physiques, telles que sa résistance et sa transparence. Ce processus peut être accéléré par des facteurs tels que l'exposition aux rayons UV, les

changements de température et l'humidité. Les effets du vieillissement physique peuvent varier en fonction du type de verre et de son utilisation, mais ils peuvent inclure la formation de fissures, la décoloration, la perte de transparence et la fragilisation. Il est important de prendre en compte le vieillissement physique lors de la conception et de l'utilisation de produits en verre pour assurer leur durabilité et leur performance à long terme.

### **I.3.B Le vieillissement chimique**

Les principales manifestations sont l'hydrolyse, l'oxydation ou la diffusion, qui peuvent entraîner des modifications de la composition chimique du revêtement

En général, le phénomène de vieillissement chimique des revêtements à base de polymères est affecté par de nombreux facteurs tels que le poids moléculaire, l'épaisseur, la composition chimique, la structure et la conformation du polymère, ainsi que par le milieu de vieillissement et ses conditions (température), pH, présence d'ions, etc.).

Il existe plusieurs tests de vieillissement ou de stabilité qui peuvent aider à évaluer la durabilité des revêtements superhydrophobes [21].

### **I.3.C Le Vieillissement électrique**

Lors de la contrainte induite par l'application d'un champ électrique, plusieurs modes de vieillissement peuvent se produire. Il existe deux types de vieillissement : le vieillissement extrinsèque, qui se produit à des tensions supérieures à TADP et donc à PD ; et le vieillissement intrinsèque, qui est lié à l'injection et au déplacement de charges et à la présence de dipôles permanents.

Dans le premier cas, les décharges répétées dégradent progressivement le matériau et finissent par le perforer. Dans le second cas, sous certaines conditions (typiquement un champ électrique continu de plusieurs dizaines de kV/mm), l'injection de charges d'espace conduit à un rehaussement local du champ électrique à l'origine de l'arborescence électrique, ce qui conduit à terme à un claquage de l'isolation[22].

#### **I.3.C.1 Causes de dégradations**

Les phénomènes suivants agissent aux niveaux macroscopique et microscopique, entraînant des modifications irréversibles du matériau, qui contribuent rarement à améliorer ses propriétés électriques.

- Sous contrainte électrique, le champ électrique permanent déforme les molécules ou chaînes de polymères, provoquant la rupture de certaines d'entre elles.

- Un champ électrique transitoire peut entrer en résonance avec l'un des mécanismes de polarisation, provoquant un transfert d'énergie important entre le champ et le matériau rompant les liaisons chimiques.
- Les courants transitoires apparaissant lors d'un court-circuit peuvent provoquer de fortes contraintes mécaniques dues aux forces de Laplace.
- A cela s'ajoutent les contraintes climatiques (variations et inhomogénéités de température, contraintes mécaniques induites, humidité, embruns salins, érosion éolienne et les poussières qu'elle charrie) et biologiques (développement de moisissures ou de champignons).

### I.3.C.2 Conséquence des dégradations

Différentes caractérisations paramétriques du comportement électrique de l'isolant révèlent le vieillissement des matériaux

- Réduction de la résistance d'isolement (contamination de surface, pénétration d'eau dans les solides).
- La capacité diminue et le facteur de dissipation augmente (en isolation multicouche : certaines couches ne sont plus isolées).
- Indice de polarisation réduit (dominance du courant de conduction sur le courant de puits).
- Réduction de la rigidité diélectrique (pointes dues à la corrosion, séparation entre isolant et électrodes, bulles d'air, etc.)
- Augmentation du taux de décharge partielle (augmentation de la taille de la cavité).

En général, l'état de l'isolation peut être vérifié de deux manières :

- Diagnostics réussis : l'appareil est mis hors tension et testé sur le terrain et/ou en laboratoire.
- Par surveillance continue : mesure continue des propriétés d'isolation pendant le fonctionnement de l'équipement.

### I.3.D Vieillesse accéléré

Pour prédire la durée de vie des composants en utilisation normale, des tests de vieillissement accéléré sont réalisés. Dans de tels essais, le matériau isolant est soumis à des contraintes plus ou moins importantes, toutes supérieures à celles correspondant au service normal, et cette dégradation sont considérées comme la limite, définissant sa durée de vie à la contrainte considérée [23].

Cette procédure peut établir une relation empirique entre les niveaux de contrainte et la durée de vie. Grâce à cette relation, il est possible d'évaluer la durée de vie avec des contraintes correspondant à un service normal. En pratique, des expérimentations doivent être

réalisées pour des combinaisons des contraintes suivantes : température et variations de température, humidité, nombre de phénomènes transitoires (foudre, manœuvres), etc. Ensuite, les modèles de vieillissement deviennent plus complexes et nécessitent de la prudence, surtout lorsque les résultats montrent une forte dispersion statistique.

De plus, l'augmentation du stress induit des effets de seuil qui ne sont pas associés à un vieillissement accéléré.

## **I.4 Sources de pollution**

Les polluants qui contaminent les isolateurs peuvent provenir de différentes sources, selon le type d'environnement dans lequel se trouve le site. Par exemple, dans les environnements de type marin, les électrolytes solubles proviennent du brouillard salin marins présents dans l'atmosphère constituent la pollution dite marine.

Dans les environnements de type industriel, les isolants sont exposés à la pollution industrielle, avec des substances solubles provenant des fumées des centrales thermiques (charbon ou fioul), des aciéries ou des raffineries de pétrole, et des substances inertes insolubles provenant des poussières produites par les cimenteries ou les mines de ciment. . Surtout en hiver, la plupart des isolateurs installés à proximité des autoroutes polluée par l'hiver, la source de ses électrolytes solubles est principalement le sel de voirie.

### **I.4.1 Types de pollution**

#### **I.4.1.A Pollution naturelle**

La pollution naturelle provient [24]:

- Des sels marins dans les régions côtières.
- Des poussières du sol (notamment lors de chantiers importants).
- Des sables véhiculés par le vent en régions désertiques.

#### **I.4.1.B Pollution marine**

Lorsqu'il est installé en bord de mer, le jet soufflé par le vent déposera progressivement une couche de sel sur l'isolateur, qui couvrira tôt ou tard toute la surface de l'isolateur, y compris les parties les mieux protégées. Humidifiée par les embruns eux-mêmes, le brouillard ou simplement la condensation, cette couche de sel devient conductrice. Les courants de fuite s'accumulent alors à travers la couche de surface et, dans certaines conditions, un arc se produit qui s'enroule jusqu'à ce qu'il provoque le contournement complet de l'isolation accompagné d'arcs électriques, court-circuitant ainsi des portions de plus en plus grandes de sa surface [25].

### **I.4.1.C Pollution désertique**

Dans les zones désertiques, les fréquentes tempêtes de sable déposent progressivement une couche de polluants salés à la surface des isolateurs. Une fois mouillée, cette couche devient plus conductrice. Et produire un cycle de courant de fuite brutal suivi d'un arc partiel pouvant conduire à un contournement total de l'isolant [24].

### **I.4.1.D Pollution industrielle**

Ce type de pollution est courant dans les zones industrielles, notamment à proximité des usines, des sociétés de production qui émettent du smog (raffineries de pétrole, cimenteries, etc.). De plus, les gaz d'échappement (centrales thermiques) et les engrais chimiques utilisés dans l'agriculture contribuent aussi aux dépôts observés sur les surfaces des isolants [27] [28].

En cas de forte humidité, le sel contenu dans ces polluants peut fortement réduire la résistivité de surface de l'isolant, et un flash over se produit parfois [26].

Les usines ne sont pas seules responsables de cette pollution, les gaz d'échappement des véhicules et les engrais agricoles contribuent également aux dépôts observés sur les surfaces des isolants [24].

### **I.4.1.E Pollution mixte**

Ce type de pollution est en fait le plus fréquent et le plus sévère pour l'exploitation des ouvrages électriques. La pollution mixte résulte de la combinaison entre les différents types de pollution, comme par exemple les pollutions marine et industrielle lorsque des installations industrielles situées au bord de mer [24].

## **I.5 CONCLUSION :**

Dans ce chapitre, nous nous sommes intéressés aux différents types d'isolateurs utilisés au HT ainsi que les caractéristiques de mouillabilité et d'angle de contact dans différents états, et les surfaces superhydrophobes semblent être considérées comme une meilleure solution pour l'isolation HT en raison de leurs propriétés immuables. Par exemple, ces isolateurs sous l'effet de pollution et de vieillissement présentent une résistance aux courants de court-circuit plus élevée que les modèles hydrophobe et hydrophile.

**Chapitre 2 :**  
**Méthodes Diagnostic**

## II.1 INTRODUCTION

Les matériaux isolants sont caractérisés par leurs propriétés chimiques et physiques (électriques). Ces dernières prennent effet lorsqu'ils sont soumis à un champ électrique et à travers lesquelles le matériau est classé bon ou mauvais isolant. Des techniques précises sont mises au point pour mesurer, évaluer ou détecter les grandeurs liées à ces propriétés. Cette partie du travail a introduit plusieurs méthodes spécifiques au diagnostic des matériaux diélectriques

Les méthodes de caractérisation chimique les plus usuelles que nous allons déployer dans notre étude sont: l'analyse infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), la Spectrométrie par fluorescence des rayons X (FRX), la photo luminescence et l'analyse par diffraction des rayons X (DRX).

Les méthodes de caractérisation physique (électrique) sont: mesure de la rigidité diélectrique longitudinale  $E_1$ , mesure du facteur de perte  $\text{tg}\delta$  et de la capacité  $C_x$ , et la mesure de l'angle de contact  $\theta$ .

Afin de suivre l'évolution du vieillissement des matériaux isolants électriques, ces analyses peuvent être réalisées afin de comprendre son état à tout instant.

## II.2 Méthodes de diagnostic des matériaux diélectriques

### II.2.1 Caractérisations chimiques :

Diverses analyses chimiques peuvent être effectuées pour déterminer l'état d'un matériau, aussi bien neuf que vieilli, tout au long de son cycle de vie. Nous révélons également ce qui se passe au niveau microscopique lors du vieillissement et comment certains facteurs externes, comme la contamination affecte la morphologie et la structure moléculaire des matériaux.

- Les plus intéressantes d'entre elles sont :

Analyse infrarouge à transformée de fourrier (FTIR), la Spectrométrie par fluorescence des rayons X (FRX), la photo luminescence et l'analyse par diffraction aux rayons X (DRX).

#### II.2.1.1 Spectre infrarouge à transformée de fourrier (FTIR)

La **spectroscopie infrarouge** est une technique d'analyse rapide permettant d'identifier rapidement les fonctions chimiques des molécules présentes dans les matériaux analysés (solides, liquides ou plus rarement gazeux). En effet, l'expérience a montré que certaines fréquences vibrationnelles, appelées « fréquences de groupe », sont caractéristiques de la présence de groupements chimiques dans les molécules étudiées. La spectroscopie infrarouge est un outil de caractérisation très puissant qui permet d'identifier des clusters moléculaires et

d'obtenir une multitude d'informations microscopiques sur leur formation et leurs interactions possibles [33 34].

### **II.2.1.2 Diffraction des rayons X (DRX)**

La diffraction des rayons X (DRX) est l'une des techniques les plus établies pour identifier et caractériser les matériaux polycristallins afin de déterminer leur cristallographie, leur structure polymorphe, leurs phases et d'observer les changements de leur cristallinité [30].

Il s'agit d'une méthode d'analyse de phase non destructive qui permet de distinguer les produits amorphes des produits cristallins (minéraux, métaux, céramiques). Il permet également d'étudier les conditions de formation des phases, leur évolution en fonction de la température ou de l'atmosphère, il est ainsi possible de comprendre le comportement du matériau dans les conditions d'utilisation (ex : température, purge de gaz, etc.)

### **II .2.1.3 Spectrométrie de fluorescence des rayons X (FRX)**

FRX est une méthode d'analyse spectroscopique des matériaux basée sur le principe de la fluorescence X et est l'une des méthodes les plus couramment utilisées pour la détermination qualitative et quantitative de la composition élémentaire d'échantillons liquides, solides ou en poudre [31].

### **II.2.1.4 La photoluminescences**

La photoluminescence est le phénomène d'émission de lumière suite à la réaction d'un matériau photoluminescence sujet à une "excitation" par exposition à un rayonnement optique ultra violet, visible ou infra rouge.

Son principe de fonctionnement est simple: on excite les électrons de la substance étudiée à l'aide d'un rayonnement (généralement monochromatique) et l'on détecte la lumière émise par cette dernière. En général, l'énergie de la lumière émise est plus faible que celle du rayonnement utilisé pour l'excitation.

## **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 est évaluée par l'intensité du champ électrique, le matériau doit résister pour provoquer une perforation, ce qui le rend impropre à exécuter sa fonction plus tard. En pratique, la rigidité diélectrique est définie comme le rapport entre les tensions lors du perçage dans les conditions de test spécifiées et la distance entre deux électrodes auxquelles est appliquée la tension. La rigidité diélectrique est donnée par l'expression de l'équation (II.1) :

$$E_d = \frac{U}{d} \left( \frac{kV}{cm} \right) \quad (\text{Équation II.1})$$

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

d : distance inter-électrodes.

### a) Mesure de la rigidité diélectrique :

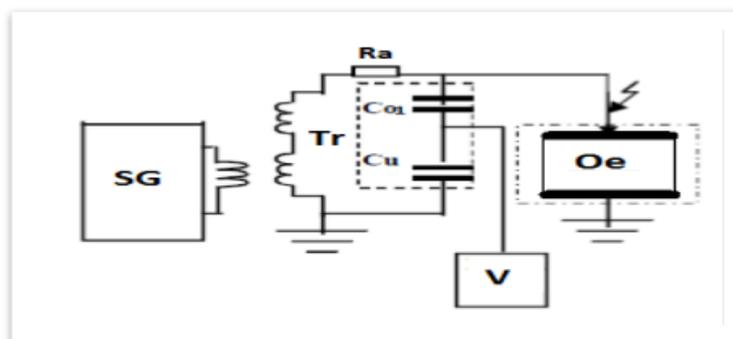
Les essais de rigidité diélectrique ont pour but de tester les éléments isolants des composants et divers sous-ensembles qui composent les équipements électriques et de vérifier si les lignes de fuite entre pointes ou entre pointes et terre sont correctement réalisées selon la technologie employée.

Le principe du test de rigidité diélectrique est d'appliquer une tension (DC ou AC) entre des points spécifiés, et de vérifier s'il y a une décharge de courant de fuite supérieure à la valeur nominale admissible causée par un claquage ou une destruction après que la tension soit stable (dans l'air ou en matériau isolant).

### b) Rigidité diélectrique longitudinale :

La rigidité diélectrique longitudinale du matériau isolant est obtenue entre deux conducteurs plats (électrodes plates) situés sur une même surface de l'isolant. La rigidité diélectrique longitudinale dépend peu de la nature de l'isolant, mais davantage de son état sec et propre. En fait, dans la plupart des cas, la formation d'arc entre les conducteurs se produit d'abord dans l'environnement proche de la surface du matériau. Ce n'est que dans certains cas, comme une immersion prolongée dans l'eau ou des matériaux testés à haute température, que le contournement affectera réellement l'isolant et provoquera une destruction nette (carbonisation) de sa surface le rendant incapable de résister à la nouvelle contrainte. La rigidité longitudinale est déterminée par la relation :

$$E_1 = \frac{U_{\text{contournemnt}}}{d} \left( \frac{kV}{cm} \right) \quad (\text{Équation II. 2})$$



**Figure II.1 :** Circuit de 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.

**Ra** : Résistance d'amorti.

**Cu** : Capacité parasite des conducteurs

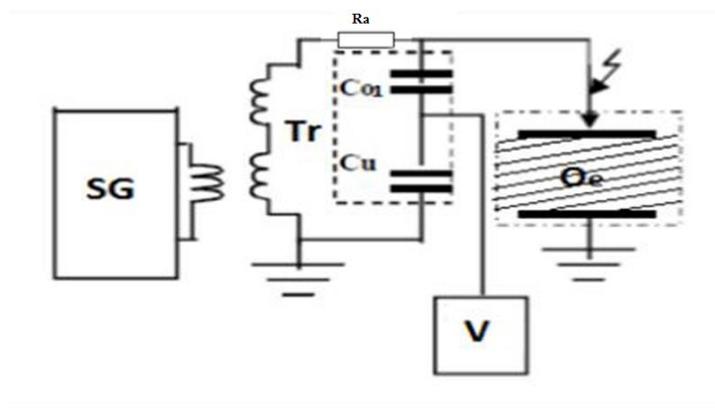
**C<sub>01</sub>** : Capacité parasite de l'objet mesuré

**c) Rigidité diélectrique transversale :**

La rigidité diélectrique transversale d'un matériau isolant est obtenue entre deux conducteurs plans (électrodes planes) situées 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  $d$  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 déterminée par la relation :

$$E_t = \frac{U_{perforation}}{d} \text{ (kV/cm)} \quad \text{(Équation II. 3)}$$



**Figure II.2** : Schéma de 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

**Cu** : Capacité parasite des conducteurs

**C<sub>01</sub>** : Capacité parasite de l'objet mesuré

II.2.2.2 Facteur de perte, capacité et permittivité

a) Mesure du facteur de pertes  $tg\delta$  par la méthode du pont de Schering :

Le pont de Schering permet de mesurer la capacité et le facteur de Pertes d'isolement en tension alternative (condensateurs, câbles, isolateurs, bornes de traversée, etc.).

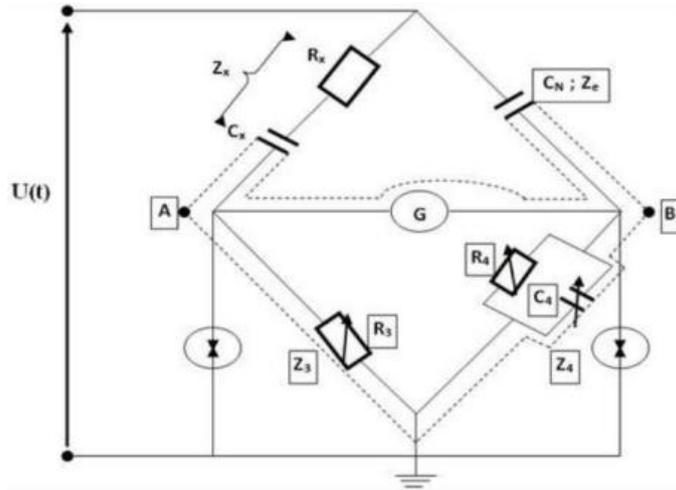


Figure II.3 : Schéma de principe du pont de Schering.

