

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**  
**Ministère de L'enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**

**Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou**

**Faculté de Génie électrique et Informatique**

**Département d'Electrotechnique**



Mémoire de fin d'études en vue de l'obtention du  
Diplôme d'Ingénieur d'état en Electrotechnique  
Option : Réseau électrique

## *Thème*

**Etude de l'hydrophobicité d'un matériau  
diélectrique soumis à une décharge  
électrique**

Encadré par : Mr **M.A.HANDALA**

Réalisé par : M<sup>elle</sup> **DIRAMI LINDA**

Co-encadré par : M<sup>r</sup> **O.OUENDI**

M<sup>elle</sup> **FERHAOUI NADIA**

**Promotion: 2011/2012**

## Remerciements

Nous remercions le dieu le tout puissant d'avoir guidé nos pas vers les portes du savoir tout en illuminant notre chemin et de nous avoir donné suffisamment de courage et de persévérance pour mener notre travail à terme.

Nous exprimons notre profonde reconnaissance et nos sincères remerciements à notre promoteur, Monsieur M.A.HANDALA, pour sa disponibilité, ses encouragements et ses précieuses orientations durant notre travail.

Nos plus vifs remerciements vont à notre co-encadreur, Monsieur O.OUENDI de la STE El Harrach (GRTE), pour son accueil, sa patience, ses encouragements et ses précieux conseils au cours de notre stage.

Nous remercions très vivement Monsieur B.ATHMANE de SONELGAZ pour son aide précieuse.

Que tout le personnel de la société de gestion du réseau de transport d'électricité de la région d'Alger (GRTE), et particulièrement, ceux de la STE El Harrach trouvent ici l'expression de notre profonde reconnaissance pour leur accueil, leur aide et leurs encouragements tout au long de notre stage.

Nous tenons à exprimer nos vives gratitude à nos familles qui ont participé à la réalisation de ce projet avec leur assistance aussi bien morale que matérielle.

Nous remercions également Monsieur M.SABER, architecte, pour son aide non qualifiable.

Nos humbles remerciements vont aussi à toutes celles et ceux qui ont contribué, de près ou de loin, à la réalisation de ce modeste travail.

Que les membres du jury trouvent ici l'expression de notre gratitude et nos vifs remerciements pour avoir accepté d'évaluer ce travail.

## *Dédicaces*

**Je rends grâce à dieu de m'avoir donné le courage et la volonte ; ainsi que la conscience d'avoir terminé mes études.**

**Je dédie ce modeste travail à :**

**Mes chers parents :** pour leur soutiens, encouragements et compréhensions tous le long de mes études.

**Mes très chers frères, KAMEL et DJAMEL :** qui m'ont beaucoup aidés.

**Toute ma famille :** ma grande mère, mes tantes, mes oncles, mes cousins et cousines.

**Tous mes amis (es)** depuis mes premières années de l'école à ce jour là, surtout ceux d'électrotechnique.

**Toutes mes copines de chambre** de la cité universitaire de M'douha (M54 et C57)

**Ma binôme LINDA,** pour tous les moments difficiles et de plaisir qu'ont a partagés ensemble, et à toute sa famille.

**Tous ceux qui m'ont aidé de loin ou de près pour réaliser ce travail.**

*Nadia*

---



## *Dédicaces*

### *Je dédie ce modeste travail*

*A mes chers **parents** qui m'ont toujours aidé, soutenu et encouragé durant toutes mes études.*

*A la mémoire de mon grand père **PASCAL**.*

*A ma grande mère.*

*A mes frères : **KARIM, IDIR** et **ANIS**.*

*A ma sœur **THILELLI**.*

*A mon futur mari **S.MEROUANE** que je remercie pour son soutien, sa patience et surtout d'avoir su m'encourager.*

*A mes beaux parents, beaux frères, belles sœurs et à toute la famille.*

*A mes oncles, mes tantes et toutes leurs familles.*

*A mes cousins et cousines.*

*A mes amies.*

*A ma copine **NADIA** avec qui j'ai partagé des moments difficiles et joyeux tout au long du cursus et à toute sa famille*

*A tous les étudiants d'électrotechnique.*

*Linda*



- Introduction générale.....1
- Chapitre I:Propriétés physico chimiques des interfaces isolantes solide/gaz.
- I.1. Introduction.....3
- I.2. Définitions.....3
  - I.2.1. Isolants.....3
  - I.2.2. Diélectriques.....3
- I.3.Différents types d’isolants.....4
  - I.3.1. Isolants gazeux.....4
    - I.3.1.1. Critères de sélection des gaz.....4
      - I.3.1.1.1. Critères primaires de sélection .....4
      - I.3.1.1.2.Critères diélectriques .....5
  - I.3.2. Isolants solides.....6
    - I.3.2.1. Les polymères .....7
    - I.3.2.2. Définitions.....7
    - I.3.2.3. Synthèses des polymères (polymérisation).....7
    - I.3.2.4. Nature chimique des polymères .....8
    - I.3.2.5. Structure moléculaires des polymères.....9
    - I.3.2.6. Famille des polymères.....10
    - I.3.2.7. Propriétés diélectriques des polymères.....11
  - I.3.3. Interface isolante solide/gaz.....18
    - I.3.3.1. Propriétés physico chimiques.....18
      - I.3.3.1.1. Adsorption.....18
      - I.3.3.1.2. Mouillage.....19
        - I.3.3.1.2.1.Tension superficielle et surface minimale.....19
        - I.3.3.1.2.2. Mouillabilité.....21
          - I.3.3.1.2.3. Relation de Young- Dupré.....22
          - I.3.3.1.2.4. Angle à l’avancée, l’angle de reculée et l’hystérésis de contact.....23
      - I.3.3.1.2.2. Mouillabilité.....21
    - I.3.3.2. Dégradation superficielle des polymères isolants .....24
      - I.3.3.2.1. Les décharges surfaciques.....24
      - I.3.3.2.2. Le vieillissement .....29
        - I.3.3.2.2.1. Processus de vieillissement.....29
          - a. Vieillissement physique.....29
            - a.1.Avec transfert de masse .....30
              - a.1.1.Absorption de solvant.....30
              - a.1.2.Migration d’adjuvants.....31
            - a.2.Sans transfert de masse.....31
              - a.2.1.Modification de la morphologie (relaxation de volume).....31
              - a.2.2.fissuration sous contraintes en milieu tensioactif.....31
              - a.2.3.Les chocs thermiques.....32
          - b-Vieillissement chimique.....32
            - b.1.Oxydation.....32
            - b.2.Hydrolyse.....33

Sommaire

b.3.Réticulation.....34

b.4.Dépolymérisation.....34

b.5.Coupure de chaines statiques.....34

I.4. Conclusion.....35

Chapitre II : Techniques de caractérisation de surface

II.1. Introduction.....36

II.2. But de l’analyse de surface.....36

II.3. Choix d’une technique de caractérisation de surface .....36

II.4. Principes générale des techniques de caractérisation de surface.....37

II.5. Principales techniques de caractérisation de surface.....38

II.5.1. La microscopie à force atomique (AFM).....38

II.5.1.1. Principe de fonctionnement de l’AFM.....38

II.5.1.2. Différents modes de fonctionnement de l’AFM.....39

II.5.2. Microscopie électronique à transmission (MET).....39

II.5.2.1. Principe de fonctionnement d’un MET.....40

II.5.3. Microscopie électronique à balayage (MEB).....41

II.5.3.1. Description.....41

II.5.3.2.Principe de fonctionnement du (MEB).....42

II.5.3.3. Différents types d’imageries.....43

II.5.3.4. Spécificité du (MEB).....45

II.5.4. Spectroscopie d’électron d’Auger (AES).....45

II.5.4.1. Principe.....46

II.5.5. Spectroscopie infrarouge (IR).....46

II.5.5.1. Définition.....46

II.5.5.2. Source de rayonnement infrarouge(IR).....47

II.5.5.3. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier(IRTf).....47

II.5.5.3.1. Principe.....47

II.5.5.3.2. Application.....48

II.5.5.4.Spectroscopie infrarouge de réflexion à absorption par modulation de polarisation de modulation.....49

II.5.5.5. Application.....49

II.5.6. Spectroscopie ultra violet(UV).....50

II.5.7.Spectroscopie de photoélectrons x (XPS).....52

II.5.7.1.Principe.....52

II.5.8. Evaluation de l’hydrophobicité de la surface d’un matériau diélectrique.....55

II.5.8.1. Principe.....55

II.6. Conclusion.....56

Chapitre III : Evolution de l’hydrophobicité d’un matériau diélectrique soumis à une décharge électrique

III.1. Introduction .....57

III.2.Mesure de l’angle de contact.....57

Sommaire

III.2.1.Energie d’une surface et tension de surface.....58

    III.2.1.1.Energie de surface.....58

    III.2.1.2.Calcul de l’énergie de surface.....58

        III.2.1.2.1.Modèle de Neumann.....59

        III.2.1.2.2.Modèle d’Owens et Wendt.....59

        III.2.1.2.3.Modèle de Good et Van Oss.....60

        III.2.1.2.4.Modèle de Zisman.....61

III.3.Analyseur de l’angle de contact (goniomètre).....62

    III.3.1.Principe.....62

III.4. Angle de contact statique.....63

III.5.Angle de contact dynamique .....64

III.6.Angle à l’avancée et de retrait .....64

III.6. 1.Angle à l’avancée.....64

III.6.2.Analyse au retrait .....65

III.7.Hystérésis de contact (de mouillage).....66

III.8.Autre méthode de mesure de l’angle de contact.....66

III.9.Présentations des polymères étudiés.....67

    III.9.1.poly méthyle-méthacrylate (PMMA).....68

        III.9.1.1.Synthèse du (PMMA).....68

        III.9.1.2.Caractérisation du (PMMA).....69

III.9.2 polystyrène (PS).....70

    III.9.2.1.Synthèse du ( PS).....70

    III.9.2.2.Caractérisation du (PS).....71

III.9.3.styrène acrylonitrile (SAN).....72

    III.9.3.1.Synthèse du ( SAN).....72

    III.9.1.3.2.Caractérisation du (SAN).....73

III.10.Partie expérimentale.....74

    III.10.1.Description du dispositif expérimental.....74

    III.10.2 Préparations des échantillons.....75

    III.10.3.Procédure expérimentale.....75

        III.10.3.1.Mesure de l’angle de contact.....75

        III.10.3.2.Vieillissement.....75

    III.10.4.Résultats expérimentaux et interprétation .....77

        III.10.4.1.Echantillons à l’état vierge.....77

        III.10.4.2.PMMA soumis au vieillissement.....78

III.11.Conclusion.....82

    Conclusion générale.....84

Références bibliographiques

Annexe1

Annexe2

.