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

$$Z_x = R_x + \frac{1}{jC_x \omega_x} \quad (\text{Équation II.4})$$

$$Z_x = \frac{1}{jC_x \omega_x} (1 + jt g \delta_x) \quad (\text{Équation II.5})$$

Avec :

$$tg \delta_x = \omega \cdot R_x \cdot C_x \quad (\text{Équation II.6})$$

$$Z_N = \frac{1}{jC_N \omega} \quad (\text{Équation II.7})$$

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

$$Z_3 = R_3 \quad (\text{Équation II.8})$$

$$Z_4 = \frac{R_4 \left( \frac{1}{j\omega C_4} \right)}{R_4 + \frac{1}{j\omega C_4}} \quad (\text{Équation II.9})$$

A l'équilibre:  $I_G = 0$

D'où :

$$Z_x \cdot Z_4 = Z_N \cdot Z_3 \quad (\text{Équation II.10})$$

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

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

$$\text{tg} \delta = \omega \cdot R_x \cdot C_x \quad (\text{Équation II.12})$$

$$\text{tg} \delta = \omega \cdot R_4 \cdot C_4 \quad (\text{Équation II.13})$$

- **Mesure de constante diélectrique  $\epsilon_r$  :**

$$C_x = \epsilon_r \cdot C_0 \rightarrow \epsilon_r = \frac{C_x}{C_0} \quad (\text{Équation II.14})$$

$$C_0 = \epsilon_0 \cdot \frac{S}{a} \quad (\text{Équation II.15})$$

D'où

$$\epsilon_r = \frac{R_4}{R_3} \cdot C_N \cdot \frac{a}{\epsilon_0 \cdot S} \quad (\text{Équation II.16})$$

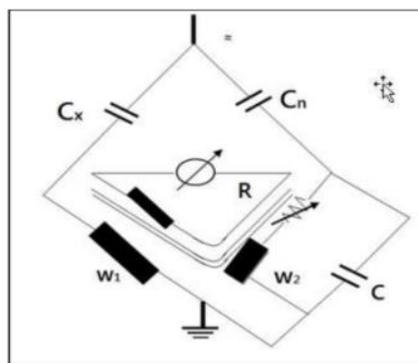
- **Le pont à transformateur différentiel :**

Les condensateurs  $C_x$  et  $C_N$  sont placés dans la branche haute tension, la branche basse tension est remplacée par les enroulements  $\omega_1$  et  $\omega_2$  du transformateur, et le troisième enroulement du transformateur est connecté à l'indicateur zéro [35].

Le pont est en équilibre si :

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

Le nombre de spire du bobinage est 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

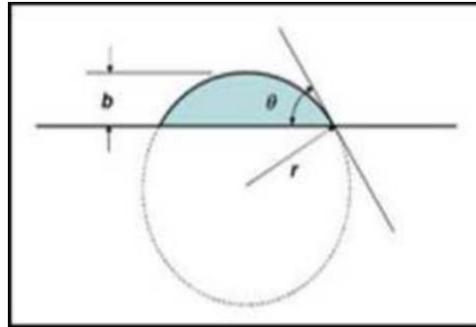


**Figure II.4 :** Schéma de principe du pont de Schering à transformateur différentiel.

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

**II.3 La méthode théorique et pratique de détermination de l'angle de contact  $\theta$  et l'indice d'hydrophobicité (IH)**

**II.3.1 La méthode théorique :** L'angle de contact peut-être obtenu de plusieurs manières.



**Figure II.5:** Méthode théorique détermination de l'angle de contact  $\theta$ .

$$\sin \theta = \frac{r-b}{b} \quad (\text{Équation II.18})$$

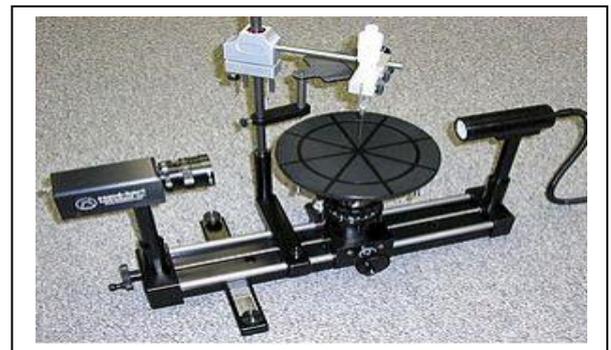
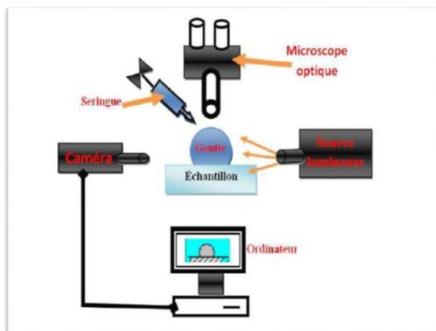
Ou encore :

$$\theta = 90^\circ - \left( \frac{r-b}{\sqrt{2rb-b^2}} \right) \quad (\text{Équation II.19})$$

b : est la hauteur de la gouttelette ;

r : le rayon de la gouttelette ;

**II.3.2 La méthode pratique :**



**Figure II.6 :** Schéma de principe de la méthode pratique de détermination de l'angle de contact avec Goniomètre

Lorsqu'une goutte d'eau pure (eau distillée) est déposée sur une surface plane (échantillon à analyser), une photo est prise. Après la numérisation du contour de la goutte par un ordinateur, l'angle de contact que fait la tangente à la goutte au point triple solide-liquide-air et la surface du solide est calculé. Cet angle est appelé angle de contact  $\theta$ . Plus le matériau

analysé a d'affinités avec le liquide, plus la goutte va s'étaler et l'angle de contact sera faible, alors la surface est hydrophile. Lorsqu'il y a moins d'affinités entre le solide et le liquide la goutte restera sphérique et l'angle de contact sera élevé, donc la surface est hydrophobe [32].

### II.3.3 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 l'appareil Drop Shape Analyzer DSA30 KRÜSS GmbH.

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 $< 2\text{cm}^2$ . Elles couvrent $< 90\%$ de la surface testée.
5	Quelques zones complètement mouillées $> 2\text{cm}^2$ , 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

La connaissance du matériau utilisé est nécessaire pour lui assurer, du mieux possible, un fonctionnement correct même dans les mauvaises conditions d'exploitation. Et dans ce chapitre, nous avons présenté différentes méthodes de diagnostic (physico-chimique) des matériaux diélectriques, qui permettent de déterminer l'état du matériau (sa jeunesse, son âge) lors de la mise en service. Ceci passe d'abord par la compréhension de son comportement physico- chimique qui est possible grâce à la mesure et la quantification de ses grandeurs caractéristiques. A chaque grandeur sa méthode de détermination qui nécessite le moyen et la technique pour une meilleure précision de la mesure.

Ces différentes techniques d'analyse seront réalisées dans le chapitre suivant pour voir si des modifications se sont produites dans la structure de notre matériau après vieillissement.

**Chapitre 3 :**  
**Protocole Expérimental**

### **III.1 Introduction**

Le but de l'étude expérimentale menée dans ce chapitre est, dans un premier temps, d'analyser la perte partielle ou totale de la superhydrophobie des isolants en verre recouverts de suie à différents états de surface de l'isolant, en fonction des paramètres d'influence suivants : taille de la gouttelettes d'eau et l'état de surface du matériau ; nous avons considéré le verre et le verre revêtu de suie pour les cas suivant : vierge, vieilli à l'état propre et vieilli à l'état pollué avec une solution conductrice de **2mS** et **5mS**, sous tension AC (50 Hz). Il s'agit, pour chaque cas considéré, de déterminer l'angle de contact  $\theta$  et l'indice d'hydrophobicité (IH) du matériau, en fonction de la déclinaison  $\alpha$  du plan de surface du verre. Ces mesures sont réalisées au laboratoire de Génie des Procédés de l'université de Bejaia.

Et dans un deuxième temps, nous passeront à la caractérisation de ces états considérés ci-dessus, par les méthodes physico-chimiques décrites au chapitre II.

Les testes de vieillissement électrique accéléré et les mesures électriques du facteur de perte  $\text{tg}\delta$ , de la capacité  $C_x$  et de la rigidité diélectrique longitudinale  $E_l$  effectués sur le verre et le verre recouvert de suie ont été réalisés au laboratoire de Haute Tension. Quant aux analyses chimiques FTIR, FRX, photoluminescence et DRX, elles ont été réalisées aux laboratoires de Génie des Procédés, du CRAPC et de physique de l'Université A. MIRA de Bejaia.

### **III.2 Matériau le verre**

Le verre est utilisé dans une large gamme d'applications industrielles. Il sert d'isolant pour les lignes hautes et moyennes tension de certains équipements électriques. Plusieurs définitions du verre ont été proposées. Il peut être considéré comme un solide non cristallin obtenu par condensation d'un liquide surfondu. Lors de ce refroidissement, il acquiert les propriétés d'un solide, mais ne présente ni ordre cristallin à longue distance, ni périodicité dans l'arrangement de ses atomes. Cette définition n'est pas générale, car il existe des solides qui ne sont pas du verre, tels que des gels, qui correspondent également à cette définition. Ceci a permis à Tammann (1939) de postuler l'existence d'un état vitreux, que l'on peut définir comme un solide amorphe présentant des phénomènes de transition vitreuse.

Dans le domaine de l'engineering, le verre est connu pour son utilisation comme matériau isolant dans les isolateurs électriques. Sa permittivité relative est de 4 à 10, ce qui en fait un matériau isolant efficace. Le verre est également résistant aux intempéries et aux températures

élevées, ce qui le rend adapté aux applications haute tension en extérieur. Cependant, le verre peut être fragile et sujet aux fissures, ce qui peut compromettre son efficacité en tant qu'isolant électrique.

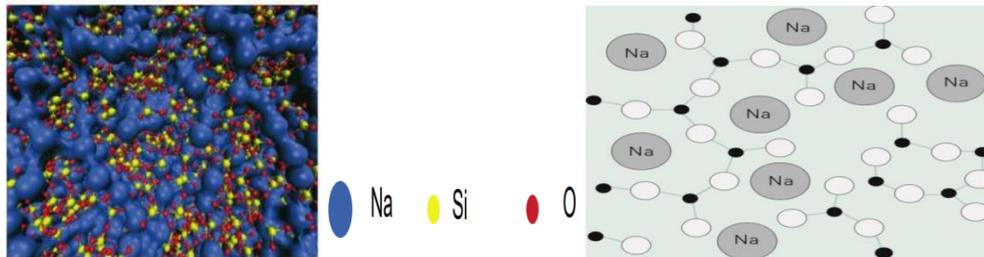


Figure III.1 : Structure physique et chimique du verre

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	Pa
Coefficient de dilatation linéaire	de 0,5 à 15×10 <sup>-6</sup>	/°C
Conductivité thermique	1	W/m/°C
permittivité relative	5 à 7	/
Rigidité diélectrique	10	kV/mm

Tableau III.1 : Propriétés physiques moyennes du verre sodique

### III.2.1 Le verre utilisé - Verre couché au chrome :

Il s'agit d'un verre qui a été traité avec une couche de chrome pour lui donner une apparence réfléchissante. Il est souvent utilisé dans les fenêtres des bâtiments pour réduire la quantité de lumière solaire et de chaleur qui pénètre à l'intérieur, ce qui peut aider à réduire les coûts de climatisation. Cependant, il ne fournit pas une isolation thermique ou acoustique significative.

Le chrome se présente sous la forme d'un métal gris acier et dur. Sa principale particularité est de résister au ternissement et à la corrosion.

L'utilisation du chrome la plus connue est sans doute en métallurgie, pour donner un rendu brillant en plus d'améliorer la résistance à la corrosion. On emploie aussi le chrome comme catalyseur dans certaines hydrogénations. Les chromates, par leurs couleurs variés (nuances de jaune pour le chromate de plomb) se retrouvent dans les peintures, mais ils sont toxiques. Dans les verres, les sels de chrome ajoutent une touche de vert.

Le chromage dur : le plus glissant, et un des plus durs des revêtements anti-usure. D'un excellent rapport qualité-prix, il permet la protection de pièces neuves et le rechargement de réparation.

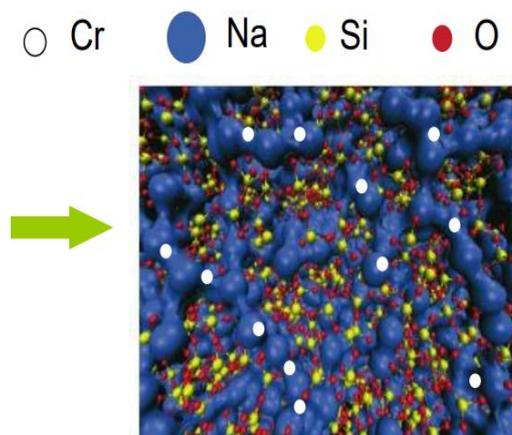
Le chrome dur est un revêtement par électrolyse qui s'applique sur tous types de supports : acier, inox fonte, alliages cuivreux, bronze, aluminium etc.

On retrouve le chrome dur dans tous les secteurs d'activités : automobile, sidérurgie, mécanique, agroalimentaire, aéronautique, hydraulique, imprimerie, verrerie, fonderie, travaux publics, métallurgie, recyclage déchets industriels, papeterie, pneumatique, textile, plasturgie, outillage, médical, etc.

Il résiste à pratiquement tous les agents chimiques (sauf acide chlorhydrique), même à haute température. Il est inoxydable jusqu'à 800 °C.



**Figure III.2 :**Le chrome se présente sous la forme d'un métal gris acier et dur (Cr).



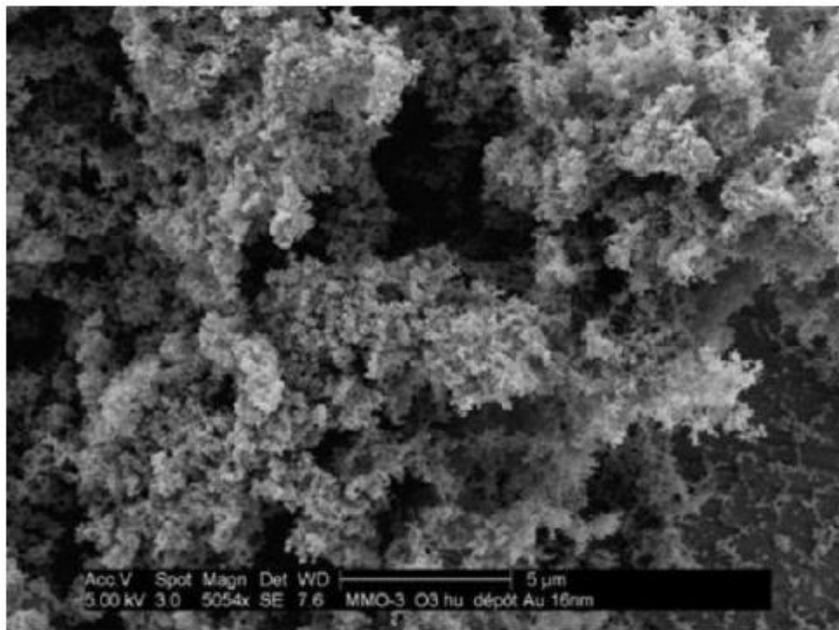
**Figure III.3 :** Structure chimique du verre chromé

### III.3 La suie

La suie est un dépôt carboné de couleur noire et d'apparence huileuse. Elle se forme lors de la combustion incomplète de la biomasse (bois) et des hydrocarbures fossiles (Charbon, pétrole).

Dans les fumées de feux de bois, d'usines, ou dans les gaz d'échappement, les suies se présentent à un état particulaire d'un diamètre inférieur à un micromètre, ce qui les classe parmi les particules PM 2,5 d'après la terminologie anglaise (particulate matter).

La formation de suie est liée au mode de combustion (en particulier le pourcentage d'air ou d'oxygène, concernant la combustion stœchiométrique) et à la nature du carburant (type d'hydrocarbure). Il est constitué de composés carbonés agglomérés formant des particules d'environ 20 nm disposées en hélice, résultant en une structure poreuse et régulière



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

### III.4 Protocole expérimentale

Nos essais sont réalisés sur du verre couché au chrome revêtu ou non d'une couche de suie.

Pour réaliser cette étude expérimentale, nous avons retenu huit (08) échantillons de verre en plaques de dimension 5x100x100 mm, chacun correspondant à un des états considérés, ci-dessus précités, soient :

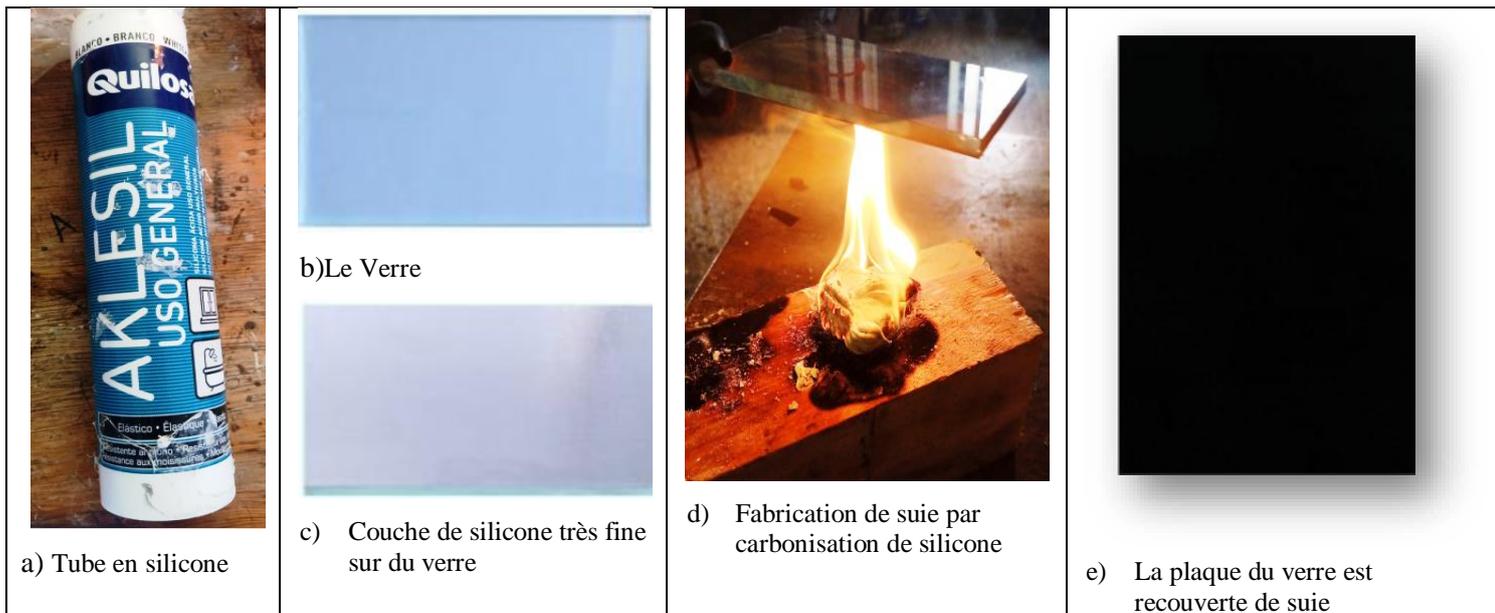
- le verre vierge, le verre vieilli à sec et le verre vieilli sous pollution humide conductrice.