-





## Sommaire

### **Introduction générale**

Les gaz sont très utilisés comme isolants parce qu'en plus de leurs bonnes propriétés isolantes, ils sont autorégénérateurs ; ils retrouvent leurs propriétés diélectriques après avoir subi un claquage électrique. Malheureusement, ils ont l'inconvénient de ne pas pouvoir assurer la rigidité mécanique de l'isolation, raison pour laquelle ils sont toujours associés à un solide isolant servant de support aux parties conductrices sous tension [1].

Par conséquent, la structure isolante hybride solide/gaz est utilisée dans de nombreux appareillages à haute et moyenne tensions tel que les transformateurs et condensateurs de puissance, les disjoncteurs et les câbles, les réseaux de transport et de distribution d'énergie électrique (isolateurs supports et de traversée) [2] ainsi que dans de nombreuses applications industrielles. [1].

Dans certains composants électriques, comme les disjoncteurs isolés au gaz, par exemple, les isolants solides sont utilisés comme enveloppe de l'appareil et comme support (buse) pour les électrodes (contacts), et le gaz est utilisé pour ses propriétés isolantes et pour le soufflage de l'arc. Dans le cas des transformateurs de puissance, en plus de l'isolation des bobinages et des traversées, les solides servent comme panneaux (rôle mécanique) et comme barrière isolante [2].

Les caractéristiques et donc la qualité d'une structure isolante mixte dépendent des propriétés de ses constituants.

Durant leur exploitation, les équipements électriques et donc les structures isolantes sont exposés à différents types de contraintes : mécaniques, thermiques, électriques, chimiques et environnementales (humidité, pluie, vent, pollution,...etc.) qui engendrent la modification de leurs propriétés physicochimiques menant à la dégradation superficielle ou volumique de ces dernières qui se termine généralement par leur rupture prématurée.

Pour palier à ces problèmes, diverses études sont menées afin d'améliorer les performances des systèmes d'isolation et assurer le bon fonctionnement des équipements électriques.

Dans cette étude, on s'intéresse principalement aux phénomènes qui se produisent à l'interface solide/gaz qui est la partie la plus vulnérable des systèmes d'isolation. Notre travail est consacré particulièrement à l'étude de l'hydrophobicité d'un matériau diélectrique

lorsqu'il est soumis aux décharges électriques. Cette propriété est très importante dans le dimensionnement des systèmes d'isolation, en particulier ceux d'extérieur qui sont les plus exposés à l'humidité.

Le présent manuscrit comporte trois chapitres. Le premier chapitre est consacré aux propriétés des isolants gazeux, solides et leurs interfaces. Nous présentons dans un premier temps les divers critères de sélection des gaz isolants puis les propriétés physicochimiques des isolants solides et de l'interface solide/gaz.

Le deuxième chapitre traite de l'étude des diverses techniques de caractérisation de surface qui nous permettent d'avoir des informations sur l'état de surface du matériau analysé et par conséquent suivre l'évolution de ses propriétés physicochimiques.

Le troisième chapitre porte sur l'évaluation de l'hydrophobicité d'un matériau diélectrique. On commence par une étude théorique des diverses méthodes d'évaluation de cette propriété, puis on entame la partie expérimentale dans laquelle on présente le dispositif utilisé, les résultats expérimentaux ainsi que leur interprétation. Nous terminons notre travail par une conclusion générale.

Nous avons joint au présent mémoire une annexe dans laquelle nous avons rendu compte du stage que nous avons effectué auprès de la Société de Gestion du Réseau de Transport d'Electricité (GRTE) de la région d'Alger, qui est une filiale de SONELGAZ.

## **I.1. Introduction**

Notre étude est consacrée aux systèmes d'isolation hybrides, composés d'un diélectrique solide et d'un gaz, qui sont largement utilisés dans les équipements de haute et moyenne tension. La rigidité diélectrique de ces structures dépend des propriétés du solide isolant et du type de gaz ainsi que de la pression et de la température de ce dernier. Le comportement de ces structures isolantes face aux différentes contraintes auxquelles elles sont exposées (pollution, humidité,...etc.) et plus particulièrement aux décharges qui peuvent se développer dans le volume ou à l'interface des deux matériaux, constitue l'un des principaux critères de dimensionnement et de conception d'une structure isolante pour un composant ou un système haute ou moyenne tension donné [2].

Dans ce chapitre, nous abordons premièrement les critères de sélection des gaz isolants, puis les propriétés physicochimiques des isolants solides (structure moléculaire, propriétés thermomécaniques, propriétés diélectriques). Nous présentons par la suite les phénomènes d'interface solide/gaz (adsorption, mouillage, tension superficielle, décharges superficielles, divers processus de vieillissements) dont on s'intéresse principalement au mouillage et plus particulièrement à la propriété d'hydrophobicité qui caractérise les divers polymères utilisés dans l'isolation électrique.

## **I.2. Définitions**

### **I.2.1. Isolant**

Un isolant est une substance ayant une conductivité électrique suffisamment faible pour être utilisé pour séparer des pièces conductrices portées à des potentiels différents. On peut considérer comme isolant, tous les matériaux dont la résistivité est supérieure à  $10^{10} \Omega.cm$  [3].

### **I.2.2. Diélectrique**

Un diélectrique est défini comme un milieu matériel dans lequel les bandes de conduction et de valence sont séparées par une énergie supérieure à 5 eV et ayant une résistivité très élevée ( $10^8$  à  $10^{15} \Omega.m$ ). On le définit aussi comme un milieu dans lequel tout volume de la substance possède un moment dipolaire (polarisation permanente) ou susceptible d'en acquérir sous l'action d'un champ électrique (polarisation induite) [4].

### I.3. Types d'isolants

D'après leurs états, on distingue les isolants liquides, solides et gazeux et dans notre travail on s'intéresse aux isolants solides et gazeux ainsi que leur interface.

#### I.3.1. Isolants gazeux

Le gaz le plus abondant et le plus utilisé dans l'isolation électrique (postes classiques, lignes aériennes, électrostatiques,...) est l'air. Cependant, d'autres gaz tels que l'azote ( $N_2$ ), le dioxyde de carbone ( $CO_2$ ) et surtout l'hexafluorure de soufre ( $SF_6$ ) connaissent un succès grandissant dans le domaine des systèmes haute tension (postes blindés, câbles à isolation gazeuse, etc.). Leur utilisation a permis d'améliorer la fiabilité des systèmes et d'en réduire leurs poids et dimensions [2] en diminuant la distance entre les conducteurs, et par conséquent, l'espace occupé par ces systèmes. Cela est remarquable en comparant un poste classique (isolé à l'air) à un poste blindé (isolé au gaz  $SF_6$ ).

##### I.3.1.1. Critères de sélection des gaz

Compte tenu des enjeux écologiques et de certaines contraintes liées à l'utilisation des gaz isolants, on va déterminer certains critères de sélection de gaz, qui respectent l'environnement d'une part et les exigences diélectriques et sanitaires d'autre part. Ces critères peuvent être classés en deux groupes à savoir les critères primaires de sélection (indépendants des propriétés diélectriques) et les critères diélectriques (par comparaison au  $SF_6$ ) [2].

###### 1.3.1.1.1. Critères primaires de sélection

Il s'agit entre autres de :

- **Non toxicité** : les gaz doivent être non toxiques pour le personnel d'entretien et technique ainsi que pour les équipements avec lesquels ils interagissent. Il existe deux catégories de toxicité : la toxicité aigue et la toxicité à long terme [2].
- **Température de liquéfaction** : frontière entre la phase gazeuse et liquide, elle doit être inférieure à la température minimale ( $T_{min}$ ) de fonctionnement de l'équipement à la pression de fonctionnement choisie p (minimum en dessous de zéro degré Celsius à 0,1 MPa).