- le verre recouvert de suie de combustion de silicone : vierge, vieilli à sec et vieilli sous pollution humide conductrice.
- deux conductivité de la solution polluante sont définies, soient :  $\sigma=5$  mS/cm et  $\sigma=2$  mS/cm.
- deux tailles des gouttes sont définies, soient 2  $\mu$ l et 4  $\mu$ l.
- l'angle de contact  $\theta$  est mesuré pour des angles de déclinaison de la surface du verre  $\alpha$  variable, soit :  $0^\circ \leq \alpha \leq 180^\circ$ .
- les mesures électriques réalisées sur chaque échantillon sont : le facteur de perte  $\text{tg}\delta$ , la capacité  $C_x$  et la rigidité diélectrique longitudinale  $E_1$ .
- les analyses chimiques réalisées sur chaque échantillon sont : la FTIR, la FRX, la photoluminescence et la DRX.

Les mesures électriques et 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. Les mesures de l'angle de contact  $\theta$  sont réalisées au laboratoire de Génie des Procédés et les analyses chimiques sont réalisées au laboratoire de Physique et du CRAPC de l'Université A. MIRA, Bejaia.

### III.4.1 Préparation de la surface superhydrophobe

Pour préparer la plaque superhydrophobe, nous avons d'abord étalé, manuellement et de manière uniforme, une quantité de gel en silicone fraîche en couche très fine sur la surface de la plaque en verre. Ensuite, nous avons exposé cette dernière à une fumée résultant de la combustion incomplète d'un gel de silicone. Les composés chimiques (fumée) dégagés de cette combustion 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 Mode opératoire

1. Avant d'entreprendre tout essai physique ou électrique, une série de mesures de caractérisation physico-chimique est entreprise sur la première plaque de verre (couché au chrome) à l'état vierge. Ceci consiste à mesurer sa rigidité diélectrique longitudinale, son facteur de perte  $\text{tg}\delta$ , sa capacité  $C_x$ , son angle de contact pour différentes déclinaison de la surface isolante pour les deux volumes de la goutte d'eau, et à effectuer une série d'analyses FTIR-FRX, photoluminescence et DRX. Les résultats de ces mesures et analyses feront l'objet de valeurs de référence et seront présentés ultérieurement,
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) en champ uniforme, 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/cm, en lui faisant subir une série de décharges en surface (AC 50 Hz) en champ uniforme, 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/cm, en lui faisant subir une série de décharges en surface (AC

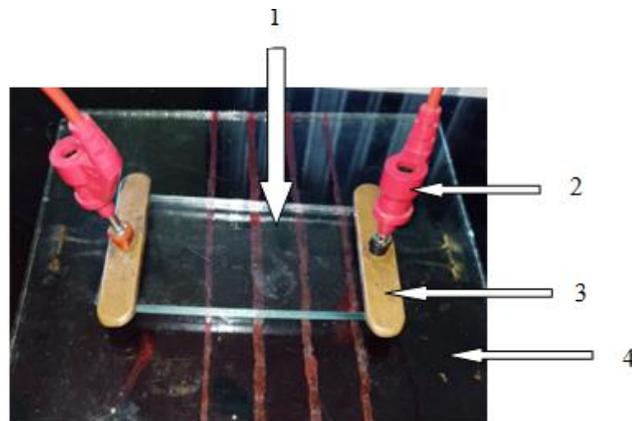
50Hz) en champ uniforme, avant d'entreprendre la même série de mesures de caractérisation physico-chimique que précédemment.

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  $\theta$  de la goutte d'eau déposée sur le matériau pour différentes déclinaisons de la plaque en verre, et par la même déterminer l'indice d'hydrophobicité pour chaque cas étudié. Cette opération est répétée pour les deux tailles de la goutte d'eau.

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

L'échantillon de verre couché au chrome (1) de dimension  $(10 \times 10 \times 0.5) \text{ cm}^3$  est posé sur une plaque en verre (4) le tout étant fixé sur une table mise à la terre. Pour réaliser les essais de vieillissement électrique, nous avons utilisés deux électrodes en cuivre (3) de forme parallélépipédique et de taille  $(2 \times 6 \times 0.5) \text{ cm}^3$ . Celles-ci sont choisies arrondies aux extrémités afin d'éviter l'effet de bords. Elles sont disposées sur l'échantillon en verre à une distance  $d$  (cm) l'une de l'autre. L'une des deux électrodes est portée à la Haute Tension et l'autre est mise à la terre. La figure (III.6) montre une photographie de l'objet d'essai.



**Figure III.6 :** Objet d'essai

1 : échantillon de verre chromé ; 2 : câble mis sous tension ; 3 : électrodes ; 4 : support en verre

#### III.5.1 Essais de vieillissement électrique

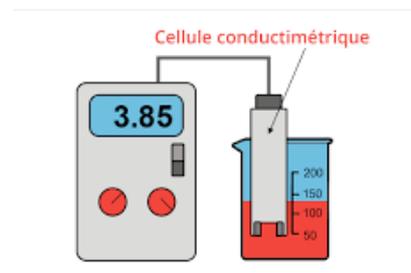
Les essais de vieillissement électriques accélérés sur des différents échantillons de verre considérés sont réalisés dans le but de simuler un cas de contournement par une décharge électrique d'un système d'isolateur en verre sous contrainte de champ électrique.

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 volumique de  $\sigma = 5\text{mS/cm}$  et pollué avec une solution de conductivité électrique volumique de  $\sigma = 2\text{mS/cm}$ .

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.7**).

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  $T = 22^\circ\text{C}$ , une pression  $P = 1011\text{hPa}$  et une humidité  $H = 82\%$ .

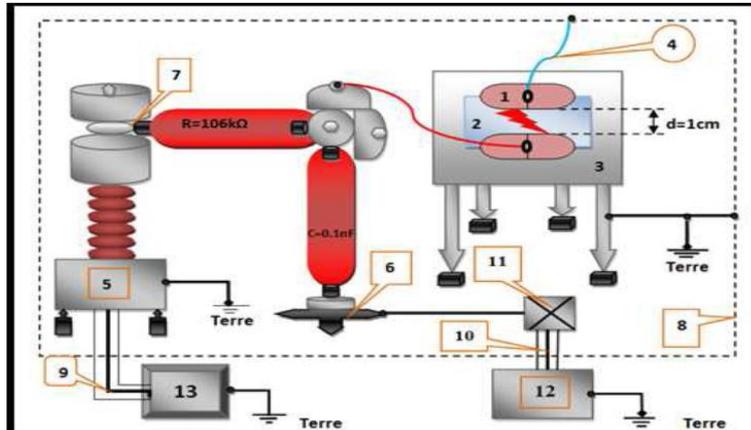


**Figure III.7 :** Schéma d'un conductimètre.

La figure suivante (**III.8**) 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 :

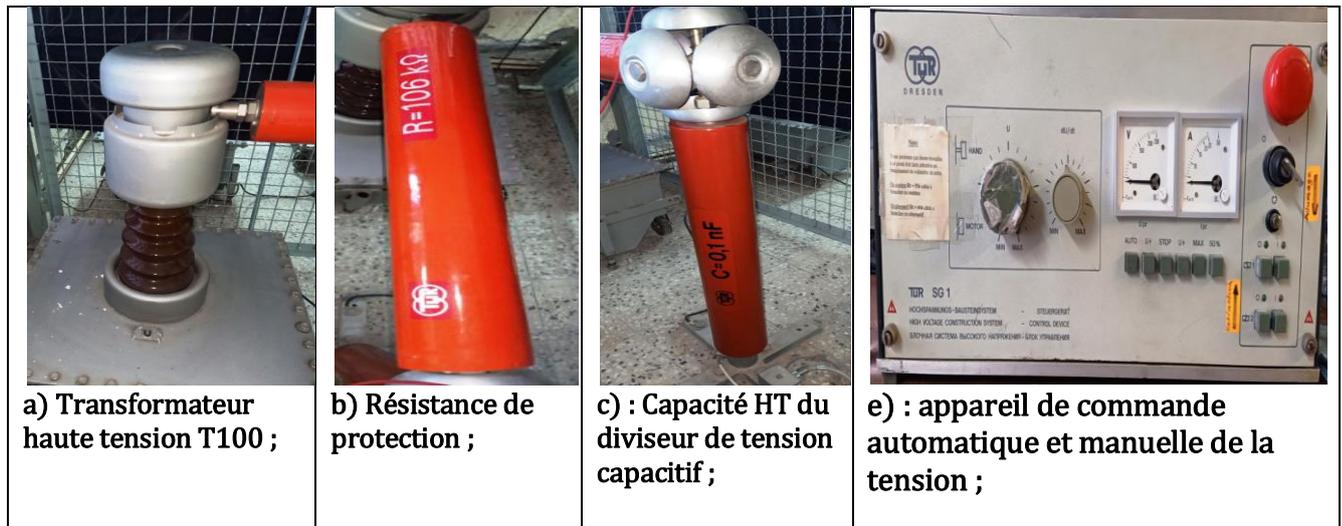
- Un transformateur HT (T100) 0.8/135 kV pouvant délivrer une tension allant de 0 à 100 kV pour des essais en alternatif et de 0 à 135 kV en tension continue.
- Un appareil de commande automatique et manuelle de tension SG, à vitesse de montée variable.
- capacité HT du diviseur de tension capacitif ( $C_0 = 0.1 \mu\text{F}$  et  $C_u = 41.4 \mu\text{F}$ ) 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.8:** le dispositif expérimental utilisé pour le vieillissement accéléré du matériau et la mesure de la tension de claquage sous tension alternative.

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 : Boîte de connexion. 12 : (MU11) Voltmètre de crête. 13 : (SG1BT) Système de commande manuel et automatique.





d) : Voltmètre de crête MU11 ;

**Figure III.9:** Photos des éléments du dispositif d’essais et de mesure de la haute tension du laboratoire HT G.E.Université de Bejaïa.

La figure (III.10) montre une photo de l’objet d’essai pour une surface non Polluée du verre avant et pendant le passage de la décharge.



Avant la propagation de l’arc

Pendant la propagation de l’arc

**Figure III.10:** Photo de la surface du verre avant et pendant le passage de la décharge.

### III.6 Les mesures électriques

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

#### III.6.1 mesure de la rigidité diélectrique longitudinale

La mesure de la rigidité diélectrique longitudinale de l’échantillon est effectuée selon le principe donné en (§II.2.2.1.b). Pour des distances inter-électrodes  $d$  égales à 1cm, 2cm et 3cm, on applique une rampe de tension alternative 50 Hz, de vitesse constante 2 kV/s jusqu’au claquage. La rigidité diélectrique longitudinale est donnée par la pente de la caractéristique : tensions de claquage  $U_d$  vs distance inter-électrode  $d$ , soit par la relation :

$$E_1 = U_d / d \quad \text{Equation (III.1)}$$

### III.6.2 Mesure de la capacité $C_x$ et du facteur de perte $\text{tg}\delta$

Le facteur de pertes  $\text{tg}\delta$  et la capacité  $C_x$  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  $\sigma=5\text{mS}$  et  $\sigma=2\text{mS}$ .  $C_x$  et  $\text{tg}\delta$  sont mesurés sous une tension électrique appliquée  $V=100\text{V}$  et une fréquence  $f=50\text{Hz}$ . La permittivité  $\epsilon_r$  et l'indice de perte  $\epsilon_r.\text{tg}\delta$  du matériau sont alors déterminés.

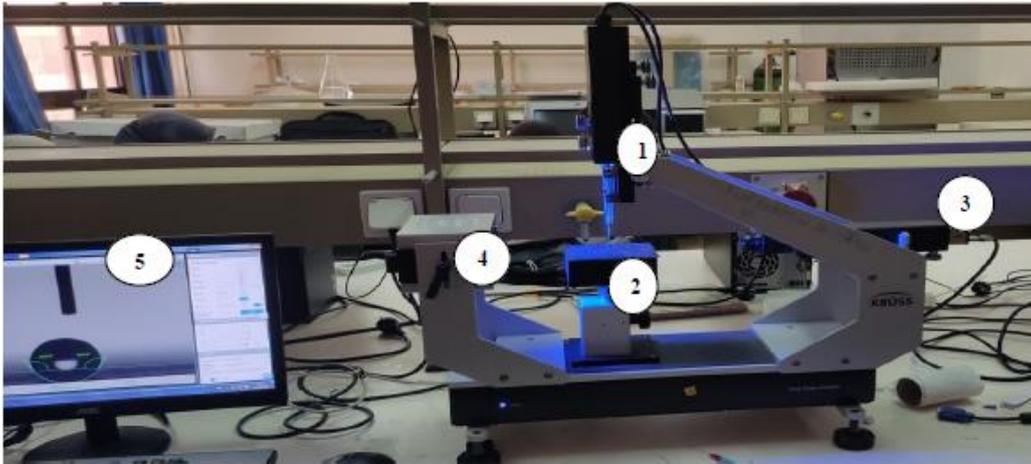


Figure III.11: Pont de Schering

### III.6.3 Les mesures physiques - angles de contact $\theta$ et de déclinaison $\alpha$

En vue de mener les testes sur l'effet de la déclinaison  $\alpha$  de la surface de verre sur son hydrophobicité, nous avons utilisé **L'appareil Drop Shape Analyzer DSA30 KRÜSS GmbH** de mesure de l'angle de contact  $\theta$  de la goutte d'eau déposée sur la plaque de verre en fonction de la déclinaison  $\alpha$  de cette dernière.

*L'appareil Drop Shape Analyzer DSA30 KRÜSS GmbH est un* analyseur de forme de goutte DSA30 qui peut mesurer l'angle de contact  $\theta$  en contrôle qualité. C'est un instrument flexible qui mesure avec précision l'angle de contact et l'énergie libre de surface (SFE) en analysant la mouillabilité et l'adhérence des surfaces solides. Il est équipé d'une unité d'éclairage LED unifiée, d'optiques de haute qualité et d'une caméra haute résolution. Il en résulte une image précise de la gouttelette distribuée, garantissant que la forme de la gouttelette peut être évaluée de manière fiable pour l'angle de contact.



**Figure (III.12) :**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 déposé l'échantillon

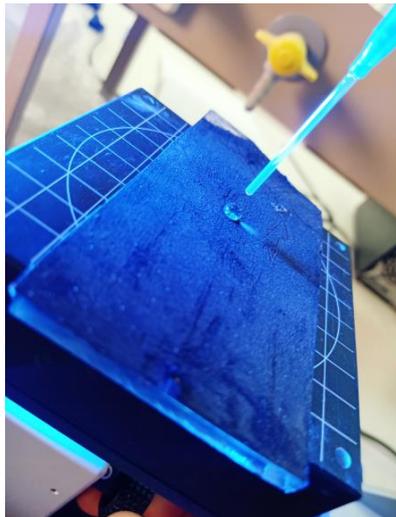
3 : caméra

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  $\theta$ .

### III.6.3.1 Technique de mesure

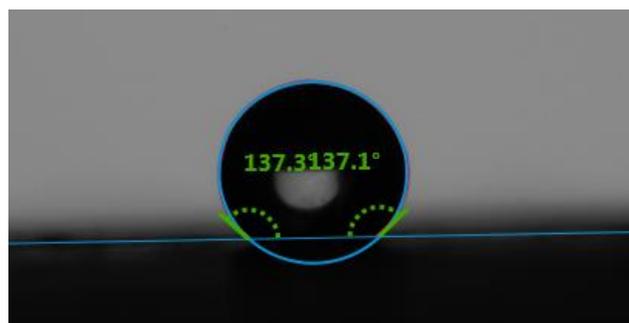
- La plaque de verre est posée sur le plateau (2) de l'appareil "Drop Shape Analyzer DSA30 KRÜSS GmbH".
- Des calles sont posées sous la plaque de verre pour fixer l'angle d'inclinaison  $\alpha$  contrôlé au moyen d'un rapporteur.
- Après paramétrage des données (volume de la goutte) sur le PC (5), à l'aide de la pipete microscopique automatique (1), on dépose sur la surface de l'échantillon de verre une gouttelette d'eau qui sera capturée par la caméra (3) et visionnée sur le PC (5). L'appareil analyse la forme de la goutte et mesure l'angle de contact  $\theta$  par le biais duquel est déterminé l'indice d'hydrophobicité / superhydrophobie du matériau analysé.
- Pour obtenir une meilleure qualité d'image, nous avons utilisé une eau distillée colorée avec un bleu de méthyle.



**Figure III.13 :** mesure de l'angle de contact  $\theta$  de l'échantillon au moyen de l'appareil Drop Shape Analyzer DSA30 KRÜSS GmbH.

Nos testes sont réalisés pour :

- ✓ les angles d'inclinaison  $\alpha$  allant de  $0^\circ$  à  $180^\circ$  ;
- ✓ Deux conductivités de la solution d'eau  $\sigma=2\text{mS/cm}$  et  $\sigma=5\text{mS/cm}$ ;
- ✓ Deux volumes des gouttes d'eau :  $2\mu\text{l}$  et  $4\mu\text{l}$  ;
- ✓ Huit états de surface du verre



**Figure III.14 :** La goutte d'eau capturée par l'appareil Drop Shape Analyzer DSA30 KRÜSS GmbH.

## III.7 Analyses chimiques

### III.7.1 L'analyse FTIR mode ATR

L'ATR est l'une des technologies d'échantillonnage les plus couramment utilisées en spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), pour but de tirer profit des

propriétés physiques de la lumière et obtenir des informations sur la composition et la structure de l'échantillon analysé. 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 six (06) échantillons de verre chromé avec et sans suie (vieilli a sec, vieilli avec pollution et vierge) de 2mm d'épaisseur sont placés sous un diamant à réflexion unique avec lentille ZnSe qui comprend une tour haute pression du spectrophotomètre (modèle Nicolet™ IS50 FTIR) afin de réaliser l'analyse FTIR mode ATR. 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  $[400\text{cm}^{-1};4000\text{cm}^{-1}]$ . Le traitement des spectres obtenus est réalisé à l'aide du logiciel panorama trial version. La figure (III.17) représente le spectrophotomètre (modèle Nicolet™ IS50 FTIR).

L'analyse ATR permet une préparation minimale de l'échantillon vu qu'il suffit de placer l'échantillon sur le cristal et collecter les données, de plus le nettoyage de la surface du cristal est rapide et facile après avoir retiré simplement l'échantillon. L'échantillon est Analysé dans son état naturel ; pas besoin de chauffer, de presser en pastilles ou de broyer pour collecter les spectres. Cette analyse est intéressante pour les échantillons épais ou fortement absorbants, elle est idéale pour les échantillons difficiles comme le caoutchouc noir.



**Figure III.15 :**L'appareil d'analyse de FTIR

**III.7.2 L'analyse par la fluorescence de rayon X :**

L'analyse par fluorescence X (FRX) est utilisée pour déterminer la composition chimique des six (06) d'échantillons de verre précités, à leur état solide.

**Principe**

L'échantillon à analyser est placé sous le faisceau de rayons X. Sous l'action de ces rayons X, les atomes qui composent l'échantillon passent d'un état fondamental à un état excité. L'état excité est instable, et l'atome tend alors à revenir à l'état fondamental en libérant de l'énergie, notamment sous forme de photons X. Chaque atome a sa propre structure électronique et émet des photons avec sa propre énergie et sa propre longueur d'onde. Le spectre de la fluorescence X qui est l'émission secondaire de rayons X caractéristique des atomes qui composent l'échantillon est alors déterminé et visionné sur l'écran de PC. L'analyse de ce rayonnement X secondaire permet d'appréhender à la fois la nature des éléments chimiques présents dans l'échantillon et leurs concentrations massiques.



**Figure III.16 :** L'appareil d'analyse de la fluorescence de rayon X

**III.7.3 L'analyse par diffracter des rayons X :**

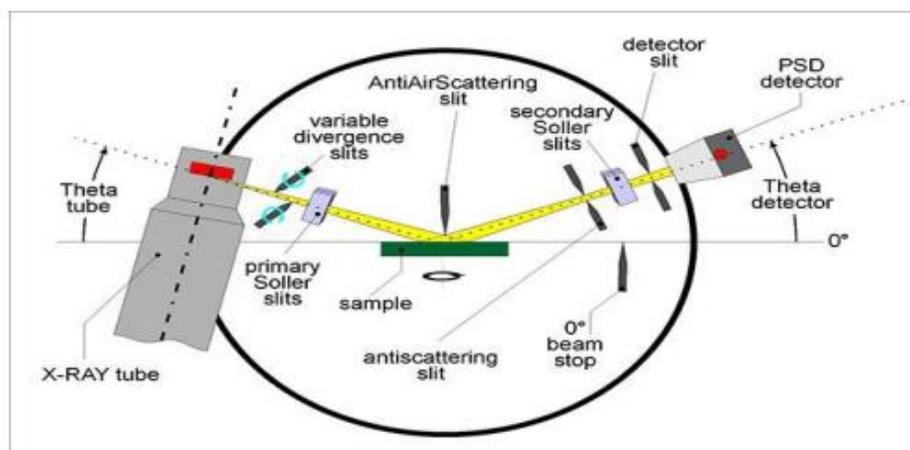
Après leur élaboration, les six (06) échantillons de verre précités, à leur état solide sont caractérisés par diffraction des rayons X. Cette technique permet d'identifier les phases cristallines en présence dans le matériau et de déterminer leurs caractéristiques cristallographiques.



**Figure III.17** : L'appareil d'analyse de diffraction des rayons X

### Principe :

L'appareil de diffraction utilisé est un diffractomètre à poudre D8 Advance-BRUKER AXS (figure II.9). Il possède une géométrie de type Bragg–Brentano et constitué d'un goniomètre horizontal en configuration d'un porte-échantillon tournant et d'un tube à rayons X de radiation  $K \alpha_1$  et  $K \alpha_2$  du cuivre de longueurs d'ondes  $\lambda_1 = 1,5406$  et  $\lambda_2 = 1,5444$  Å. Un monochromateur arrière situé entre le détecteur et l'échantillon permet de s'affranchir du bruit de fond engendré par le rayonnement de fluorescence de certains éléments, tel que le fer. Les spectres RX ont été enregistrés en  $2\theta$  entre  $5^\circ$  et  $60^\circ$ .



**Figure III.18** : Représentation schématique du principe de la spectroscopie DRX

### III.7.4 L'analyse par photoluminescence

La photoluminescence est le phénomène d'émission de lumière suite à la réaction d'un matériau photo luminescent sujet à une "excitation" par exposition à un rayonnement optique ultra violet, visible ou infra rouge.

#### Principe :

On excite les électrons des trois (03) échantillons de verre, à leur état solide à l'aide d'un rayonnement monochromatique et l'on détecte la lumière émise par cette dernière. En général, l'énergie de la lumière émise est plus faible que celle du rayonnement utilisé pour l'excitation.

Les échantillons analysés sont : le verre vierge, le verre avec suie, le verre vieilli avec suie sous pollution conductrice de  $\sigma = 2\text{mS/cm}$ .

Le spectre de la photoluminescence UV caractéristique de l'excitation des électrons des atomes qui composent l'échantillon est alors déterminé et visionné sur l'écran de PC.



Figure III.19 : appareil d'analyse par photoluminescence

### III.8 Conclusion :

Dans ce chapitre nous avons présenté les différentes techniques de mesures et d'analyses réalisées dans le but d'une caractérisation physico-chimique du matériau. La perte totale ou partielle de l'hydrophobicité du verre est étudiée sous l'effet de l'angle de déclinaison de la surface du matériau. Les variations de l'indice d'hydrophobicité du verre couché au chrome, en l'occurrence sa morphologie et ses propriétés électriques, physiques et chimiques par rapport à son état d'origine sont déterminées ; ceci sous l'influence des paramètres d'influence suivants : vieillissement, contamination, la taille des gouttelettes, et leur conductivité. Des résultats intéressants sont obtenus, et seront présentés et interprétés dans le chapitre IV suivant.

**Chapitre 4 :**  
**Interprétation des résultats**

**IV. 1 Introduction**

Ce chapitre est consacré à la présentation et l'interprétation des résultats des divers essais physiques et électriques et d'analyses chimiques entrepris au chapitre III précédent. Il s'agit des résultats obtenus des mesures des angles de contact ( $\theta$ ) des gouttes d'eau et de l'indice d'hydrophobicité (IH) ; des mesures électriques de la rigidité diélectrique  $E_1$ , des pertes diélectriques  $\text{tg}\delta$  et de la capacité  $C_x$  du matériau, ainsi que des analyses chimiques de la spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR), la fluorescence des rayons X (FRX), la diffraction des rayons X (DRX) et la photoluminescence.

Les résultats de ces essais et analyses ont constitué une base de données importante qui nous a permis d'évaluer le comportement physique du verre en termes de perte totale ou partielle de son hydrophobicité/superhydrophobicité en fonction des paramètres d'influence étudiés. De plus, nous avons caractérisé et évalué le comportement électrique et chimique du verre avant et après son exposition à des contraintes électriques et/ou à une pollution conductrice humide. Nous présenterons ci-dessous les conclusions intéressantes tirées des résultats de cette étude.

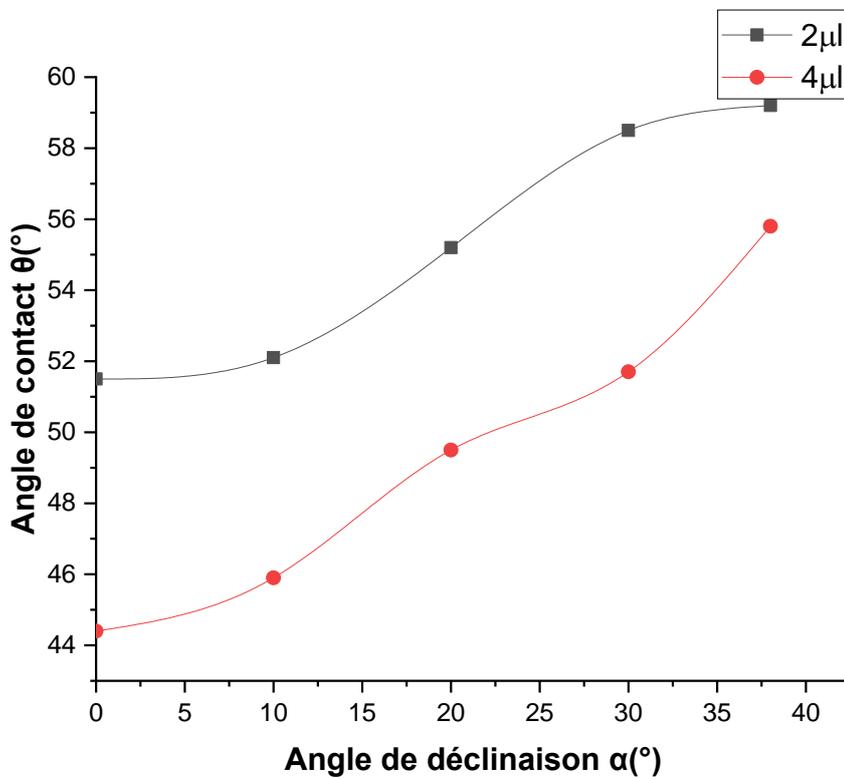
**IV.2 Mesure de l'angle de contact de la goutte d'eau et de l'indice d'hydrophobicité de la surface de la plaque de verre**

La superhydrophobicité est caractérisée 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, nous avons utilisé l'appareil "Drop Shape Analyzer DSA30 KRÜSS GmbH" 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, l'état de la surface du matériau (vierge, vieilli à sec ou sous pollution humide et la conductivité de cette dernière), ceci pour les surfaces du matériau avec et sans couche de suie.

Les résultats de nos mesures physiques sont résumés dans les tableaux (IV. 1,2,3,4,5,6,7 et 8) présenté 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 volumes de la goutte d'eau mis en jeu dans le cas de l'état **vierge de la surface propre de verre sans suie**.

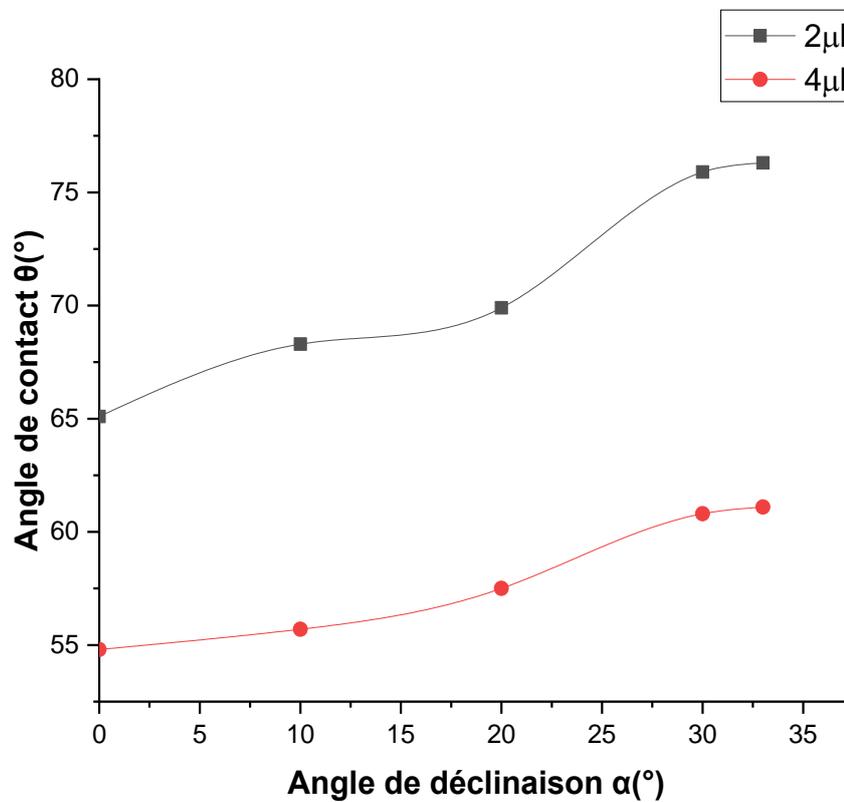
	$\alpha(^{\circ})$	$\theta(^{\circ})$	IH												
2 $\mu$ l	0	51.5	2	10	52.1	2	20	55.2	2	30	58.5	3	38	59.2	3
4 $\mu$ l	0	44.4	3	10	45.9	3	20	49.5	3	30	51.7	3	38	55.8	3



**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 volumes de la goutte d'eau mis en jeu dans le cas de l'état **vieilli de la surface propre de verre sans suie**.

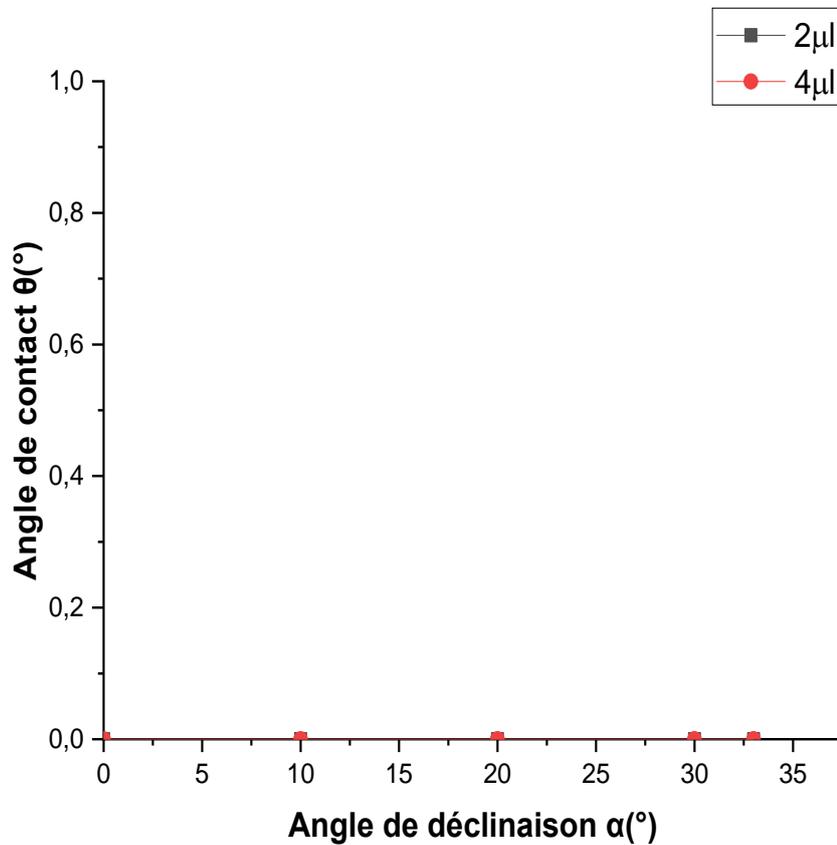
	$\alpha(^{\circ})$	$\theta(^{\circ})$	IH												
2 $\mu$ l	0	65,1	2	10	68,3	2	20	69,9	2	30	75,9	2	33	76,3	3
4 $\mu$ l	0	54,8	2	10	55,7	2	20	57,5	2	30	60,8	3	33	61,1	3



**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 volumes de la goutte d'eau mis en jeu dans le cas de l'état **vieilli de la surface polluée du verre sans suie** à  $\sigma = 2\text{mS/cm}$ .

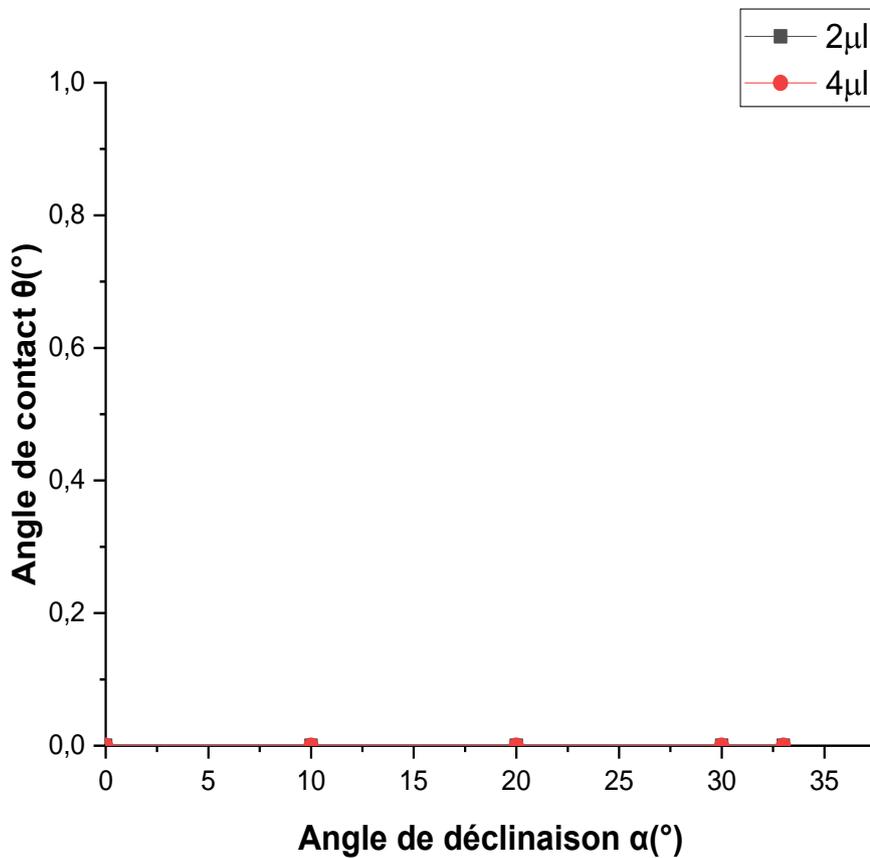
	$\alpha(^{\circ})$	$\theta(^{\circ})$	HI												
2 $\mu\text{l}$	0	0	4	10	0	4	20	0	4	30	0	4	33	0	4
4 $\mu\text{l}$	0	0	4	10	0	4	20	0	4	30	0	4	33	0	4



**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  $\sigma = 2\text{mS/cm}$ .

**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  $\sigma = 5\text{mS/cm}$** .

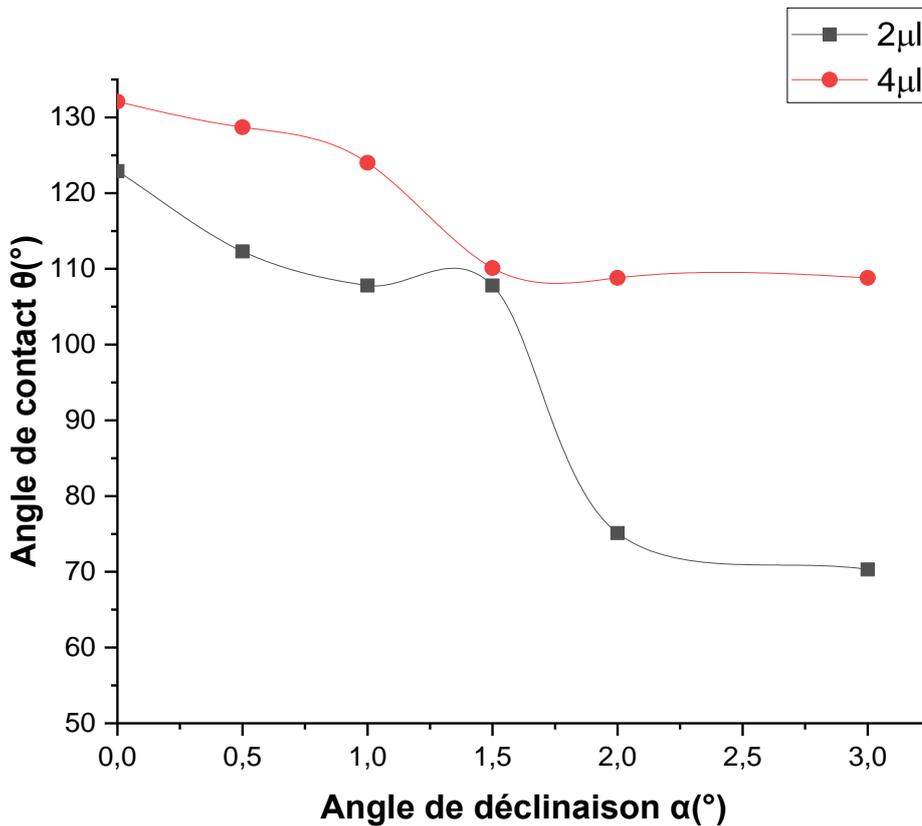
	$\alpha(^{\circ})$	$\theta(^{\circ})$	HI												
2 $\mu\text{l}$	0	0	4	10	0	4	20	0	4	30	0	4	33	0	4
4 $\mu\text{l}$	0	0	4	10	0	4	20	0	4	30	0	4	33	0	4