La température de liquéfaction ( $T_{liq}$ ) dépend de la pression du gaz utilisé ; elle peut être déduite de la température d'ébullition ( $T_{eb}$ ) à la pression atmosphérique par une expression approximative de la forme :

$$T_{liq}(p) = T_{eb} + 27 \ln(p)$$

où  $T_{liq}$  et  $T_{eb}$  sont en degré Celsius et  $p$  en bar. Cette relation peut être dérivée de l'équation de Clausius-Clapeyron pour la courbe de pression de vapeur et laisse apparaître le critère de non liquéfaction sous forme de limite supérieure au point d'ébullition ( $T_{eb}$ ) :

$$T_{eb} < T_{min} - 27 \ln(p) [\text{bar}] < -20 \text{ °C} \text{ (supposant } p > 1,2 \text{ et } T_{min} < -20 \text{ °C) [2].}$$

- **Stabilité chimique** : elle peut être exprimée sous forme de deux critères. Le premier critère concerne la température de décomposition  $T_{dec}$  du gaz qui doit être supérieure à la température maximale qui pourrait se produire dans l'équipement sous test (en général autour de 200 °C aux points chauds,  $T_{dec} > 200^\circ\text{C}$ ). Pour le second critère, le gaz ne doit pas prendre feu (non inflammabilité) dans une réaction de décomposition provoquée par une décharge partielle produisant des étincelles qui peuvent avoir des températures supérieures à 10000 °K.

Un moyen sûr est de faire en sorte que le gaz choisi soit un composé exothermique (c'est à dire qui a son enthalpie inférieure à zéro) [2].

- **Inerte** : le gaz ne doit pas oxyder ou réagir avec les pièces de l'équipement pour éviter leur dégradation [2].
- **Critères environnementaux** : Les paramètres critiques qui ont le plus d'impact sur l'environnement sont le potentiel de dégradation de l'ozone (PDO) et le potentiel d'échauffement global (PEG). Ce dernier caractérise l'accumulation à long terme d'un gaz dans l'atmosphère. Le PEG du gaz doit, de préférence, être inférieur de 100 fois à celui du SF6. Tous les gaz contenant du chlore ou du brome sont à proscrire car susceptibles de détériorer la couche d'ozone [2].

#### **I.3.1.1.2. Critères diélectriques**

- Le champ critique  $E_{cr}$  (rigidité diélectrique intrinsèque) qui mesure la capacité d'isolation d'un diélectrique. Il sera exprimé par rapport à la valeur du SF6 (référence).

- Non formation de produits de décomposition, au cours de la décharge, dont le dépôt sur les isolants solides de la structure (par exemple : buse dans un disjoncteur HT) pourrait créer des surfaces conductrices et favoriser l'amorçage d'étincelles.
- Critères de commutation : Ces critères englobent entre autres les propriétés suivantes :
  - Bonnes propriétés de coupure d'arc et d'isolation (stabilité à la formation d'arc, faible constante de temps d'arc..).
  - Electronégativité pour permettre la capture d'électrons libres et prévenir le phénomène d'avalanche à l'origine de l'amorçage de la décharge.
  - Grosse section efficace, stabilité chimique et thermique avec dissociation des molécules réversible (recombinaison) si possible pour une grande efficacité de coupure.
  - Grande énergie de dissociation pour un refroidissement optimal de l'arc.
  - La réaction des produits d'érosion d'arc (souvent inévitable) dus aux matériaux proches de l'arc ne doit pas former de dépôts conducteurs tels que les couches de carbone, de métal ou de semi-conducteur qui induiraient des conductivités parasites pouvant mener à la formation d'étincelles. [2]

### **I.3.2. Isolants solides**

Le rôle principal des isolants solides est de s'opposer au passage du courant électrique, mais ils servent aussi à maintenir mécaniquement les conducteurs dans des conditions bien déterminées (par exemple : isolateurs de tête de ligne).

Le taux d'utilisation de ces isolants varie selon le besoin. Dans certains cas la quantité d'isolants solides utilisée est très réduite (lignes aériennes en conducteurs nus). Mais la préoccupation de réduire l'encombrement des systèmes électriques, emmène à rapprocher les conducteurs, et par conséquent à augmenter leurs isolations et les maintenir rigidement en place pour éviter qu'ils se mettent en contact sous l'effet de leurs propres poids, des déformations, ou des forces extérieures. Les isolants solides peuvent être employés seuls (câble à isolation synthétique extrudée), en association de plusieurs solides (bobinage réalisé en fil émaillé imprégné de résine thermodurcissable) ou en association d'un solide et d'un liquide (isolation en papier imprégné d'huile minérale pour les transformateurs à haute tension) [5].

Afin d'assurer l'isolation des différents systèmes électriques, divers isolants solides sont utilisés (verre, porcelaine, matériaux composites,..., etc.), dont on s'intéresse aux polymères



qui possèdent des propriétés physicochimiques (comme l'hydrophobicité) meilleures que celles du verre ou la porcelaine.

### **I.3.2.1. Les polymères**

Dans le présent travail on s'intéresse aux interfaces air/polymère. Les polymères isolants appelés communément « matières plastiques » sont des substances organiques ou inorganiques, liquides ou solides, à température ambiante. Ils se sont imposés dans tous les domaines d'activités, des objets les plus banals jusqu'aux applications techniques sophistiquées, en passant par leur utilisation dans les produits d'hygiène ou alimentaires le plus souvent synthétiques, quelques fois naturels. Ils sont très utilisés dans les équipements électriques. Ils doivent cet essor à leur large gamme de caractéristiques : durs, mous ou élastiques, transparents ou opaques, rigidité diélectrique élevée, faibles pertes diélectriques, esthétique, hydrophobicité élevée, plus ou moins résistants aux conditions agressives de leur usage et toujours légers. C'est la nature particulière de leurs molécules en forme de chaînes, ainsi que la variété des modes d'assemblage qu'elles adoptent, qui est à l'origine de cette diversité. Les contraintes électriques auxquelles les polymères sont soumis en service peuvent engendrer la perte de leurs propriétés physico-chimiques superficielles [5].

### **I.3.2.2. Définition**

Un polymère est un matériau composé de longues chaînes macromoléculaires issues de l'assemblage de  $n$  molécules simples répétitives appelées « monomères », lors d'une réaction chimique dite de polymérisation. Les atomes sont liés par des liaisons fortes covalentes ou ioniques. Tandis que les chaînes sont faiblement liées entre elles par des liaisons de Van der Waals. Le degré de polymérisation est défini par le nombre moyen de monomères constituant la macromolécule. Ces matériaux possèdent de très bonnes propriétés diélectriques ainsi qu'une résistance améliorée à la température et à l'humidité [1].

Le caoutchouc naturel, les résines, les vernis, la bakélite ainsi que tous les isolants synthétiques sont des polymères.

### **I.3.2.3. Synthèse des polymères (polymérisation)**

La synthèse d'un polymère peut se faire de différentes manières dont on distingue la polyaddition et la polycondensation qui se font selon quatre méthodes principales : en masse, en solution, en émulsion et en suspension. Le point commun de ses synthèses est la présence

d'agents amorceurs ou catalyseurs, qui sont ajoutés pour augmenter la vitesse de polymérisation. Les polymères purs ne sont pas utilisés directement dans l'industrie, car ils sont très fragiles et ils peuvent subir, sous l'action de diverses sources (chaleur, humidité, lumière,...) des dégradations qui se traduisent par une modification de leur structure chimique et entraînant ainsi une altération de leur propriétés physiques. Lors de leur élaboration, les fabricants ajoutent diverses substances qui modifient et renforcent leurs propriétés :

- Des antioxydants, permettant aux polymères de ne pas réagir en présence de l'oxygène de l'air.
- Des agents de réticulation, qui après réaction chimique, peuvent se lier aux chaînes du polymère en formant des ponts intermoléculaires, permettant ainsi la formation d'un réseau macromoléculaire qui confère au matériau une meilleure stabilité mécanique et thermique.
- D'autres additifs, comme les plastifiants,..., selon les propriétés recherchées [5].

La grande diversité des polymères ainsi que leurs bonnes propriétés diélectriques, mécaniques et thermiques en font un matériau de choix dans les isolations hautes tensions. Le développement de matériaux composites a été possible grâce à l'excellente stabilité thermique obtenue par les polymères. Les propriétés mécaniques sont assurées par une résine époxyde renforcée par des fibres de verre et le revêtement est en silicone. Ce dernier matériau possède une surface hydrophobe, ce qui permet la limitation des courants de surface (courants de fuite) [1].

#### **I.3.2.4. Nature chimique des polymères**

On peut classer les polymères d'après leur structure chimique et d'après l'évolution de leur permittivité en fonction de la température et de la fréquence en polymères polaires et en polymères apolaires.

##### **– Les polymères polaires**

Les polymères polaires possèdent dans leurs molécules des atomes (généralement électronégatifs tels que F, Cl, O, N) qui fournissent des dipôles. Ils ont une permittivité élevée (3.5 à 10) et un indice de perte élevé ( $10^{-2}$  à 1) [3].

##### **– Les polymères apolaires**

Les polymères apolaires sont généralement de très bons isolants avec un faible indice de pertes, de l'ordre de  $10^{-4}$  à  $10^{-3}$  et une permittivité quasi constante (2.5 à 3) dans un large

domaine de températures et de fréquences. Leur structure chimique ne contient que du carbone et de l'hydrogène ou bien, s'ils contiennent des atomes électronégatifs tels que le fluor, ces atomes sont placés symétriquement le long de la chaîne carbonée. À ce groupe appartiennent par exemple le polyéthylène, le polypropylène, le polyisobutylène, et le polystyrène.

### I.3.2.5. Structure moléculaire des polymères

Les matériaux polymères sont souvent utilisés pour leurs propriétés exceptionnelles et leur aptitude à être mis en œuvre. Ces qualités sont liées à leurs structures.

La classification des polymères selon leurs structures moléculaires est représentée dans le tableau I.2 [3].