**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  $\sigma = 5\text{mS/cm}$** .

**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 volumes de la goutte d'eau mis en jeu dans le cas de l'état de la surface **propre (sans pollution humide) du verre vierge recouvert de suie.**

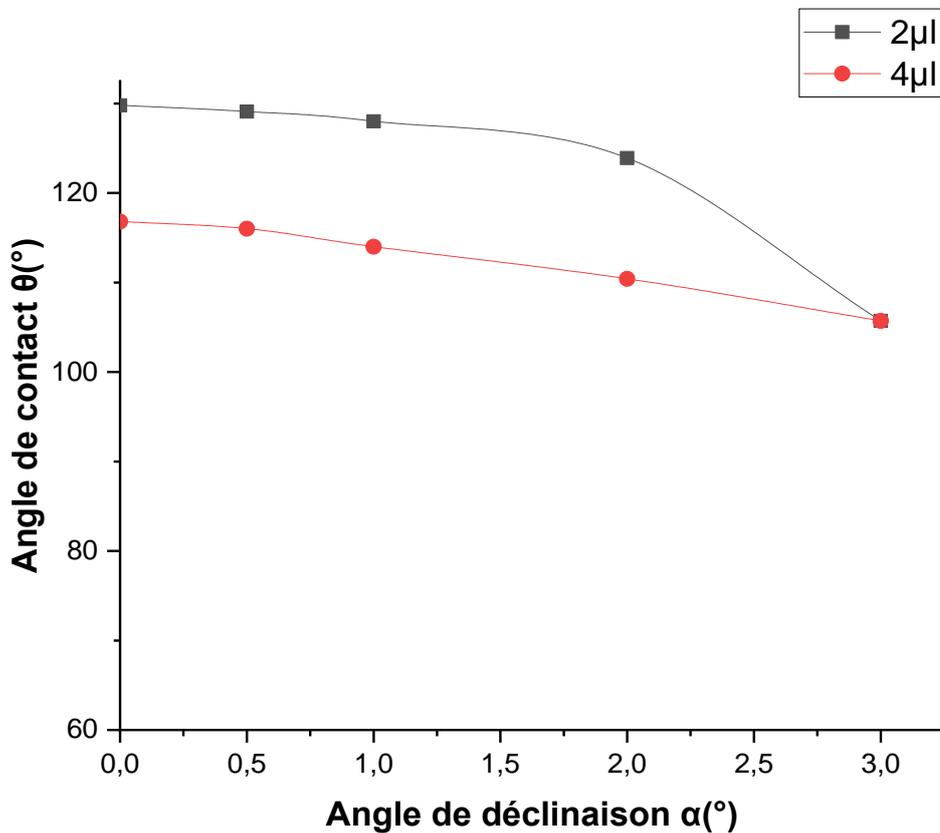
	$\alpha(^{\circ})$	$\theta(^{\circ})$	IH												
2 $\mu$ l	0	122,9	1	0.5	112,3	1	1	107,8	1	2	75,1	2	3	70,3	2
4 $\mu$ l	0	132,1	1	0.5	128,7	1	1	124	1	1,5	110,1	1	2	108,8	1



**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 volumes de la goutte d'eau mis en jeu dans le cas de l'état de **surface du verre recouvert de suie et vieilli à sec (sans pollution humide)**.

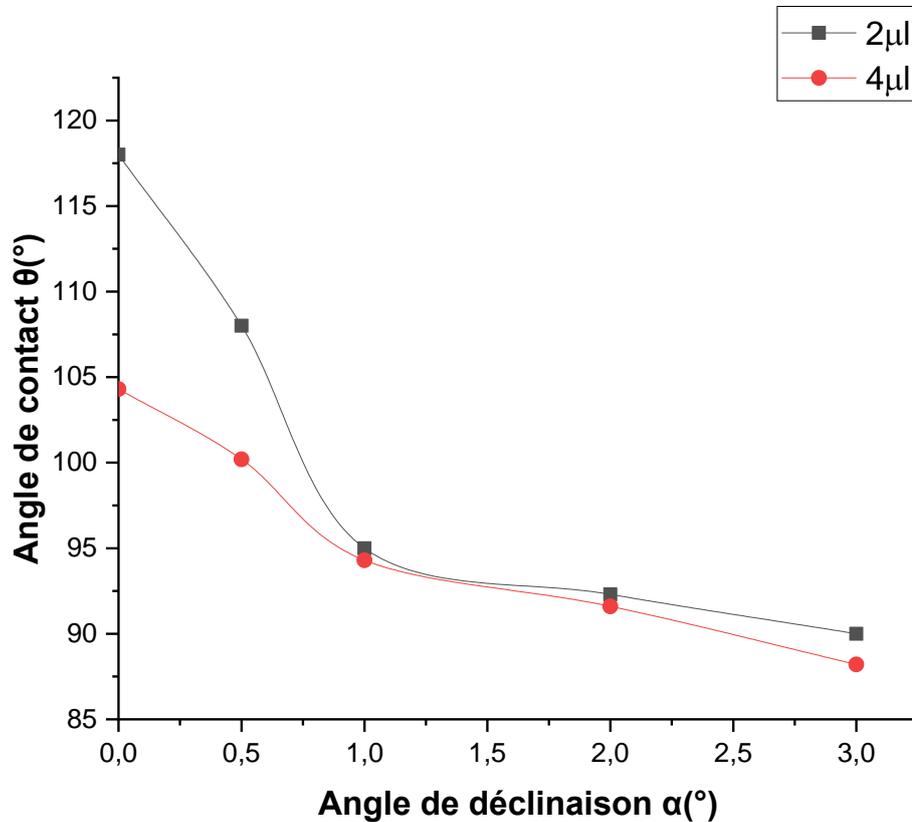
	$\alpha(^{\circ})$	$\theta(^{\circ})$	IH												
2 $\mu$ l	0	129,8	1	0.5	129,1	1	1	128	1	2	123,9	1	3	105,7	1
4 $\mu$ l	0	116,8	1	0.5	116	1	1	114	1	2	110,4	1	3	105,7	1



**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  $\sigma = 2\text{mS/cm}$ .

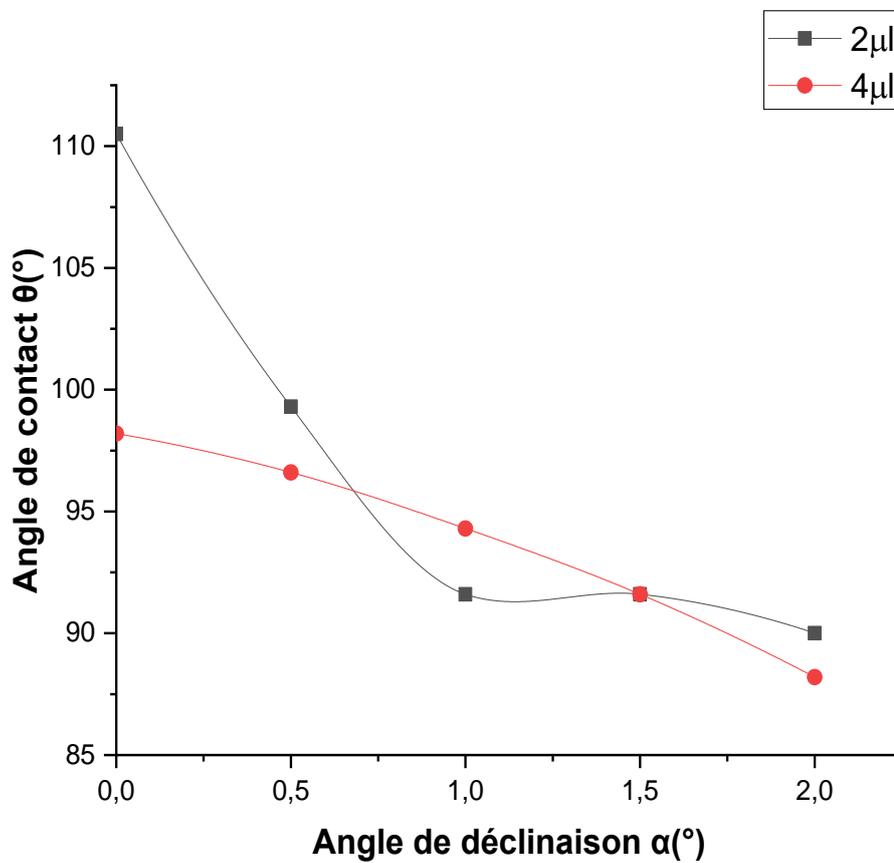
	$\alpha(^{\circ})$	$\theta(^{\circ})$	IH												
2 $\mu\text{l}$	0	118	1	0.5	108	1	1	95	1	2	92.3	1	3	90	1
4 $\mu\text{l}$	0	104.3	1	0.5	100.2	1	1	94.3	1	1,5	91.6	1	2	88.2	1



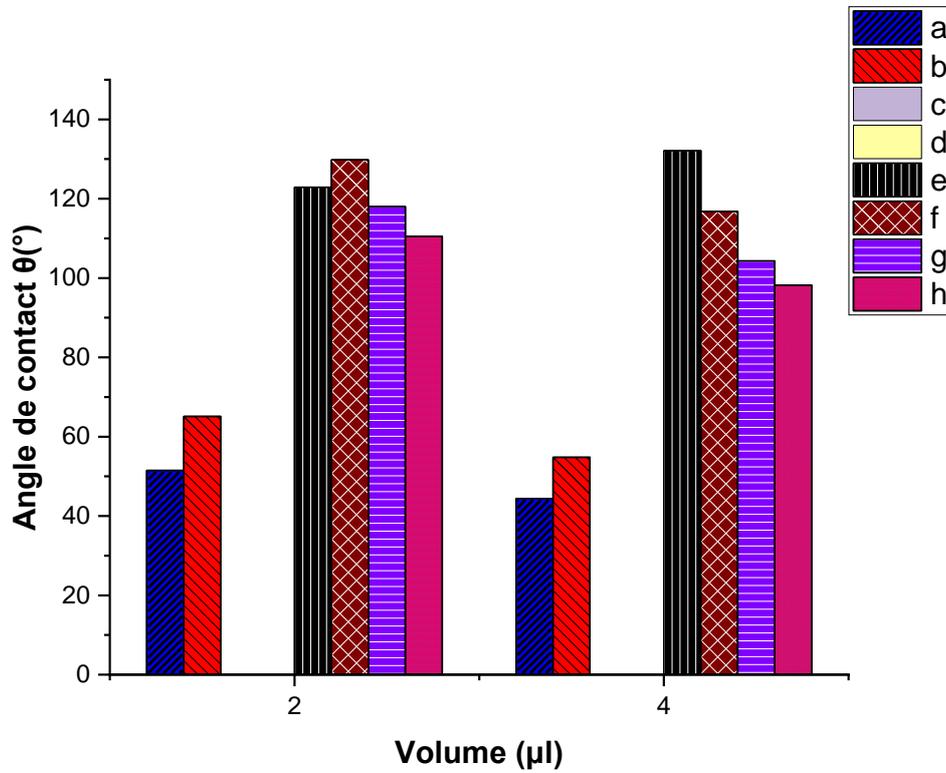
**Figure IV.7 :** Angle de contact  $\theta$  en fonction de l'angle de déclinaison  $\alpha$  pour différents volumes de la goutte, dans le cas de l'état de **surface du verre recouvert de suie et vieilli sous pollution humide** à  $\sigma = 2\text{mS/cm}$ .

**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 volumes de la goutte d'eau mis en jeu dans le cas de l'état de **surface du verre recouvert de suie et vieilli sous pollution humide à  $\sigma = 5\text{mS/cm}$** .

	$\alpha(^{\circ})$	$\theta(^{\circ})$	IH												
2 $\mu\text{l}$	0	110.5	1	0.5	99.3	1	1	91.6	1	2	92.3	2	3	90	2
4 $\mu\text{l}$	0	98.2	1	0.5	96.6	1	1	94.3	1	1,5	91.6	1	2	88.2	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  $\sigma = 5\text{mS/cm}$** .



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

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

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

c : l'état vieilli de la surface polluée du verre sans suie à  $\sigma = 2\text{mS/cm}$ .

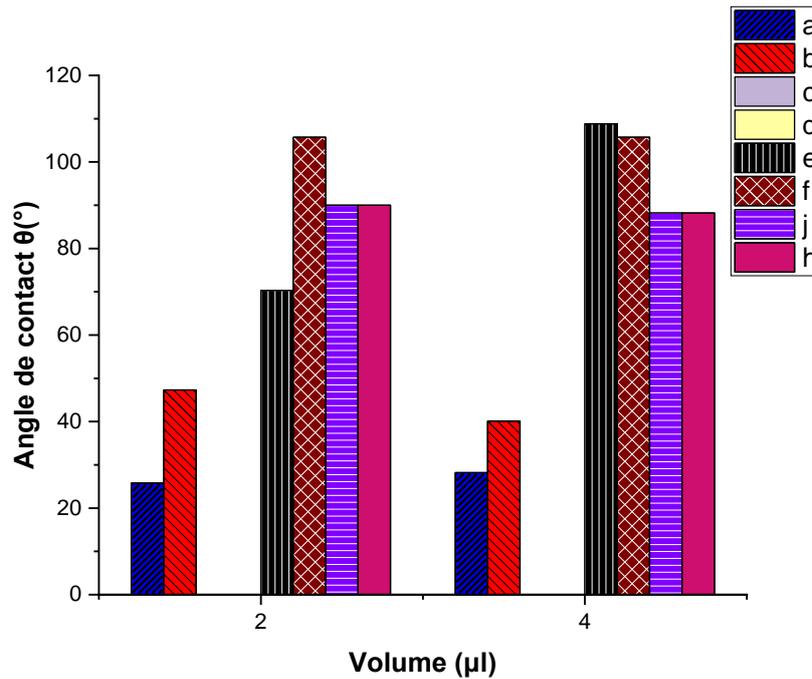
d : l'état vieilli de la surface polluée du verre sans suie à  $\sigma = 5\text{mS/cm}$ .

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

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

j : l'état de surface du verre recouvert de suie et vieilli sous pollution humide à  $\sigma = 2\text{mS/cm}$ .

h : l'état de surface du verre recouvert de suie et vieilli sous pollution humide à  $\sigma = 5\text{mS/cm}$ .



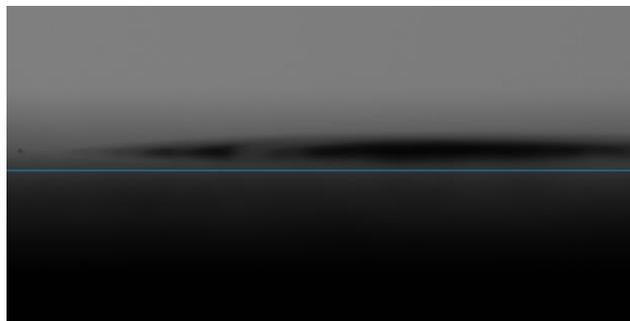
**Figure IV.10 :** Histogramme de l'angle de contact  $\theta$  en fonction du volume de la goutte à  $\alpha$  d'éjection (glissement de la goutte sur la surface du verre).

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

• **Sans suie :**

Les résultats de mesures de l'angle de contact  $\theta$  en fonction de l'angle de déclinaison  $\alpha$  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 et IV.2), et figures (IV.1 et IV.2) présente un aspect de surface hydrophile ( $\theta < 90^\circ$ ) (Voir figure IV.14 A et B) et superhydrophile pour les échantillons vieillis sous pollution (voir tableaux IV.3, VI.4 et figures IV.3, IV.4 et IV.11).



**Figure IV.11 :** Gouttes d'eau posée sur une surface superhydrophile  $\alpha=0$  capturée par l'appareil Drop Shape Analyzer DSA30 KRÜSS GmbH.

- Avec la suie

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 ( $\theta > 90^\circ$ ), voir superhydrophobe ( $\theta \approx 150^\circ$ ). (Voir figure **IV.12**)



**Figure IV.12:** Gouttes d'eau posées sur une surface superhydrophobe

➤ **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:**

- Sans suie :

Les mesures effectuées sur le verre sans suie, indépendamment de l'état de surface de l'échantillon, ont été résumées dans les tableaux suivants (**IV.1**, **IV.2**, **IV.3**, **IV.4**). Ces tableaux mettent en évidence différentes caractéristiques, qui sont illustrées par les figures correspondantes (**IV.1**, **IV.2**, **IV.3**, **IV.4**). Les résultats montrent que l'angle de contact  $\theta$  augmente à mesure que l'angle de déclinaison  $\alpha$  augmente, tout en conservant son aspect hydrophile (voir la figure **VI.13**), exception faite des cas du verre vieilli sous pollution humide conductrice qui conservent un caractère superhydrophile ( $\theta=0$ ), ceci est vérifié pour les deux conductivités  $\sigma$  choisies. Ces observations sont valables quel que soit le volume de la goutte d'eau considéré lors des mesures.

- Avec suie :

Les résultats des mesures effectuées sur le verre avec suie, indépendamment de l'état de surface de l'échantillon, ont été résumés dans les tableaux suivants (**IV.5**, **IV.6**, **IV.7**, **IV.8**). Ces tableaux mettent en évidence différentes caractéristiques, qui sont illustrées par les figures correspondantes (**IV.5**, **IV.6**, **IV.7**, **IV.8**). Les résultats montrent que l'angle de contact  $\theta$  diminue à mesure que l'angle de déclinaison  $\alpha$  augmente. A cet effet, le matériau perd son caractère superhydrophobe et présente plutôt un aspect hydrophobe jusqu'à une certaine

valeur limite de l'angle  $\alpha$  relative à chaque état de surface, au delà de laquelle la goutte est éjectée de la surface du matériau. Cette observation est valable quel que soit le volume de la goutte d'eau considéré lors des mesures.

- Le comportement de la goutte lors de l'éviction

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

Etat de surface		Verre sans suie				Verre avec suie			
		Vierge	Vieilli à sec	Vieilli avec pollution à $\sigma=2$ mS/cm	Vieilli avec pollution à $\sigma=5$ mS/cm	Vierge	Vieilli à sec	Vieilli avec pollution à $\sigma=2$ mS/cm	Vieilli avec pollution à $\sigma=5$ mS/cm
Angle limite d'éviction $\alpha_{\text{éviction}}(^{\circ})$	v=2 $\mu$ l	45	50	0	0	4	5	4.5	3
	v=4 $\mu$ l	40	46.5	0	0	2.5	4	3	2

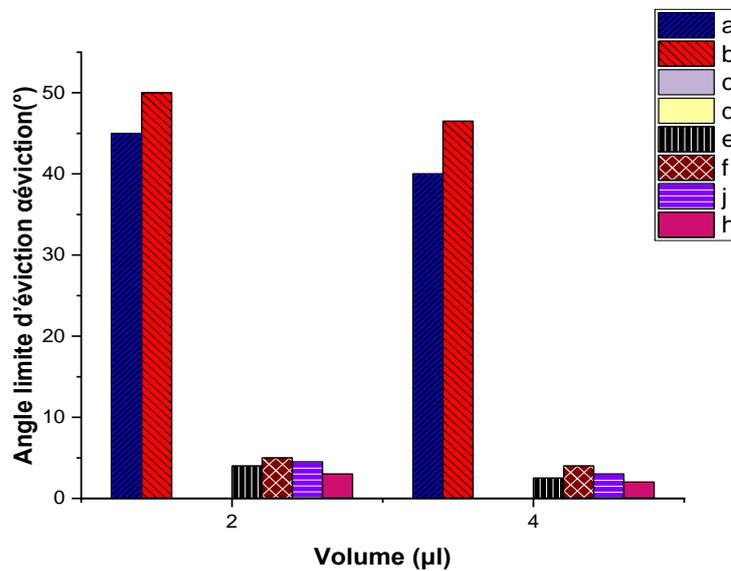


Figure IV.13 : Histogramme de l'angle limite d'éviction  $\alpha_{\text{éviction}}$  de la goutte en fonction du volume de la goutte.

Lorsque l'angle de déclinaison  $\alpha$  atteint une valeur limite relative à chaque état de surface considéré, résumé dans le tableau (IV. 9) et la figure (IV.10) au dessus, les gouttes d'eau (de 2 $\mu$ l simulant une faible rosée, comme de 4 $\mu$ l simulant une forte rosée formée par

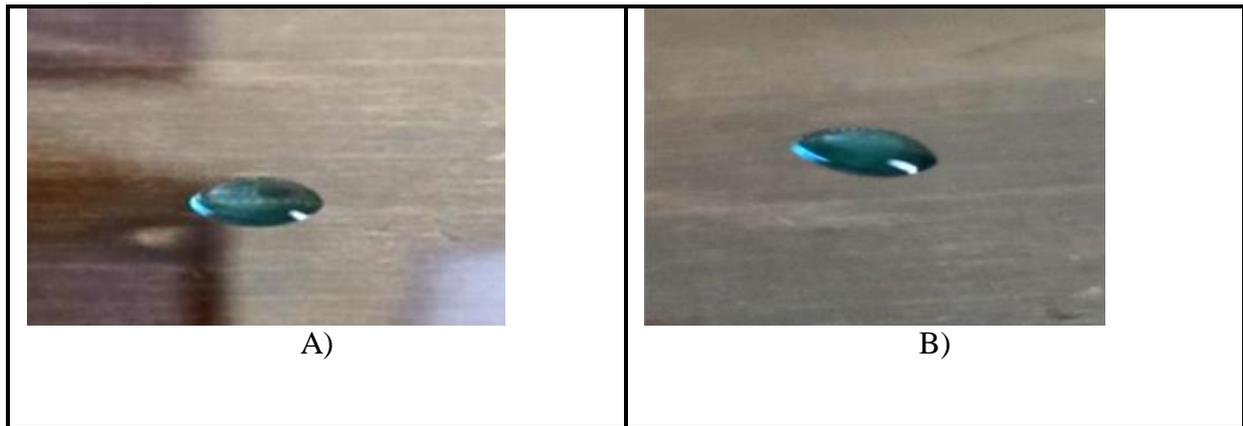
condensation), glissent à la surface de la plaque de verre sans suie, alors que ces premières roulent sur la surface de verre recouverte de suie.

Il est à remarquer que l'éviction de la goutte se produit à des plus grandes déclinaisons  $\alpha$  de la plaque de verre vieillie à sec, aussi bien avec que sans suie, relativement à l'état vierge avec et sans suie. A rappeler que le verre sans suie vieilli sous pollution à  $\sigma=2\text{mS/cm}$  et  $\sigma=5\text{mS/cm}$  présente une forte mouillabilité attestant d'un caractère superhydrophile ( $\theta=0$ ), alors que le verre avec suie vieilli sous pollution à  $\sigma=2\text{mS/cm}$  et  $\sigma=5\text{mS/cm}$ , perd partiellement son caractère superhydrophobe, et la goutte est éjectée de la surface du verre à des angles  $\alpha_{\text{éviction}}$  plus petits, relativement au verre vierge avec suie. Il est également à noter que les angles d'éviction de la goutte sur le verre avec suie sont très petits par rapport à ceux enregistrés dans le cas du verre sans suie.

➤ **Effet du volume des gouttes d'eau posées sur la surface de la plaque de verre sur l'angle de contact  $\theta$ :**

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 pour un plus grand volume de la goutte (de 2  $\mu\text{l}$  à 4  $\mu\text{l}$ ), l'angle d'éviction  $\alpha_{\text{éviction}}$  de cette dernière diminue, car celle-ci glisse plus facilement sous l'effet de son poids. (Exception faite pour le verre vieilli sous pollution sans suie qui est superhydrophile).

• **Dans les cas du verre sans suie**, Vu le caractère hydrophile du verre, à l'angle  $\alpha=0^\circ$  de déclinaison de la surface du verre, plus le volume de la goutte est grand, plus la goutte tendance à s'étaler ,alors qu'à  $\alpha >0^\circ$ , le rayon de son front augmente, d'où on observe une augmentation des angles de contact  $\theta$  et la goutte glisse en laissant derrière elle un effet de mouillage de la surface (voir figure **IV.14**).



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

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

**Figure IV.14 :** Gouttes d'eau posée sur une surface hydrophile.

- **Dans le cas du verre recouvert de suie**, la surface présente une superhydrophobie, ce qui signifie que lorsque l'angle de déclinaison  $\alpha$  de la surface du verre est de  $0^\circ$ , la goutte d'eau adopte une forme pratiquement sphérique. De plus, lorsque le volume de la goutte augmente, celle-ci devient plus grande et plus ronde, ce qui se traduit par un rayon plus grand. Cette augmentation du rayon de la goutte se manifeste par des angles de contact  $\theta$  plus élevés, comme on peut le voir dans la figure (IV.5 et IV.12).

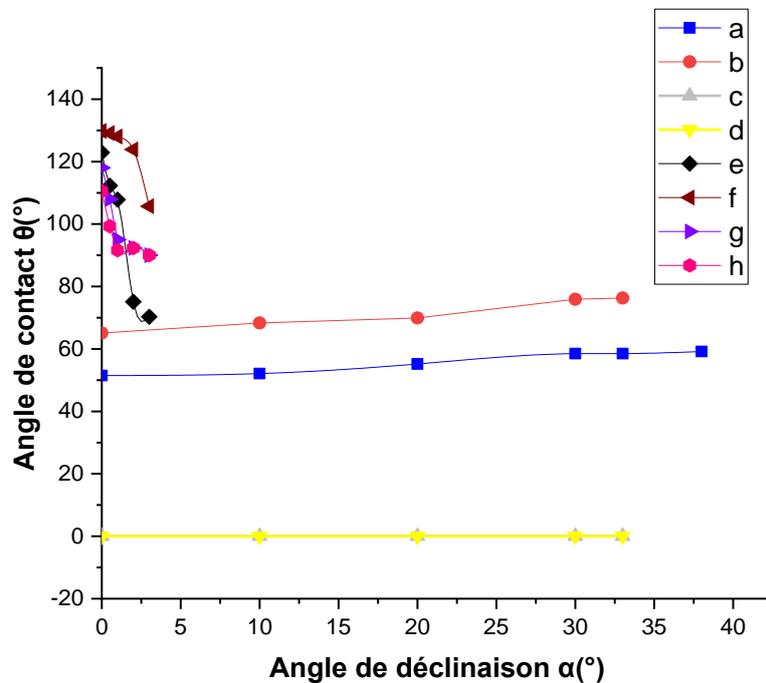
À mesure que l'angle de déclinaison  $\alpha$  augmente, la goutte a tendance à rouler sur la surface, ce qui entraîne l'accumulation de particules de suie à l'avant de la goutte. Cela déforme sa forme arrondie. Cette déformation se traduit par des angles de contact  $\theta$  moins importants. Par conséquent, lorsque le volume de la goutte augmente, la déformation de son front est plus prononcée sous l'effet du poids. Cela explique la diminution brutale observée de l'angle de contact  $\theta$  à mesure que  $\alpha$  augmente (figure IV.5, IV.7 et IV.8). Cependant, il est important de noter que la goutte roule sans laisser de mouillage sur la surface, mais des traces sur la surface du verre, dégarnies de suie, le long de sa trajectoire.

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

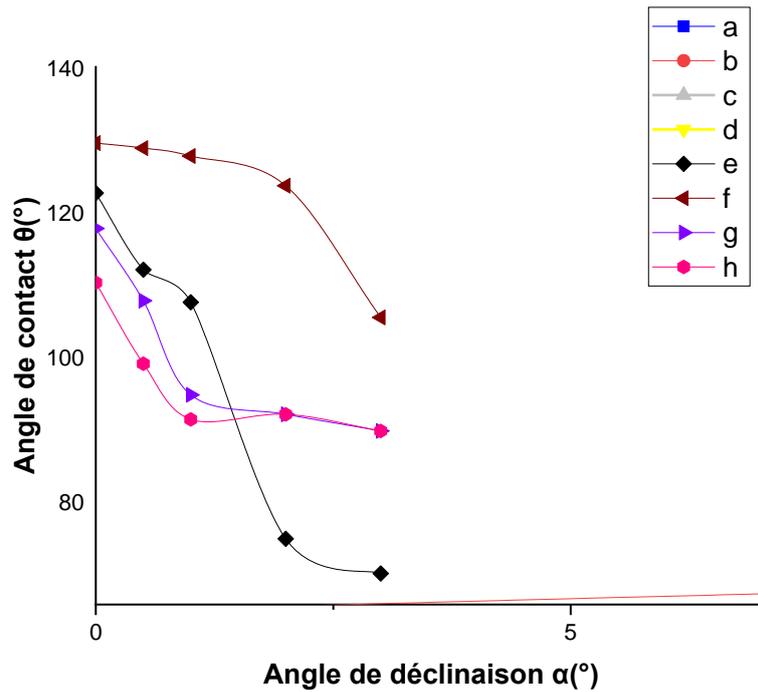
Les décharges opérées en surface du verre, sans suie, suite au vieillissement électrique à sec qu'a subi cette première, a altéré l'aspect lisse de celle-ci. Ceci a provoqué la formation de rugosités microscopiques atténuant le caractère hydrophile de la surface du verre, d'où des angles de contact  $\theta$  plus élevés obtenus dans ce cas de surface (figure IV.9 et IV.10). Cette même observation est relevée dans le cas de la surface du verre recouverte de suie.

Cependant, le vieillissement du verre sans suie, sous pollution humide conductrice, a dégradé l'état de cette surface, suite au passage de la décharge d'intensité plus forte ; le canal de décharge a laissé des traces plus grossières, décapant la surface et lui faisant regagner un aspect hydrophile, voire superhydrophile. De même la superhydrophobie du verre recouvert de suie est altérée par un vieillissement sous pollution. Il ya lieu de remarquer que plus la conductivité de la solution polluant est importante, plus l'angle de contact diminue, donc l'hydrophobie du verre tend à être perdue, ceci parce que une forte conductivité ( $\sigma=5\text{mS/cm}$ ) accentue l'effet thermique accompagnant la décharge, ce qui pourrait augmenter plus le rayon du canal de décharge, et altérer la qualité de la surface du verre et lui conférer un caractère superhydrophile.

Cela pourrait également s'explique par le fait que la décharge endommage partiellement les structures en pointe de la suie, responsables de la superhydrophobie, lors de son passage, ce qui entraîne des angles de contact  $\theta$  relativement plus faibles par rapport à la surface vierge, tout en conservant une certaine hydrophobie voire une superhydrophobie partielle, dans le cas du verre avec suie.



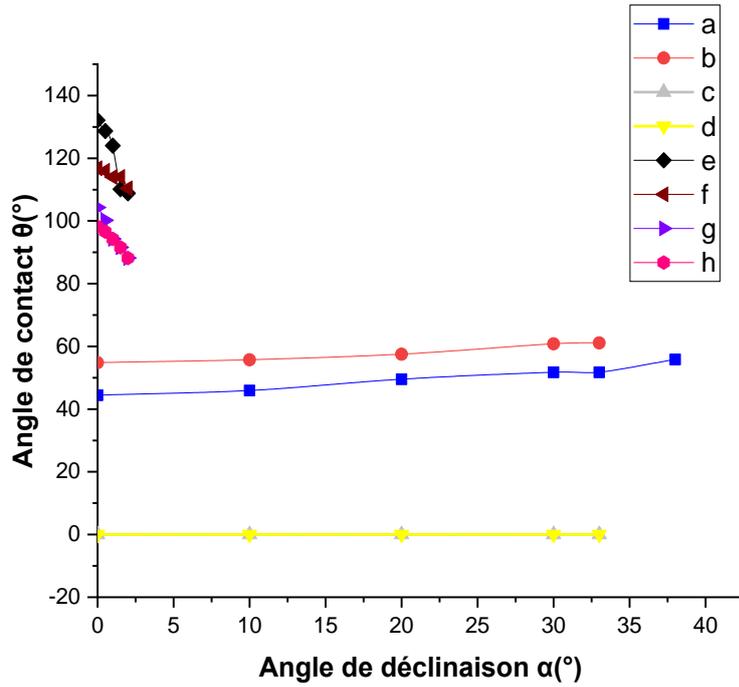
A)



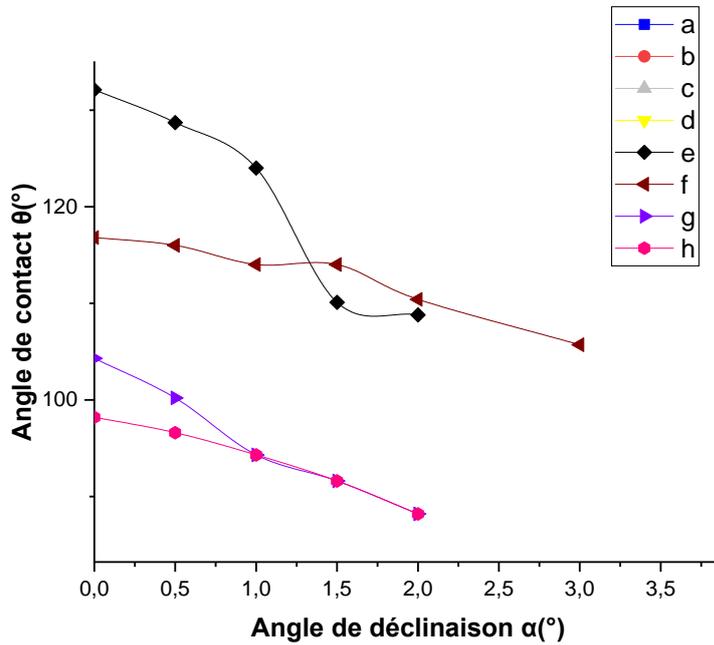
B)

- A) Angle de contact  $\theta$  en fonction de l'angle de déclinaison  $\alpha$  pour tous les états de surface de verre.
- B) Angle de contact  $\theta$  en fonction de l'angle de déclinaison  $\alpha$  pour la surface recouverte de suie

**Figure IV .15** : Angle de contact  $\theta$  en fonction de l'angle de déclinaison  $\alpha$  pour tous les états de surface de verre avec un **volume de  $2\mu\text{l}$**



A)



B)

**Figure IV.16** : Angle de contact  $\theta$  en fonction de l'angle de déclinaison  $\alpha$  pour tous les états de surface de verre avec un volume de  $4\mu\text{l}$

### IV.3 présentation, interprétation et discussion des résultats d'essais électriques

#### IV.3.1 Mesure de la rigidité diélectrique longitudinale

Le tableau IV.10 représente les résultats de mesure de la rigidité diélectrique longitudinale  $E_l$  (kV/cm) du matériau verre qui est représentée par la pente de la caractéristique  $V(d)$

**Tableau IV.10** : la rigidité diélectrique longitudinale  $E_l$  du verre

	Etat de surface de l'échantillon	$E_l$ (kV/cm)
A	Verre vierge propre	16.29
B	Verre vieilli propre.	15.42
C	Verre vieilli polluée à $\sigma = 2\text{mS/cm}$ .	13.63
D	Verre vieilli polluée à $\sigma = 5\text{mS/cm}$ .	12.69
E	Verre avec la suie vierge propre.	17.47
F	Verre avec la suie vieilli à sec.	16.73
G	Verre avec la suie vieilli sous polluée à $\sigma = 2\text{mS/cm}$ .	16.46
H	Verre avec la suie vieilli sous polluée à $\sigma = 5\text{mS/cm}$ .	15.82

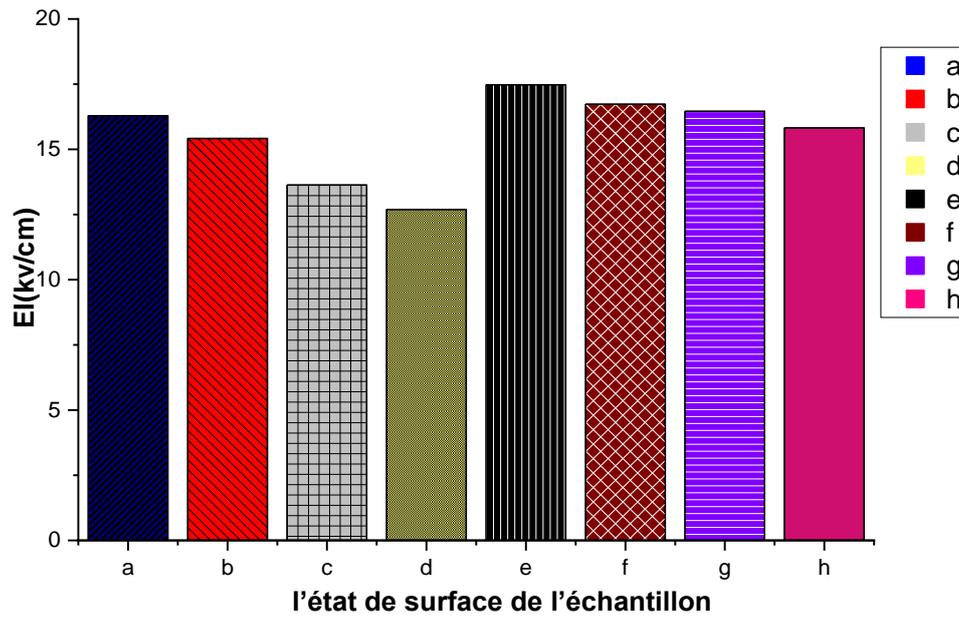


Figure IV.17 : Histogramme de la rigidité diélectrique longitudinale EI (kV/cm) du verre en fonction de l'état de surface de l'échantillon.