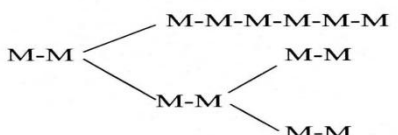
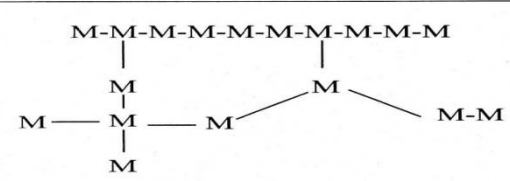
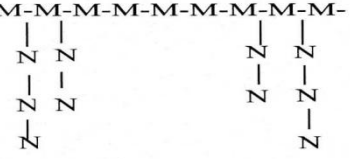
|                       |                    |           |                                                                                      |
|-----------------------|--------------------|-----------|--------------------------------------------------------------------------------------|
| La nature des chaînes | Les homo-polymères | linéaires | -M-M-M-M-M-M-M-M-M-                                                                  |
|                       |                    | Ramifiés  |   |
|                       |                    | Réticulés |  |
|                       | Les Copolymères    | Statique  | -M-N-M-N-N-N-M-                                                                      |
|                       |                    | Séquencés | -MMM M-NNN N-MMMM                                                                    |
|                       |                    | Greffés   |  |

Tableau I.2 : Classification des polymères selon la nature de chaînes.

L'existence de zones cristallines dans un polymère est non seulement liée à l'organisation de la chaîne, mais elle dépend aussi de la présence d'interactions moléculaires fortes assurant une bonne cohésion entre les chaînes. Lorsque ces interactions sont faibles, le polymère est dans un état amorphe, dont les chaînes ne sont plus maintenues parallèles les unes par rapport aux autres et elles peuvent adopter une conformation désordonnée dans laquelle les liaisons

ont une orientation aléatoire, avec une distance moyenne entre chaînes plus élevée que dans l'état cristallin. A l'état solide, la plupart des polymères ne sont pas parfaitement cristallins. A proximité des zones organisées cristallines, on trouve des zones amorphes correspondant au désordre statique total.

La proportion de phase cristalline est donnée par le taux de cristallinité  $X_C$  :

$$X_C(\%) = \frac{\text{masse de phase cristalline}}{\text{masse totale du polymère}} \quad (\text{Equation I.1})$$

La nature du polymère ainsi que ses propriétés physiques varient suivant la valeur de  $X_C$ .

Dans tous les polymères, qu'ils soient cristallins ou amorphes, au-delà d'une certaine température  $T_V$  (température de transition vitreuse), la mobilité des chaînes devient suffisante pour modifier sensiblement leurs propriétés physiques. La température de transition vitreuse ( $T_V$ ) correspond au passage d'un polymère solide dur et cassant à un élastomère ou à un liquide très visqueux. Lorsque le taux de cristallinité est élevé, la détermination de  $T_V$  est difficile [7].

### **1.3.2.6. Familles des polymères**

Il existe une grande variété de polymères utilisés dans l'industrie ; comme les peintures, les caoutchoucs, les plastiques, les fibres de synthèse, le papier,...etc. Ils sont souvent classés selon leurs propriétés thermomécaniques, et on distingue :

- **Les thermoplastiques**

Les thermoplastiques ou thermoplastes sont des solides généralement solubles, formés de chaînes plus ou moins linéaires liées entre elles par des liaisons secondaires (forces de Van der Waals ou dipolaires, liaisons d'hydrogène, etc.) et mis en forme par chauffage et refroidissement. Selon la régularité de leurs chaînes, ces polymères peuvent cristalliser (thermoplastes semi cristallins) ou non (thermoplastes amorphes). La majorité des thermoplastes ramollissent ou fondent dans une plage de température allant de 80°C à 225°C [6].

Parmi les thermoplastiques, on a : Polyéthylène (PE), Polypropylène (PP) et Polystyrène (PS).

- **Les élastomères**

Les matériaux en caoutchouc ou élastomères sont des solides souples et gonflables formés de chaînes peu compactées et (à température ambiante) très mobiles. Pour assurer une stabilité de forme indispensable, diminuer leur propension au fluage et prévenir une souplesse excessive, les caoutchoucs sont généralement réticulés, c'est-à-dire que leurs chaînes sont liées entre elles par des liaisons primaires et stables [6].

Parmi les élastomères, on trouve : Poly-isoprène, Polybutadiène, Polychloroprène.

- **Les thermodurcissables**

Les thermodurcissables ou thermodurcis sont des solides infusibles et insolubles qui forment un réseau tridimensionnel à partir de segments moléculaires liés entre eux par une densité élevée de liaisons primaires. Les thermodurcis sont mis en forme de façon irréversible par réaction chimique des molécules d'un durcisseur avec les petites molécules d'une résine et / ou avec des chaînes linéaires. La structure chimique de la résine de départ, le choix du durcisseur et le degré de réticulation influencent l'ensemble des propriétés thermomécaniques des thermodurcis (module d'élasticité, température de transition vitreuse, résistance mécanique). Vu leur faible viscosité avant durcissement et les propriétés chimiques et mécaniques finales favorables, les thermodurcissables sont largement employés comme matrice dans les matériaux composites structuraux. Ils sont utilisés généralement pour l'appareillage électrique [6].

Parmi ces polymères on a : le poly époxyde, et le polyester.

### **I.3.2.7. Propriétés diélectriques des polymères**

Les polymères isolants possèdent plusieurs modes de polarisation (électronique, ionique, dipolaire, interfaciale). Aux fréquences industrielles, seule la polarisation électronique a un rôle déterminant.

La permittivité relative des polymères est comprise entre 2 et 10.

L'humidité est également un facteur déterminant pour la qualité de l'isolation, elle influence notamment la résistance superficielle des polymères solides. Les polymères employés pour l'isolation ont une résistivité suffisamment élevée pour être considérés, sur ce plan, comme de bons diélectriques. Mais en modifiant leur état de surface, particulièrement sous l'action de décharges électriques, on peut obtenir des matériaux mouillables capables de conduire des courants de surface [1].

- **Rigidité diélectrique**

La rigidité diélectrique d'un matériau isolant est la valeur maximale du champ électrique que l'on peut lui appliquer sans produire de claquage. Dans le cas d'un champ uniforme la rigidité est donnée par :

$$E = \frac{V}{d} \quad (\text{Equation I.2})$$

Avec :

V : tension maximale appliquée.

d : épaisseur de l'isolant. [3]

Dans le cas d'un disjoncteur à haute tension, par exemple, c'est la valeur maximale du champ qui peut être supportée après l'extinction de l'arc (l'interruption du courant). Si la rigidité diélectrique est inférieure au champ imposé par le rétablissement de la tension, un réamorçage de l'arc se produit d'où l'échec de la tentative d'interruption du courant [8].

On peut également parler de champ disruptif dans le cas des câbles électriques, où le cœur (appelé également l'âme) est séparé de la gaine de masse par un isolant. Ici encore, un champ électrique radial trop élevé conduit au claquage de cet isolant, endommageant irréversiblement le câble [8].

- **Rigidité intrinsèque**

La rigidité intrinsèque est dépendante de la structure chimique du matériau. Pour la mesurer, le champ doit être le plus uniforme possible avec des effets de bords négligeables et les défauts existant dans le volume de l'isolant doivent être réduits [3].

- **Rigidité pratique**

Elle est très importante pour les applications industrielles. Elle est généralement obtenue en appliquant la procédure décrite dans la norme (CEI 243), qui décrit deux grandes familles de méthodes d'essai qui sont :

- Rigidité diélectrique transversale : Le champ électrique est appliqué perpendiculairement à la surface du matériau.
- Rigidité diélectrique longitudinale : Le champ est appliqué parallèlement à la surface du matériau [3].

La rigidité intrinsèque des polymères et des solides isolants en général peut atteindre plusieurs centaines de kV/mm, mais leur rigidité pratique est souvent limitée à quelques

dizaines de kV/mm. Elle varie pour les polymères les plus utilisés de 10 à 24 kV/mm. En pratique, le claquage se produit à partir de points faibles tels que les inclusions de gaz, les défauts à la surface des électrodes ou les interfaces gaz/solide. [1]

La rigidité diélectrique dépend de :

- la fréquence, la forme et la durée d'application de la tension.
- la température, la pression et l'humidité de l'atmosphère.
- la présence d'impuretés dans l'isolant (bulles d'air, humidité, ...). [9]

### • Résistance et résistivité transversale (volumique)

La résistance transversale (volumique)  $R_t$  est le quotient de la tension continue appliquée entre deux électrodes placées sur deux faces opposées d'une éprouvette, par le courant circulant en régime établi entre ces électrodes, à l'exclusion du courant circulant en surface et en ne tenant pas compte des phénomènes de polarisation éventuels sur les électrodes. [3]

$$R_t = \frac{V}{I} \quad (\text{Equation I.3})$$

$R_t$  : S'exprime en ohm  $[\Omega]$ ,

$V$  : Tension appliquée  $[V]$ ,

$I$  : Intensité de courant  $[I]$ .

La résistivité transversale  $\rho_t$  est le quotient du gradient de potentiel par la densité de courant qui traverse l'isolant.

$$\rho_t = R_t \frac{s}{e} \quad (\text{Equation I.4})$$

Avec :

$e$  : épaisseur de l'échantillon.

$s$  : surface de l'électrode.