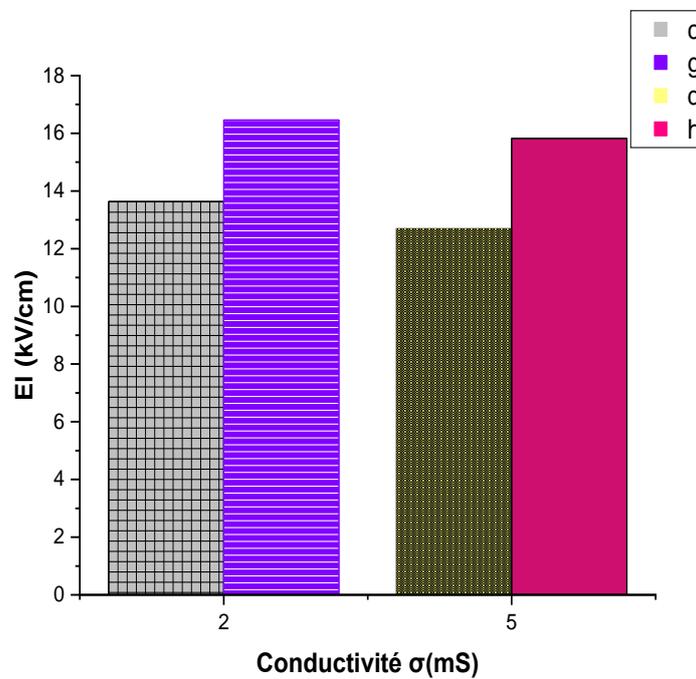


Figure IV.18: Histogramme de la rigidité diélectrique longitudinale EI (kV/cm) du verre en fonction de la conductivité de la pollution ( $\sigma = 2\text{mS/cm}$  et  $\sigma = 5\text{mS/cm}$ ).

Le verre vierge, avec et sans suie, possède une rigidité diélectrique longitudinale élevée. Cependant, la présence de la pollution, diminue les performances de ce premier à mesure que la conductivité des polluants déposés augmente.

En outre, l'ajout d'une couche de suie à la surface du verre, qui lui confère une propriété superhydrophobe, a pour effet d'améliorer la rigidité diélectrique longitudinale du matériau relativement aux différents états de surface du verre sans suie étudiés. La couche de suie déposée sur la face de verre couchée au chrome, absorbe l'énergie de la décharge, ce qui atténue de son effet, augmente la tenue au claquage, d'où une rigidité diélectrique plus élevée.

Le nombre important de décharges glissantes en surface, dû au vieillissement électrique subi au matériau, endommage la surface du verre, et laisse des traces microscopiques plus profondes à mesure que la conductivité de la couche polluante augmente.

Lorsqu'une décharge électrique intense est appliquée conjointement à la contrainte thermique qui l'accompagne, la pollution déposée ainsi que la suie ajoutée laissent des dépôts de carbone sur la surface vieillie du verre. Ces dépôts accroissent la conductivité de surface du matériau, ce qui a un impact défavorable direct sur sa rigidité diélectrique longitudinale.

**IV.3.2 Mesure du facteur de perte  $\text{tg } \delta$  et de la capacité  $C_x$**

**Tableau IV.11 : Capacité  $C_x$  et facteur de perte  $\text{tg } \delta$**

Mesure électrique échantillon	$C_x$ (pF)	$\text{Tg}\delta$
Vierge	15.094	$9 \times 10^{-4}$
Vieilli	14.394	$1.475 \times 10^{-3}$
pollué à 2mS/cm	13.794	$1.94 \times 10^{-3}$
pollué à 5mS/cm	12.634	$2.208 \times 10^{-3}$

**IV.3.3 Calcul de la permittivité électrique  $\epsilon_r$  et de l'indice de perte  $\epsilon_r''$**

Dans le tableau (IV.12) sont représentées les valeurs calculées des permittivités électriques et de l'indice de perte  $\epsilon_r.\text{tg}\delta$  à différents états de surface du verre soient : vierge, vieilli à sec, et vieilli sous pollution à 2mS/cm et 5mS/cm, pour une tension de 100 kV et une fréquence de 50 Hz.

**Tableau IV.12 :** Permittivité électrique et indice de perte

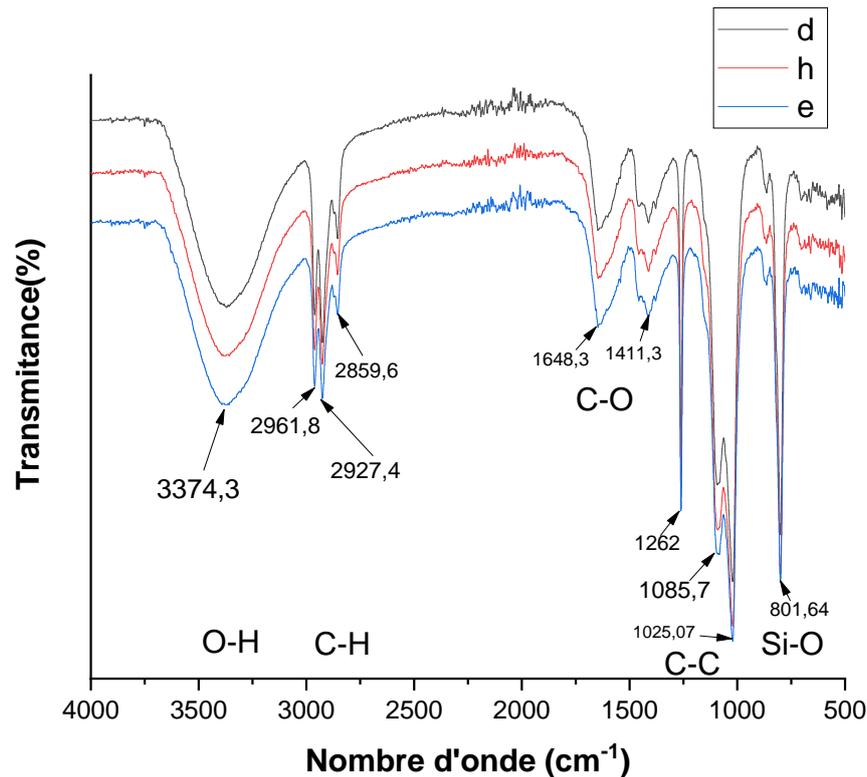
Mesure électrique Echantillon	Permittivité ( $\epsilon_r$ )	Indice de perte $\epsilon_r \cdot \text{tg}\delta$
<b>Vierge</b>	<b>4.26</b>	<b><math>3.834 \times 10^{-3}</math></b>
<b>Vieilli à sec</b>	<b>4.006</b>	<b><math>5.908 \times 10^{-3}</math></b>
<b>pollué à 2mS/cm</b>	<b>3.896</b>	<b><math>7.558 \times 10^{-3}</math></b>
<b>pollué à 5mS/cm</b>	<b>3.569</b>	<b><math>7.939 \times 10^{-3}</math></b>

On observe que l'indice de perte et le facteur de perte augmentent lorsque le matériau subit un vieillissement électrique (à sec et sous pollution conductrice). Ceci traduit une dégradation des propriétés diélectriques du matériau, visible sur la valeur de la capacité  $C_x$  qui a diminué, voir une dégradation chimique révélant des changements structuraux.

#### **IV.4 Présentation et discussion des résultats des analyses chimiques**

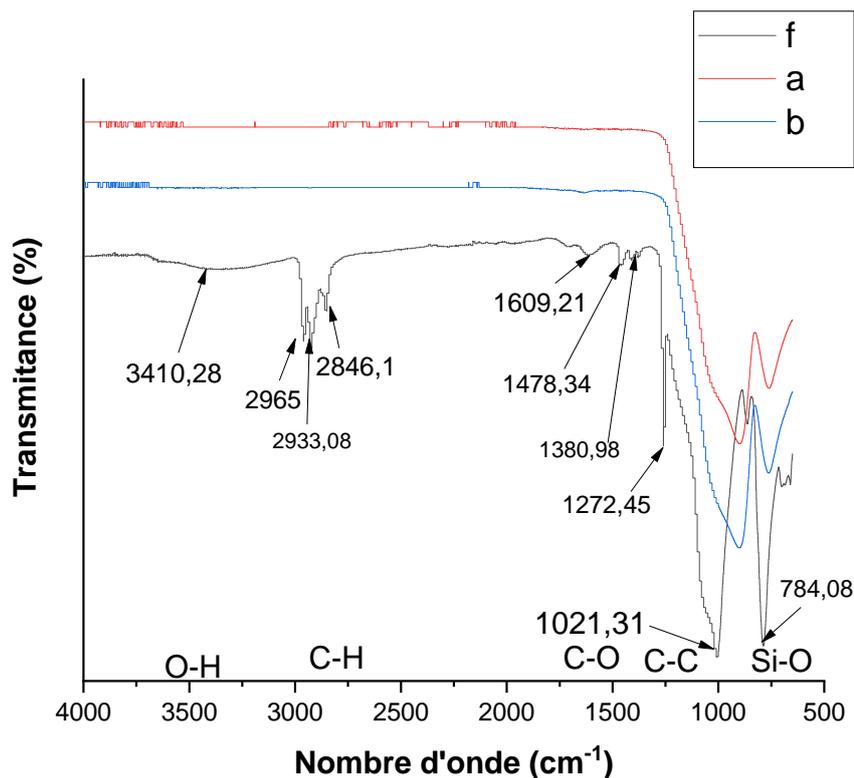
##### **IV.4.1 Analyse par spectroscopie infrarouge à transformé de Fourier (FTIR)**

Les spectres infrarouges à transformée 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 ( $4000-500 \text{ cm}^{-1}$ ) en mode ATR (réflexion totale atténuée). Les spectres obtenus sont portés sur la Figure (IV.19).



**Figure IV.19** : Spectre IFTR des échantillons (vierges avec suie) et, (polluée à  $\sigma = 5\text{mS/cm}$ ) avec et sans suie du verre.

Les spectres FTIR relatifs aux différents échantillons avec et sans suie et avec et sans pollution sont représentés sur la figure (IV.19). D'après ces spectres, nous remarquons la présence de deux domaines distincts : le premier domaine démarrant de 4000 à 1500  $\text{cm}^{-1}$  relative aux groupements hydroxyles (O-H) et les groupements liés aux liaisons (C-H et C-O, C=O, C=C) ; le second domaine, allant de 1648.3 jusqu'à 500  $\text{cm}^{-1}$  ; 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 801.64 et 1025.07  $\text{cm}^{-1}$  ; elles sont attribuées à la liaison Si-O relative au verre. Cependant, la pollution a fait apparaître deux bandes larges à 3374.3 et 2961.8  $\text{cm}^{-1}$  pour les échantillons; elles sont attribuées à la présence de groupement hydroxyles des O-H externes caractérisant les liaisons CH<sub>2</sub> et CH<sub>3</sub>.



**Figure IV.20 :** Spectre IFTR des échantillons (vierges et vieillis et vieilli avec suie du verre).

L'application de la suie sur le verre a fait apparaître plusieurs bandes caractérisant les liaisons des composés organiques composant la suie ; par ailleurs, l'influence de la suie associée au verre se laisse apparaître par la présence accentuée de nouvelles bandes de vibration. D'après les différents spectres des échantillons, nous remarquons la présence des pics caractérisant les groupements fonctionnels à 2965, 2933.8 et 2846.1  $\text{cm}^{-1}$  des liaisons CH<sub>2</sub> et CH<sub>3</sub> respectivement ; relatifs aux cycles aliphatiques de la suie. Ces pics sont inexistantes quand les échantillons ne sont pas vieillis à la suie et ils sont absents dans le verre vierge. D'autre part, au fur et à mesure que le verre est vieilli et vieilli avec suie, de larges bandes apparaissent vers 3410.28  $\text{cm}^{-1}$  qui sont attribuées à la présence des OH externes indiquant la présence d'eau (H-O-H). De l'autre côté des différents spectres (1609.21-500  $\text{cm}^{-1}$ ), plusieurs bandes intenses apparaissent, elles sont attribuées aux différents cycles aromatiques composant la suie. Les bandes remarquées à 1478.34  $\text{cm}^{-1}$  sont attribuées aux groupements fonctionnels des liaisons C-H des cycles aliphatiques CH<sub>2</sub> et CH<sub>3</sub>, 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  $\text{cm}^{-1}$ , 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,, nous le remarquons par la présence et l'élargissement des pics à  $784.08 \text{ cm}^{-1}$ , relatif à la liaison Si-O. La structure du verre est beaucoup plus influencée quand il est vieilli avec suie que quand il est vieilli seulement.

#### IV.4.2 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 (SciAps X-200) nous a permis de déterminer sa composition chimique. Les résultats obtenus sont portés dans le tableau (IV.13).

**Tableau IV.13:** Composition chimiques des échantillons du verre

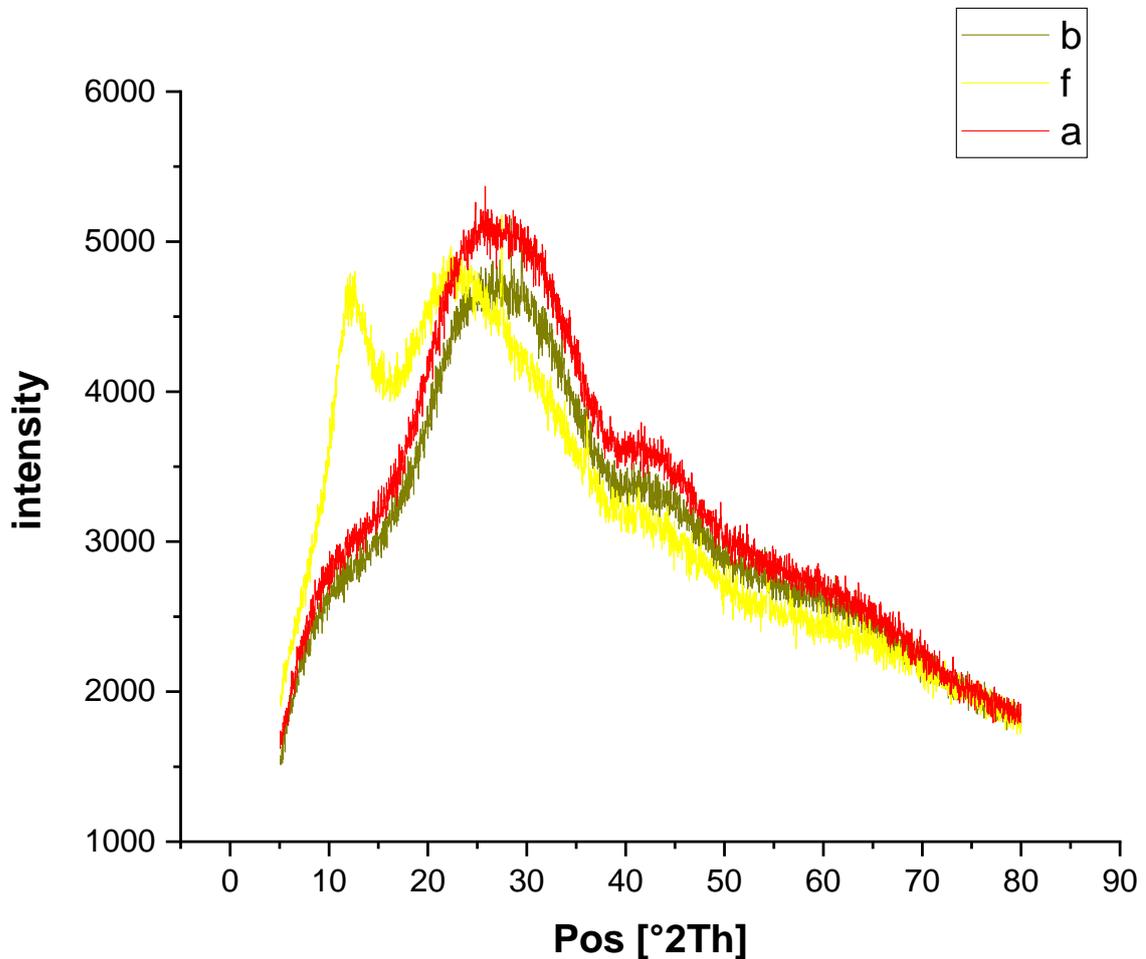
	Verre vierge	Verre vieilli	Verre vieilli avec suie
E.L(léger)%	51.77	53.06	41.09
Mg(magnésium)%	2.55	2.68	-
Al(aluminium)%	0.436	0.44	-
Si(silicon)%	38.11	36.82	55.74
S(sulfur)%	0.017	0.031	0.012
K(potassium)%	0.369	0.364	0.042
Ca(calcium)%	6.46	6.36	2.74
Ti(titanium)%	0.211	0.179	0.307
Fe(iron)%	0.063	0.058	0.058
Cu(copper)%	0.001	-	0.001
Zn(zinc)%	0.001	-	0.001
Rb(rubidium)%	0.002	0.002	0.002
Sr(strontium)%	0.003	0.003	0.003
Zr(zirconium)%	0.005	0.004	0.005
Sn(tin)%	-	-	0.005

D'après les résultats présentés dans le tableau (IV.13), nous remarquons que le réseau amorphe du verre se trouve modifié quand il est vieilli et quand il est vieilli avec la suie ; nous le remarquons par la modification du taux de silicium de 38,11 à 36,82 puis à 55,74 %.

Par ailleurs, les éléments légers (E.L) représentés par le taux des matières organiques et de carbone, augment de 51,77 à 53,06 % pour le verre vieilli puis diminue à 41,09% pour le verre vieilli avec suie. Une diminution importante du taux de potassium (K) est notée dans le verre vieilli avec suie de 0,369 à 0,042 %. Ce phénomène est remarqué aussi pour le cas du calcium (Ca) donnant une diminution de 6.46 à 2,74 % pour le verre vieilli avec suie.