### • Résistance et résistivité superficielle

La résistance superficielle, (ou de surface), est le quotient de la tension continue appliquée entre deux électrodes placé sur la même face d'une éprouvette, par le courant circulant entre les électrodes après une durée d'application donnée de la tension sans tenir compte des phénomènes de polarisation éventuels sur les électrodes. [3]

$$R_s = \frac{V}{I} \quad (\text{Equation I.5})$$

En général, le courant  $I$  passe essentiellement dans une couche superficielle de l'éprouvette ainsi que dans le dépôt d'humidité et d'impuretés superficielles, mais il comprend également une composante circulant dans le volume du matériau. Plus la distance entre les deux électrodes de mesure est grande, plus cette composante pénétrera dans le volume du matériau. La résistivité superficielle  $\rho_s$  est le quotient du gradient de potentiel en surface par le courant par unité de largeur. [3]

$$\rho_s = R_s \frac{P}{g} \quad (\text{Equation I.6})$$

$$P = \pi(d_1 + g) \quad (\text{Equation I.7})$$

Avec :

$d_1$  : diamètre de l'électrode gardée,

$g$  : distance entre l'électrode gardée et l'anneau de garde,

$p$  : périmètre de l'électrode.

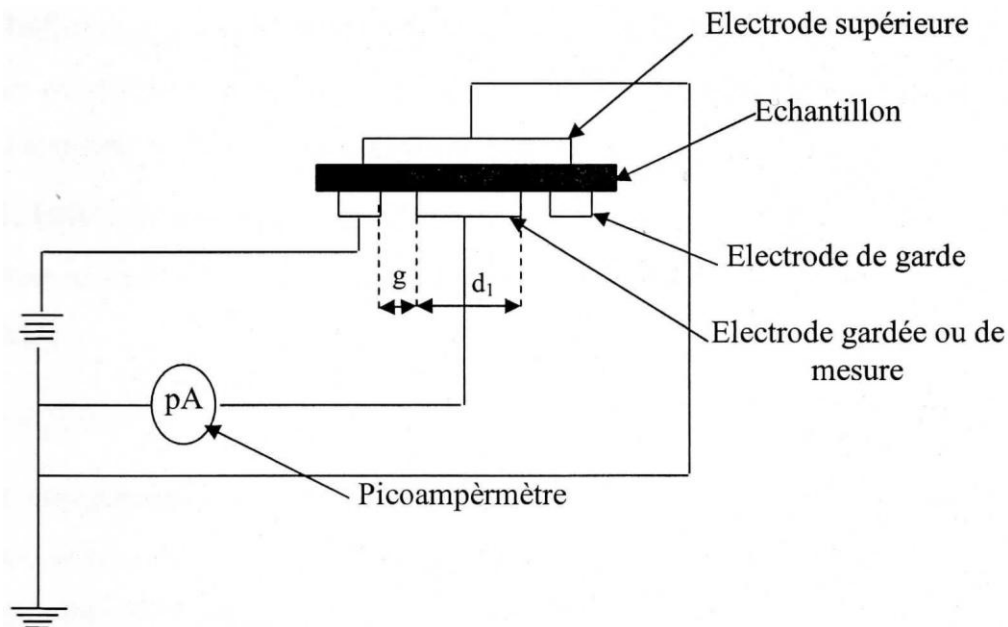


Figure I.1: Circuit de mesure de la résistance superficielle. [3]



### ➤ **Influence de l'humidité et du champ électrique sur la résistance superficielle**

La résistance superficielle dépend de la température, de l'humidité, du champ appliqué du temps d'application de la tension et d'autres paramètres concernant les électrodes (nature et géométrie).

#### – **Influence de l'humidité**

L'humidité est le paramètre qui a la plus forte influence sur la résistance superficielle des matériaux isolants. La résistivité superficielle dépend de la teneur en eau du matériau mais, à teneur en eau donnée, elle dépend surtout de l'humidité relative de l'air ambiant. [3]

La présence d'humidité fait diminuer la résistivité de l'isolant car les impuretés présentes dans l'eau dissocient les molécules en ions. Comme elle peut former à la surface un film conducteur d'une électrode à l'autre.

Afin de protéger les isolants contre l'effet de l'humidité, ils sont imprégnés et couverts avec une couche de produits hydrophobe qui retarde sensiblement l'humidification de la surface isolante. [9]

#### – **Influence du champ électrique appliqué**

En champ faible, les matériaux isolants suivent en général la loi d'Ohm, en d'autres termes, leur résistivité est indépendante du champ appliqué. En revanche, en champ fort, on constate généralement une décroissance de la résistance lorsque le champ appliqué augmente.

Cela s'explique par l'injection d'électrons aux électrodes et par la présence d'impuretés ou de défauts dans le matériau. [3]

### • **Résistance d'isolement**

La résistance d'isolement est le quotient de la tension continue appliquée entre deux électrodes en contact avec l'échantillon par le courant totale qui le traverse, à un moment donné. Après application de cette tension ce rapport dépend à la fois de la résistance superficielle et transversale de l'éprouvette. [3]

### • Pertes diélectriques

Un isolant solide contient souvent des impuretés et de l'humidité car il n'est pas parfait. Donc il est le siège de pertes diélectriques dues au courant de polarisation et au courant de conduction.

En considérant globalement les effets des phénomènes d'absorption et de conduction,

Un isolant placé entre deux conducteurs peut être modélisé de manière simplifiée par un circuit équivalent composé d'une résistance (R) et d'une capacité ( $C_p$ ) montées en parallèle.

$C_p$  représente la capacité entre les deux conducteurs et la résistance R est la résistance d'isolement de l'isolant, elle est toujours  $\geq 10^{12} \Omega$ . [3]

On a:

$$I = U \sqrt{\frac{1}{R^2} + \omega^2 C_p^2} \quad (\text{Equation I.8})$$

Avec :

R: Résistance diélectrique.

$C_p$  : Capacité d'un condensateur parfait.

$\omega$ : Pulsation du courant alternatif.

$I_a = \frac{U}{R}$  : Composante active du courant.

$I_r = \omega C_p U$  : Composante réactive du courant.

### – Angle de pertes diélectriques

L'angle de pertes  $\delta$  est défini comme étant l'angle complémentaire du déphasage entre la tension U entre les conducteurs et le courant de fuite I traversant l'isolant (figure I.2).

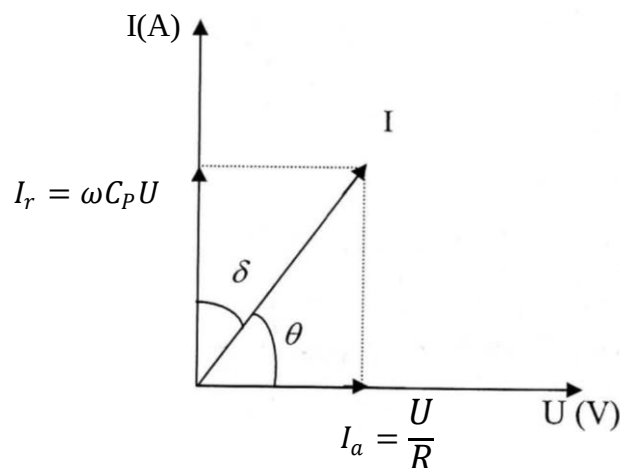


Figure I.2: Schéma permettant le calcul de  $\tan \delta$ . [3]

On a :

$$tg\delta = \frac{1}{\omega R C_p} \quad (\text{Equation I.9})$$

$tg\delta$  : Facteur de dissipation diélectrique. [3]

L'angle de pertes caractérise la qualité d'un isolant :

- bon isolant  $\rightarrow$  résistance d'isolement R élevée  $\rightarrow$   $\delta$  faible.

- mauvais isolant  $\rightarrow$  R faible  $\rightarrow$   $\delta$  élevé.

En pratique, le facteur de dissipation  $tg\delta$  varie entre  $10^{-4}$  et  $10^{-2}$ . [9]

### • Constante diélectrique ou permittivité

La constante diélectrique est un facteur propre à chaque matériau isolant. Il indique combien de fois la capacité d'un condensateur est plus élevée avec ce matériau diélectrique qu'avec l'air.

La permittivité relative du matériau qui est souvent appelée constante diélectrique ou pouvoir inducteur spécifique est définie par le rapport :

$$\epsilon_r = \frac{C}{C_0} \quad (\text{Equation I.10})$$

Tel que :

$$C_0 = \epsilon_0 \frac{S}{e} \quad (\text{Equation I.11})$$

$$C = \epsilon_r C_0 = \epsilon_r \epsilon_0 \frac{S}{e} \quad (\text{Equation I.12})$$

Avec :

$C_0$  : Capacité d'un condensateur placé dans le vide.

$C$  : Capacité du même condensateur mesurée après l'introduction du matériau.

$\epsilon_0$  : Permittivité absolue du vide (ou de l'air), tel que  $\epsilon_0 = 8,85 \cdot 10^{-12} \text{ F/m}$

La permittivité absolue est :  $\epsilon = \epsilon_r \epsilon_0$  (Equation I.13)

Pour l'air, les gaz et le vide,  $\epsilon_r = 1$  (hypothèse). Donc :  $\epsilon = \epsilon_0 = 8,85 \cdot 10^{-12} \text{ F/m}$ .

Pour tous les autres isolants,  $\epsilon_r > 1$ . [9]

### **I.3.3. Interface isolante solide/gaz**

L'interface est une région privilégiée du solide à partir de laquelle vont s'initier et se développer toutes les interactions susceptibles de se produire entre le solide et les différents composés environnants, à son contact.

#### **I.3.3.1. Propriétés physicochimiques**

La distribution et la dynamique des macromolécules en surface ou au voisinage d'une surface présentent des différences notables avec celles qui sont observées en volume. Il en résulte des propriétés physico-chimiques, mécaniques ou de structuration qui rendent nécessaires des études théoriques et de simulation numérique des polymères aux interfaces.

On peut caractériser les interactions solide/gaz par la simple fixation d'une molécule de gaz sur le solide. Cette molécule fixée pourra conserver un caractère neutre vis-à-vis de son support (adsorption) ou réagir avec lui. La nature du phénomène observé va dépendre des conditions thermodynamiques (pression, température) et de l'affinité électronique des éléments en présence.

##### **I.3.3.1.1. Adsorption :**

L'adsorption, à ne pas confondre avec l'absorption, est un phénomène de surface par lequel des atomes ou des molécules de gaz ou de liquides appelés adsorbats se fixent sur une surface solide (adsorbant) selon divers processus plus ou moins intenses. Ce phénomène a une très grande importance dans l'évolution de nombreuses réactions chimiques.

Le phénomène inverse, par lequel les molécules adsorbées sur une surface s'en détachent, notamment sous l'action de l'élévation de la température, ou de la baisse de pression, se nomme la désorption.

Selon la nature des interactions qui retiennent l'adsorbat sur la surface de l'adsorbant, l'adsorption peut être classée en deux familles :

- L'adsorption physique ou physisorption met en jeu des liaisons faibles, du type forces de van der Waals, analogues à celles qui sont impliquées lors d'une liquéfaction. Elle se produit bien avant que le gaz n'atteigne une pression égale à sa pression de vapeur

saturante, à des températures assez basses et voisines du point d'ébullition de la phase adsorbée. Elle est en général réversible. L'équilibre est obtenu lorsque les vitesses d'évaporation et de condensation sont égales. L'adsorption physique est donc favorisée par une baisse de la température.

- L'adsorption chimique ou chimisorption met en jeu des énergies de liaison importantes. Elle s'accompagne d'une profonde modification de la répartition des charges électroniques des molécules adsorbées, les forces mises en jeu sont du même type que celles qui sont impliquées lors de la formation des liaisons chimiques (atomiques, ioniques). Elle est souvent irréversible (ou difficilement réversible) [10].

### **I.3.3.1.2. Mouillage**

#### **I.3.3.1.2.1. Tension superficielle et surface minimale**

Dans une phase condensée (solide ou liquide), les molécules s'attirent les unes les autres. Une molécule à l'intérieur de cette phase (en volume) est en interaction avec toutes les voisines présentes dans son environnement immédiat, ainsi ces interactions se compensent [11]. Chaque molécule se trouve dans un état d'énergie dite de cohésion, qui est définie par :

$$U = Z_V W_{AA} \quad \text{(Equation I.14)}$$

Avec :

$Z_V$  : Nombre de voisins d'une molécule dans le volume.

$W_{AA}$  : Énergie d'interaction entre deux molécules. [12]

Par contre, une molécule localisée près de l'interface phase condensée/phase gazeuse possède moins de voisines. Cette organisation n'étant pas aussi favorable du point de vue énergétique, les molécules vont avoir tendance à s'entourer d'autant de molécules que possible et donc à minimiser l'aire occupée par l'interface phase condensée/phase gazeuse. D'où l'existence de l'énergie de surface  $\gamma$  (énergie par unité de surface). Si la phase condensée est un liquide, on parle de tension superficielle [11].

Cette énergie ou tension mesure le défaut d'énergie par unité de surface. Le défaut d'énergie pour une molécule est donné par :

$$E = (Z_V - Z_S)W_{AA} \approx \frac{1}{2}U \quad (\text{Equation I.15})$$

Avec :

$Z_S$  : Nombre de voisins d'une molécule à la surface.

Si on pose ' $a$ ' le rayon de surface occupée par une molécule, la tension de surface s'écrit :

$$\gamma \approx \frac{U}{2a^2} \quad (\text{Equation I.16})$$

La tension de surface est directement reliée à l'énergie de cohésion. Les molécules en surface vont compenser l'absence de voisines en renforçant les liaisons cohésives entre elles. La tension de surface dépend du type de force de cohésion qu'on peut classer en deux catégories :

- La première catégorie concerne les forces les plus fortes qui s'exercent entre atomes, c'est la liaison covalente de nature purement quantique et la liaison ionique de nature électrostatique qui interviennent dans des cristaux solides.
- La seconde catégorie concerne les interactions entre molécules (Van der Waals) qu'on peut séparer en deux groupes, les interactions polaires (dipôle/dipôle, dipôle induit/dipôle, liaison hydrogène) et les interactions non polaires dites dispersives ou de London entre molécules sans dipôle permanent. Ces interactions sont particulièrement importantes aux interfaces.

Les liaisons hydrogènes sont essentiellement de nature dipôle-dipôle, mais prennent une composante covalente à courte distance. [12]

La tension superficielle est définie comme l'énergie  $W$  qu'il faut fournir pour augmenter la surface  $S$  (l'interface) d'une unité d'aire [11].

$$\gamma = \left[ \frac{\partial W}{\partial S} \right] \quad (\text{Equation I.17})$$

➤ **Surface minimale :**

D'après la définition de la tension de surface, on constate que la création d'une interface a un coût énergétique. Un liquide étant déformable, il a la possibilité de modifier sa forme afin de minimiser cette énergie [12].

La tension superficielle d'un polymère peut être contrôlée par la modification chimique de sa surface, ce qui a pour effet de modifier les groupements fonctionnels présents à la surface et donc les propriétés de mouillage et d'adhésion.

### I.3.3.1.2.2. Mouillabilité

Le mouillage décrit les phénomènes physiques lorsque trois phases, dont au moins une est liquide, sont mises en contact. Lorsqu'une goutte de liquide est déposée sur une surface de polymère en présence d'un gaz, deux comportements peuvent apparaître. Soit la goutte s'étale complètement, on parle alors de mouillage total. Soit une ligne de contact (ligne à l'interface des trois phases) appelée aussi ligne triple se forme, et le mouillage dans ce cas est dit partiel (figure I.3) [11].

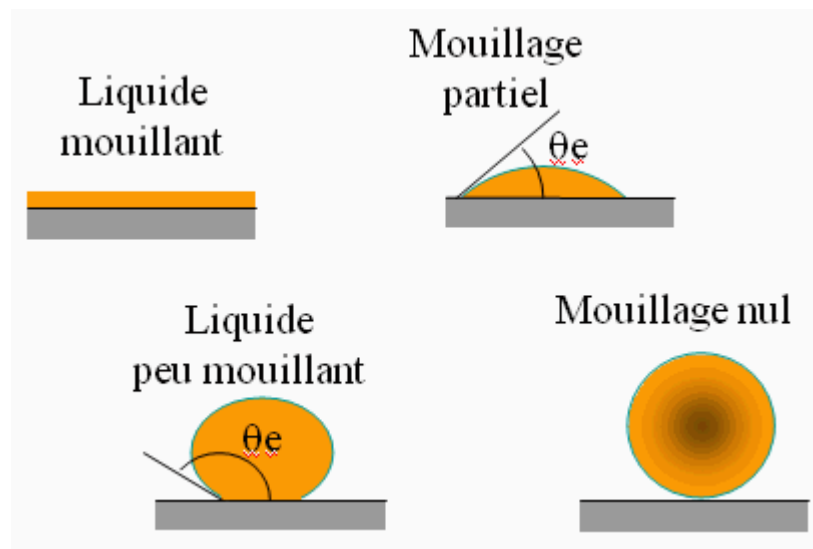


Figure I.3 : Mouillabilité d'une surface plane.

On caractérise ces situations par le paramètre d'étalement,  $S$ , défini comme suit:

$$S = E_{sec}^{substrat} - E_{mouillé}^{substrat} \quad (\text{Equation I.18})$$

$$S = \gamma_{SV} - (\gamma_{SL} + \gamma_{LV}) \quad (\text{Equation I.19})$$

Avec :

$\gamma_{SV}$  : Tension superficielle solide/air (solide/vapeur) qui est la tension de surface du solide en équilibre avec la vapeur du liquide.

$\gamma_{SL}$  : Tension superficielle solide/liquide.

$\gamma_{LV}$  : Tension superficielle liquide/air (liquide/vapeur).

- $S = 0$  correspond à la situation de mouillage total :

L'angle de contact est nul ( $\theta=0$ ). Le solide est recouvert d'une couche liquide dont l'épaisseur nanométrique est fixée par l'équilibre entre forces moléculaires et capillaires.

Quand le solide est en équilibre avec la tension de vapeur du liquide (situation humide),

$$S = \gamma_{SV} - (\gamma_{SL} + \gamma_{LV}) = 0 .$$

En effet l'énergie du substrat en équilibre avec la vapeur du liquide ne peut pas être plus grande que celle du liquide lui-même sur le substrat.

- Quand  $S > 0$ , le solide n'est pas à l'équilibre avec la vapeur du liquide, on parle de non mouillage ou cas « sec »,
- .Pour  $S < 0$ , le mouillage est partiel :

Il existe une interface entre le liquide, le solide et la vapeur que l'on appelle ligne triple ou ligne de contact. [12]

### I.3.3.1.2.3. Relation de Young-Duprè :

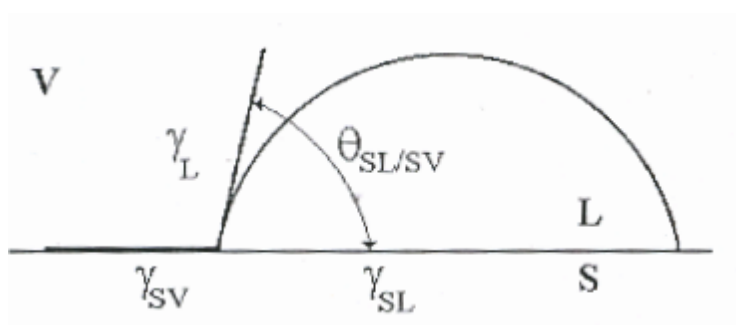


Figure I.4 : Angle de contact



Le mouillage partiel est décrit par l'équation de Young. Comme la configuration décrite sur la figure I.3 (mouillage partiel) correspond à un minimum d'énergie de surface, un déplacement infinitésimal de la ligne de contact n'engendre pas de variation d'énergie [11].