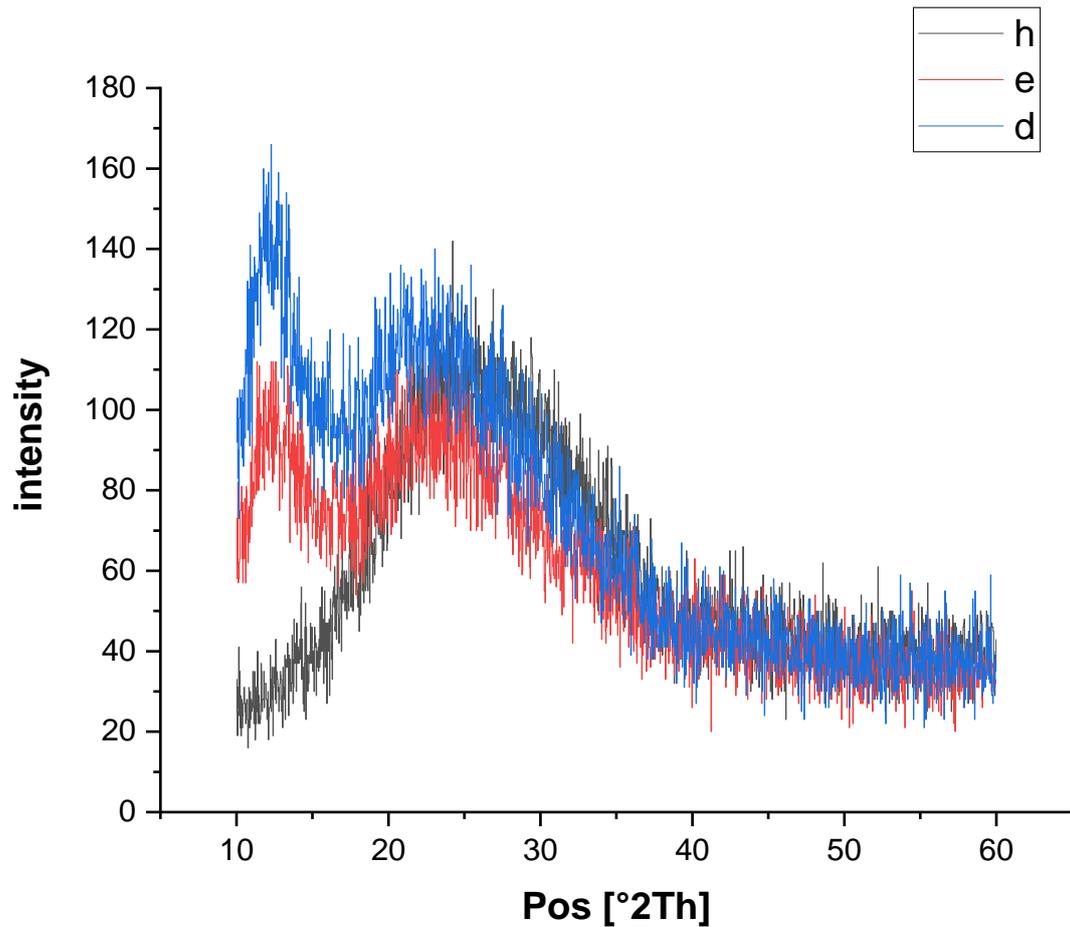
## IV.4.3 Analyse par diffraction des rayons X (DRX)

Les spectres par diffraction des rayons X des matériaux ont été enregistrés sur un spectrophotomètre, modèle (PANalytical), Les spectres RX ont été enregistrés en  $2\theta$  entre  $5^\circ$  et  $60^\circ$ . Les spectres obtenus sont portés sur la Figure (IV.21).



**Figure IV.21:** Diffractogramme des rayons X des différents verres (vieilli, vieilli avec suie et vierge sans suie).

D'après le diagramme représenté dans la figure(IV.21), les verres sont totalement amorphes ; remarqué par la bosse qui existe entre  $20 - 25$  [ $^\circ 2\theta$ ]. Cependant, certains pics apparaissent ( $27.47 - 36.13$  et  $54.38$ ) [ $^\circ 2\theta$ ] caractéristiques du rutile et une phase cristalline de Chromium Manganese Telluride qui se diffracte à ( $28.40$  et à  $29.49$ ) [ $^\circ 2\theta$ ].



**Figure IV.22 :** Diffractogramme des rayons X des différents verres (pollué à 5mS, vierge avec suie et pollué à 5mS avec suie).

D'après le diagramme représenté dans la figure (IV.22) , les verres possèdent une structure amorphes donc l'absence des phases cristallines.

IV.4.4 l'analyse photoluminescence

A l'aide d'un rayonnement monochromatique et l'on détecte la lumière émise par les échantillons du verre. Avec l'appareil (SHIMADZU RF-6000) Le spectre de la photoluminescence UV caractéristique de l'excitation des électrons des atomes qui composent l'échantillon est alors déterminé et visionné sur l'écran de PC.

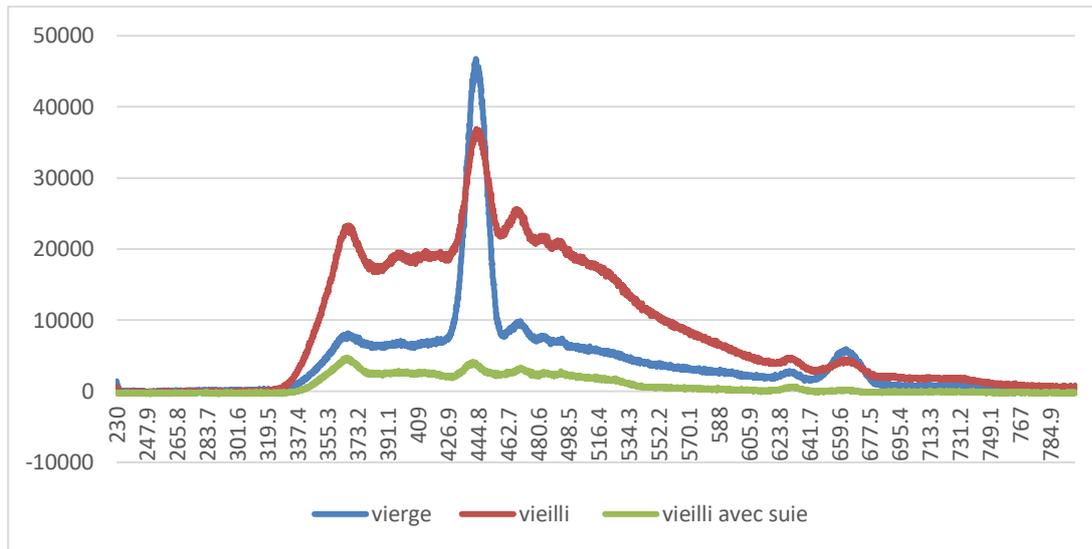


Figure VI.23 : Analyse par photoluminescence des différents verres (vierge, vieilli et vieilli avec suie).

Longueur d'onde d'excitation  $\lambda = 220$  nm

Les spectres présentent une large bande d'émission essentiellement dans la gamme visible, de 380 à 650 nm. Cette bande d'émission est caractéristique aux défauts de surface du verre, c'est à dire présence de défauts de structure en surface. L'émission observée dans l'ultraviolet, entre 325 nm et 380 nm présente une réponse Raman, au alentour de 360 nm, caractéristique au verre (SiO<sub>2</sub>). Il est aussi à noter que l'intensité émise après vieillissement est nettement marquée en raison de la détérioration de la surface provoquer en lui faisant subir une série de décharges en surface (AC 50 Hz) en champ uniforme. En ce qui concerne l'échantillon vieilli avec suie, l'intensité émise par les défauts de surface est nettement faible par rapport à l'échantillon vieilli sans présence de suie en surface. Donc l'explication qu'on peut donner c'est que la suie couvre les défauts de surface et absorbe une grande partie des photons d'excitation ce qui réduit par la suite l'émission.

Remarque :

- La réponse Raman est une vibration de la molécule  $\text{SiO}_2$  (presque comme l'infrarouge).
- Les deux pics observés à 440 nm et 660 nm sont des harmoniques de la longueur d'onde d'excitation ( $\lambda = 220$  nm).

#### IV.5 CONCLUSION :

Dans ce chapitre, nous avons exposé et interprété les résultats de notre étude qui porte sur l'effet de certains paramètres physiques et électriques sur l'hydrophile/hydrophobie de la surface des plaques de verre couché au chrome. L'angle de contact  $\theta$  est déterminé pour différentes déclinaison  $\alpha$  de la surface de la plaque de verre, ceci pour deux volumes de la goutte qui y est déposée, et huit états de surface du verre considérés, soient : vierge, vieilli à sec et vieilli sous pollution humide conductrice à  $\sigma = 2$  mS/cm et  $\sigma = 5$  mS/cm, et pour le cas de surface revêtue ou non d'une couche de suie.

Les mesures physiques et électriques et les analyses chimiques entreprises, ont donnés des résultats intéressants qui nous ont permise de faire plusieurs observations et de tirer des conclusions que nous récapitulons ci-dessous :

Les mesures électriques, physiques, ainsi que les analyses chimiques (FTIR, FRX, DRX et photoluminescence), ont montré que la présence de suie et de pollution affecte considérablement la structure du verre. Le vieillissement électrique dans des conditions de pollution sévère (conductivité  $\sigma = 5$  mS/cm) entraîne une détérioration des propriétés électriques du verre (rigidité électrique  $E_d$ , facteur de pertes électrique  $\text{tg}\delta$ , capacité  $C_x$ ). Cependant, il améliore le caractère hydrophile de la surface en la rendant rugueuse, ce qui réduit l'énergie de surface et diminue la zone de contact entre le verre et les gouttes d'eau. Ces observations peuvent s'expliquer par la formation de structures nano et microstructures lors du passage de la décharge électrique.

- **Effet de la déclinaison  $\alpha$  sur l'angle de contact  $\theta$**

Le verre sans suie présente une surface hydrophile. Dans ce cas, l'angle de contact  $\theta$  entre les gouttes d'eau et la surface augmente à mesure que l'angle de déclinaison  $\alpha$  de la plaque de verre augmente, tout en conservant son caractère hydrophile.

La couche de suie déposée sur la surface du verre confère au matériau un aspect superhydrophobe. Contrairement au cas précédent, l'angle de contact  $\theta$  diminue à mesure que

l'angle de déclinaison  $\alpha$  augmente. Le matériau perd son caractère superhydrophobe mais conserve son caractère hydrophobe.

- **Le Comportement lors de l'éviction de la goutte.**

L'éviction des gouttes d'eau se produit à des angles de déclinaison  $\alpha$  plus importants pour le verre vieilli sans suie (à l'exception du cas du verre vieilli sous pollution humide conductrice où celui-ci lui présente un caractère superhydrophile), alors que dans le cas du verre recouvert de suie, l'éviction se produit pour des angles  $\alpha_{\text{éviction}}$  plus petites.

**Conclusion général**

# Conclusion général

---

## Conclusion générale

Notre travail vise principalement à étudier le caractère hydrophile/hydrophobe des surfaces du verre couché au chrome dans le but de l'exploiter dans la fabrication des isolateurs de traversée du domaine de la haute tension. Il s'agit de suivre l'évolution de l'angle de contact  $\theta$  de la goutte d'eau déposée sur la surface de la plaque de verre couché au chrome, en fonction de l'angle de déclinaison  $\alpha$  de cette dernière et de relever l'angle d'éviction de la goutte dans le but de reconsidérer le profil de l'isolateur. Cette étude est menée sous l'effet de différents paramètres mis en jeu, à savoir : l'état de surface des plaques de verre (vierge, vieilli à sec, vieilli sous pollution conductrice à  $\sigma=2\text{mS}$  et  $\sigma=5\text{mS}$ ) revêtue ou non d'une couche de suie, le volume de la goutte d'eau qui y est déposée et la conductivité de la solution polluante.

Un nombre important de mesures électriques et physiques et d'analyses chimiques sont menées au niveau des laboratoires de Génie Electrique, Génie des procédé, de Physique et du CRAPC de l'université de Bejaia, en vu d'atteindre l'objectif fixé.

Il s'agit de mesures électriques de rigidité diélectrique longitudinale, de facteur de perte et de capacité du matériau, de mesure physique de l'angle de contact et d'analyses chimique FTIR, FRX, DRX et photoluminescence.

Des résultats intéressants sont obtenus, que nous résumons comme suit:

Le verre couché au chrome présente une surface hydrophile. Le verre couché au chrome revêtu d'une couche de suie acquiert un caractère superhydrophobe.

Ce caractère superhydrophobe du verre revêtu de suie est perdu lorsque le matériau subi un vieillissement électrique en présence d'une pollution humide conductrice déposée, mais la surface conserve toutefois un aspect hydrophobe. Ce même vieillissement altère considérablement la surface de verre sans revêtement de suie, en lui conférant un aspect superhydrophile.

La superhydrophobie du verre revêtu de suie tend à se perdue à mesure que la conductivité de la solution polluante augmente. Ceci parce que la décharge, accompagnée d'un effet thermique intense, endommage partiellement les structures en pointe de la suie, responsables de la superhydrophobie.

La pollution conductrice intensifie l'effet thermique de la décharge, qui endommage la surface du verre sans suie, la rendant superhydrophile.

Pour tous les cas de surface du verre considérés, avec et sans suie, l'augmentation du volume de la goutte induit un angle d'éviction  $\alpha_{\text{éviction}}$  plus petit de cette dernière, car celle-ci

## Conclusion général

---

glisse plus facilement sous l'effet de son poids, (Exception faite pour le verre vieilli sous pollution sans suie qui est superhydrophile).

Dans le cas du verre revêtu de suie, l'éviction de la goutte s'opère à des angles de déclinaison  $\alpha$  petits, et à des angles plus importants dans le cas du verre vieilli à sec.

La goutte glisse à la surface de la plaque de verre sans suie, et roule sur la surface de verre revêtue de suie.

Le vieillissement électrique dans des conditions de pollution sévère détériore les propriétés électriques du verre (rigidité électrique  $E_d$ , facteur de pertes électrique  $\text{tg}\delta$ , capacité  $C_x$ ).

La dégradation du verre sous l'effet de la contrainte de champ appliqué peut être attribuée à la fragilisation du matériau due aux changements de phase, au mécanisme d'oxydation et à l'altération de la surface causée par l'énergie intense de la décharge. Cela se traduit par une diminution des performances électriques et physiques du verre.

Les analyses FTIR, FRX, DRX et photoluminescence révèlent que la structure moléculaire du verre est affectée à la fois par le champ électrique appliqué, la présence de la pollution conductrice humide (NaCl) et la couche de suie. La nature polaire de la solution polluante contribue à cette dégradation.

## **Bibliographie**

# Bibliographie

---

## Bibliographie

- [1] S. Vitet, “La pollution des isolateurs”, EDF-Epure, 1990.
- [2] J. Dunlap, “Performances des isolateurs pollués pour les lignes de haut tension”,chez CIGRE, Rapport 33-05, France, 1996.
- [3] X. Ducouret, “Lignes aériennes: matériels isolateurs”. Technique de l’ingénieur,référence D 4423, Paris 2006.
- [4] A. ABIMOULOUD « Comportement d’une Surface Isolante PartiellementPolluée sous Tension Alternative 50Hz » thèse de magister en Génie Electrique,Ecole Nationale Polytechnique Alger 1999.
- [5] fiche technique/Québec, traitement thermique de verre, version 2.1.
- [6] <http://www.bluestarsilicones.com/silicones/lang/fr/bluestarsilicones/histoire>, consulter le 19/04/2023.
- [7] A. Chabloz, “Technologie des matériaux à l’usage de profession de l’électricité”,1986.
- [8]A. Anton et J. L. Steinles, “Micas et produits micacés”, Techniques de l’ingénieur,référence D2360, Toulouse, 1997.
- [9] Y. Porcheron, « Lignes aériennes : Matériels entrant dans la constitution d’uneligne aérienne », Technique de l’ingénieur D4425.
- [10] 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.
- [11] <https://tpesuperhydrophobiemgs.wordpress.com/>,consulter le 20/04/2023.
- [12] [http://www.mineralogie.fr/Structure\\_Matiere.html](http://www.mineralogie.fr/Structure_Matiere.html) , consulter le 20/04/2023.
- [13]C. Barthlott, W., Ann. Botan “Characterization and Distribution of Water-repellent, Self-cleaning PlantSurfaces”,Neinhuis,. (1997), 79, 667-677.
- [14] R. N. Wenzel, “Resistance of solid surfaces to wetting by water”, Industrial &Engineering Chemistry, vol. 28, no. 8, pp. 988-994, 1936.
- [15] A. Cassie and S. Baxter, “Wettability of porous surfaces”, Transactions of theFaraday Society, vol. 40, pp. 546-551, 1944.
- [16] K.S. Lau, J. Bico and all,“Superhydrophobic Carbon Nanotube Forests” ,ACS Puplication, Nano Letter,3,12,pp 1701-1705,2003.
- [17] Y.Huang, D.K. Sarkar; X.G. Chen, Mater. Lett, “A one-step process to engineer superhydrophobic copper surfaces” pp, 64, 2722-2724, 2010

## Bibliographie

---

- [18] L.Chen, Z. Xiao, P.C.H. Chan, Lee, Y.K.&quot;Dual-scaled stable superhydrophobic nanoflower surfaces&quot;, , TRANSDUCERS 2009 - 15th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems, 441-444, 2009
- [19]H.Lim, D.H. Jung,J.H. Noh, G.R. Choi, W.D. Kim, “Simple nanofabrication of a superhydrophobic and transparent biomimetic surface”, , Chinese Science Bulletin,54,3613-3616,2009.
- [20] <https://tpesuperhydrophobiemgs.wordpress.com/>
- [21] A. Bouleghlem, F. Taleb, &quot;Comportement de l’isolateur capot et tige 1512L artificiellement pollué sous tension alternative 50Hz&quot;, PFE, Département de Génie Electrique, ENP, Alger, Juin 2009.
- [22] 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.
- [23]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.
- [24] <http://www.surprises.ch/HT/annexes/19.pdf>.
- [25] F. Aouabed, Contribution à l’étude d’un circuit équivalent des isolateurs synthétiques sous pollution en utilisant l’EMTP, Mémoire magistère en électrotechnique, Université Ferhat Abbas Sétif.
- [26] 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, promotion 2009.
- [27] M. Ben alia, modélisation d’un isolateur naturellement pollué sous tension impulsionnelle utilisant des circuits électriques Equivalents, mémoire de magister en génie électrique, laboratoire de haute tension, école nationale polytechnique d’Alger,2008.
- [28] N. Khairoun, E.Abderrahmane, D.Zellouta&quot;Essais sur isolateurs pollués et modélisation&quot; Mémoire du projet de fin d’études laboratoire de haute tension, école nationale polytechnique d’Alger. 2007/2008,
- [29] Z. Sahli, Etude de la Non Uniformité de la Pollution sur les Caractéristiques de Contournement des isolateurs Réels sous Tension Continue, Mémoire de Magister, Département d’électrotechnique, Université Abderrahmane Mira de Béjaia.

## Bibliographie

---

[30] [<https://www.thermofisher.com/dz/en/home.html>], consulter le 15/5/2023.

[31] [<https://www.eurofins.fr/materials-and-engineering-sciences>], consulter le 17/5/2023.

[32] [<http://doc.google.com/angle.pdf.de> contact], consulter le 23/05/2023.

[33] Skoog, Holler, Nieman, Livre, "Principe d'analyse instrumentale", Edition boeck,

[34] 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

[35] kind, karner, "hethvoltage,experimental technique", VIEWEG édition, 1978