La variation d'énergie mise en jeu par le déplacement  $dx$  d'une ligne de contact de longueur  $L$  est donnée par :

$$dW = (\gamma_{SL} - \gamma_{SV})L dx + \gamma_{LV} \cos \theta L dx \quad (\text{Equation I.20})$$

Pour  $dW = 0$ , on aura l'équation de Young qui définit l'angle de contact  $\theta$  qui résulte de l'équilibre des tensions superficielles [11]:

$$\gamma_{LV} \cos \theta = \gamma_{SV} - \gamma_{SL} \quad (\text{Equation I.21})$$

### ➤ Travail d'adhésion

Le travail d'adhésion du liquide sur le solide  $W_{SL}$  est le travail nécessaire pour séparer le liquide du solide, qui est relié aux tensions superficielles par la relation de Dupré [11] :

$$W_{SL} = \gamma_{SV} + \gamma_{LV} - \gamma_{SL} \quad (\text{Equation I.22})$$

En reportant l'équation (I.21) dans l'équation (I.22), le travail d'adhésion est relié à l'angle de contact par la relation de Young-Dupré [11] :

$$W_{SL} = \gamma_{LV}(\cos \theta + 1) \quad (\text{Equation I.23})$$

#### **I.3.3.1.2.4. Angle d'avancée, angle de reculée et hystérésis de l'angle de contact**

L'angle de contact d'une goutte de liquide posée sur une surface plane et homogène est l'angle d'équilibre  $\theta_e$  et il est unique. Mais les surfaces réelles sont rarement planes et homogènes. Sur des surfaces présentant des rugosités et/ou des hétérogénéités chimiques (système dans un état métastable), l'angle de contact apparent  $\theta^*$  diffère de celui mesuré sur la surface idéale correspondante et il varie en fonction du volume de la goutte, des vibrations extérieures mais surtout selon la manière dont la goutte a été déposé. Sa valeur est comprise entre deux valeurs extrêmes, l'angle d'avancée  $\theta_a$  (angle obtenue en gonflant une goutte) et

l'angle de reculée  $\theta_r$  (angle obtenue en aspirant une goutte). Ce phénomène est appelé 'hystérésis de l'angle de contact [11].

Les sources d'irrégularité d'une surface sont multiples [12]:

- La rugosité qui dépend de la préparation de la surface et de sa structure et qui peut s'exprimer sous forme d'une variation locale du travail d'adhésion.
- Le matériau solide n'est pas forcément homogène et des variations de composition chimique locales induisent des variations du travail d'adhésion.
- Le matériau peut être contaminé par l'adsorption de liquide ou de gaz à sa surface.

### **I.3.3.2. Dégradation des polymères isolants par décharges de surface**

L'étude des divers phénomènes entraînant la dégradation superficielle des isolants solides, et particulièrement les décharges surfaciques sur un isolateur en présence de gaz est d'une importance capitale pour la conception et le dimensionnement des composants et systèmes électriques comme les buses de disjoncteurs, les espaceurs (ou cônes) dans les câbles à isolation gazeuse, les isolateurs de support et de traversée dans les appareils (transformateurs et condensateurs de puissance ...) et les lignes de transmission et distribution de l'énergie électrique [2].

#### **I.3.3.2.1. Les décharges surfaciques**

Les mécanismes de décharge surfacique sont très complexes et dépendent de plusieurs paramètres comme les propriétés physiques et géométriques du solide, le type de gaz et sa pression, la géométrie des électrodes ainsi que la forme, la polarité et l'amplitude de la tension appliquée.

Il est bien connu qu'en présence de ces structures isolantes (solide/gaz), plusieurs phénomènes physiques peuvent mener à l'apparition précoce d'une décharge dans l'intervalle inter électrodes. Parmi ces phénomènes, on peut citer principalement l'interaction dynamique entre la décharge glissante et la surface du solide diélectrique, l'accumulation de charges électriques surfaciques, la modification des coefficients d'ionisation et d'attachement ainsi que le phénomène de distorsion du champ électrique. [2]

### ➤ Charges surfaciques

Les mécanismes impliqués dans les décharges superficielles sont largement affectés par les charges accumulées à la surface de l'isolateur. Ces charges surfaciques sont susceptibles de modifier la distribution spatiale du champ électrique le long de l'axe des électrodes. Elles peuvent également augmenter l'énergie interne du diélectrique en introduisant un terme d'énergie électrostatique et un terme électromécanique associés à la déformation du réseau atomique. Elles peuvent entraîner le changement des conditions de pré-disruption et créer alors des conditions de champ favorables à l'apparition des couronnes de streamers notamment au milieu de l'intervalle inter électrode. La dynamique de la décharge peut également être influencée par l'apport énergétique de ces charges surfaciques en amplifiant le taux d'ionisation effectif pour une disruption prématurée.

Les charges électriques (électrons, ions positifs et négatifs) accumulées à la surface d'un diélectrique placé le long de l'axe des électrodes sont dites extrinsèques ou intrinsèques en fonction de leur origine.

- Elles sont dites intrinsèques lorsqu'elles sont produites initialement à l'intérieur du diélectrique par dissociation ou par ionisation naturelle. La dissociation peut concerner le diélectrique lui-même, les additifs (couche semi-conductrice, impuretés) ou les contaminants (vapeur d'eau, poussière, etc.). L'interaction du diélectrique avec des rayonnements ionisants (UV, X et  $\gamma$ ) peut également conduire à une génération de charges par ionisation du diélectrique lui-même ou des impuretés qu'il peut contenir.
- Elles sont dites extrinsèques lorsqu'elles sont générées par:
  - injection à partir des électrodes.
  - Le contact entre la surface libre du diélectrique et un plasma gazeux.
  - Des décharges partielles ou des émissions par effet de champ à partir de la surface des électrodes.
  - De micro décharges entre les groupes de particules présentes à la surface du diélectrique.
  - des décharges partielles pouvant se produire à l'interface entre le diélectrique et les électrodes.

En tension alternative, l'accumulation de charges est moins sévère qu'en tension continue car la constante de temps d'accumulation est beaucoup plus grande devant  $T = 20$  ms. Cela est dû à la variation permanente du champ appliqué en alternatif. [2].

### ➤ Distorsion du champ électrique

La distribution du champ électrique dans l'espace inter électrodes est susceptible d'être modifiée par la présence d'un matériau diélectrique. Le comportement du champ selon que la surface du diélectrique comporte ou non des charges électriques, n'est pas le même. L'accumulation de charges à la surface du diélectrique peut avoir comme conséquence la distorsion du champ électrique entre les électrodes.

Les figures 1.5 et 1.6 montrent des résultats de simulations effectuées en configuration pointe - plan pour déterminer le champ électrique dans l'espace inter électrode pour de petits intervalles et/ou en présence d'un diélectrique chargé ou non [2].

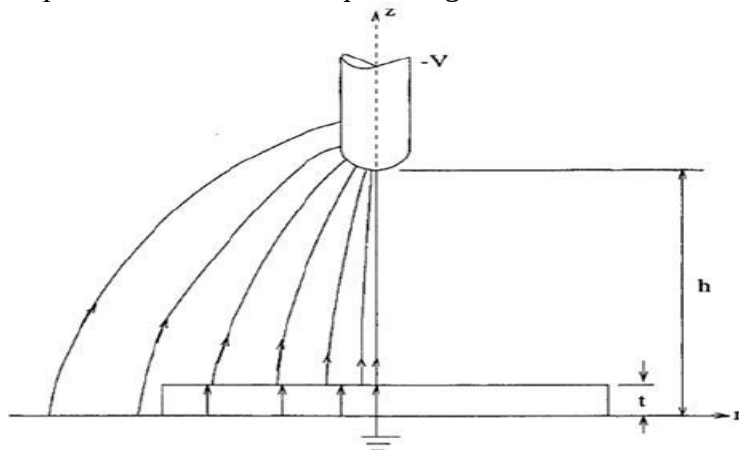


Figure 1.5 : Distribution du champ électrique dans l'espace inter électrode en présence d'un diélectrique non chargé [2].

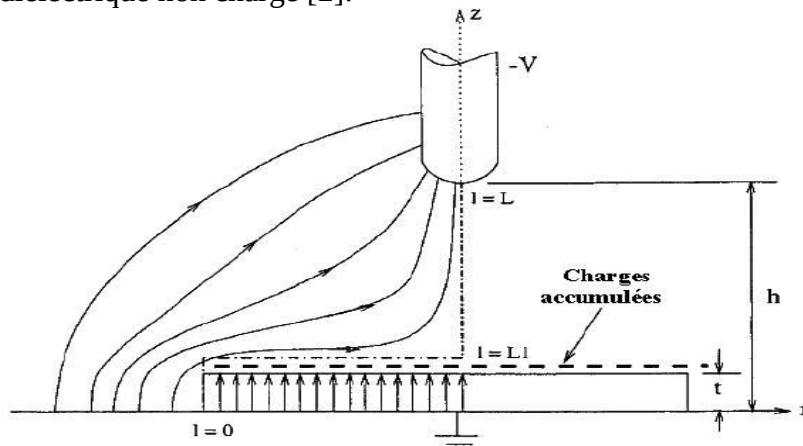


Figure 1.6 : Distribution du champ électrique dans l'espace inter électrode en présence d'un diélectrique chargé [2].

La génération d'une décharge glissante à la surface d'un diélectrique solide en présence de gaz (interface gaz/solide) dépend de la condition essentielle de l'existence d'une composante tangentielle du champ électrique à la surface du diélectrique. La figure 1.7 donne une illustration de ce phénomène lorsqu'une surface diélectrique est placée entre deux électrodes [2].

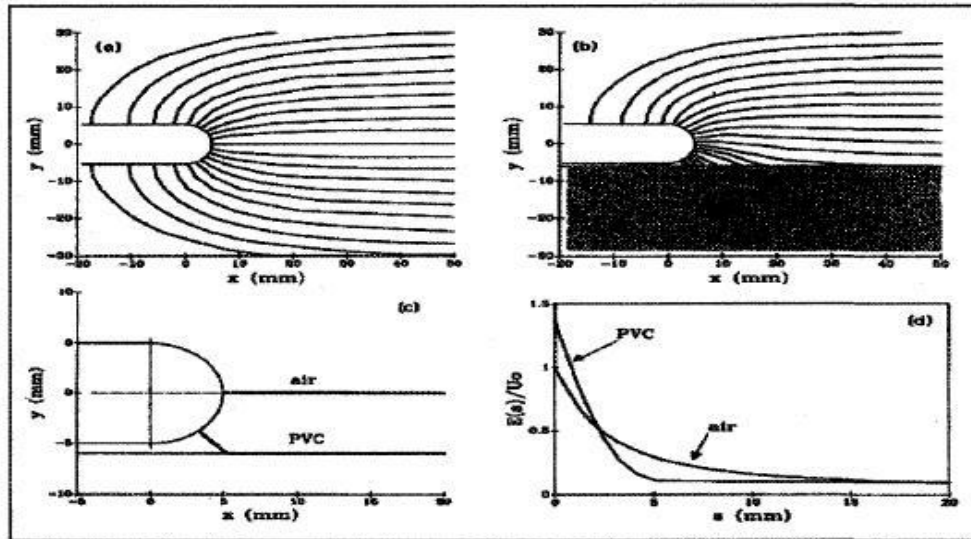


Figure 1.7 : Comparaison du champ électrique autour de l'électrode haute tension dans l'air et en présence de surface diélectrique [2].

- (a) : lignes de champ dans un gap d'air.
- (b) : lignes de champ en présence d'une surface de PVC.
- (c) : champ maximal sur une surface de PVC en présence d'air.
- (d) : champ axial dans l'air en présence d'une surface de PVC.

### ➤ Processus des décharges de surface

Selon la disposition et la forme des électrodes, de l'isolant gazeux et de l'isolant solide, on peut distinguer deux catégories de décharges se produisant à la surface d'un solide isolant :

- Les décharges à barrière diélectrique « DBD » où les isolants solides et gazeux sont généralement en série entre les deux électrodes. Ce type de décharge se développe dans le volume du gaz avant de se propager sur la surface du solide isolant.

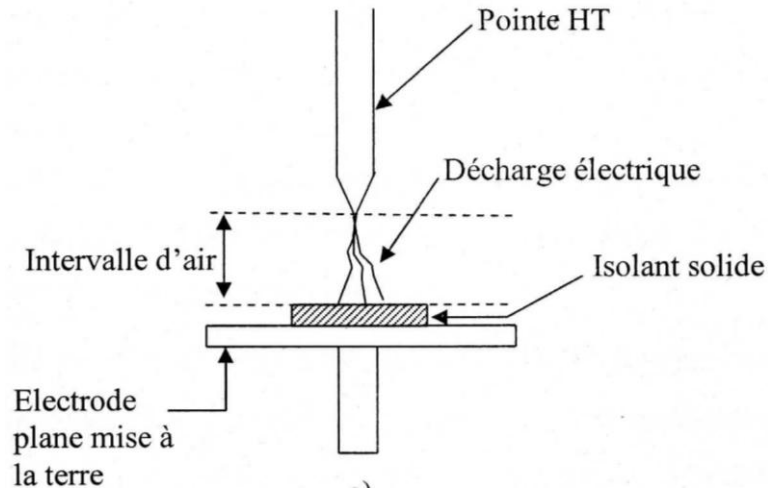


Figure I.8 : DBD pointe-plan

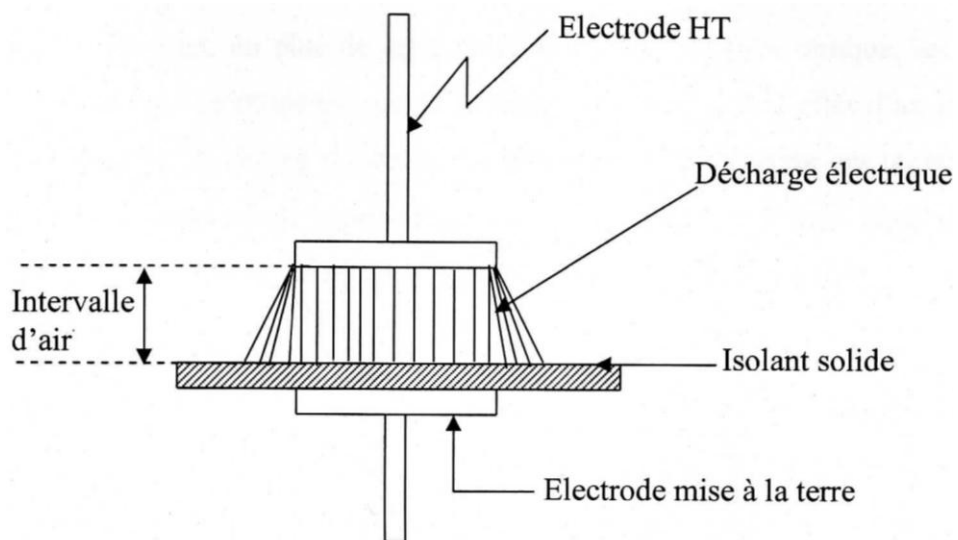


Figure I.9 : DBD plan-plan [3].

- Les décharges glissantes où les deux électrodes sont toujours en contact avec la surface du diélectrique solide. Ce type de décharge prend naissance et se développe dans le volume du gaz en restant en contact avec la surface de l'isolant solide sur laquelle elle se propage.

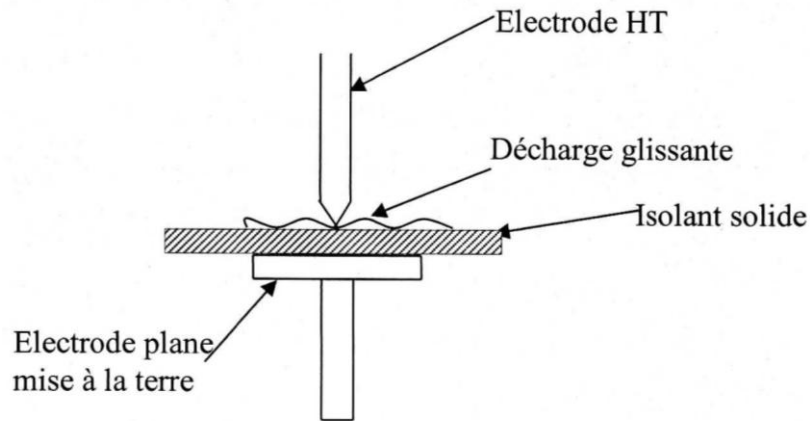


Figure I.10 : Décharge glissante [3].

L'interaction de la décharge électrique avec le solide se produit dans les deux types de décharge, entraînant la modification des propriétés physicochimiques du solide. [1]

#### **I.3.3.2.2. Le Vieillissement**

Le vieillissement est l'abaissement irréversible des caractéristiques d'un système isolant, par l'application d'un champ inférieur au champ disruptif, ce qui soumet l'isolation à un risque de rupture prématurée dans le temps [5].

##### **I.3.3.2.2.1. Processus de vieillissement**

La dégradation de la surface d'un isolant solide dépend de la fréquence et de l'amplitude, de la tension, des conditions ambiantes et des éventuelles contraintes mécaniques auxquelles l'isolation est soumise. Le vieillissement électrique peut faire intervenir des phénomènes purement physiques (érosion, migration, plastifiant) ou phénomène chimiques (oxydation, réticulation) [3].

#### **a. Vieillissement physique**

Ce processus peut se produire avec ou sans transfert de masse sans modifier la composition chimique du matériau.

### **a.1. Avec transfert de masse**

Les phénomènes de transfert de masse font essentiellement appel aux notions de solubilité, de diffusion et de plastification qui sont des interactions déterminées principalement par la polarité électrique des groupes en présence [7].

Selon qu'il y ait transfert de masse du matériau vers l'environnement ou l'inverse, on peut avoir une pénétration de solvants ou une perte d'adjuvants [7].

#### **a.1.1. Absorption de solvants**

Les solvants, dont l'eau est le plus courant, sont des petites molécules qui peuvent pénétrer entre les chaînes moléculaires du polymère. En pénétrant dans les polymères le solvant provoque un gonflement local ou généralisé de la pièce qui engendre des contraintes internes. L'effet de ces contraintes peut se traduire par l'apparition de craquelures ou même de fissuration dans la pièce [3].

Quand le solvant est l'eau, il peut exister des gradients de concentration dû à la diffusion, un gonflement différentiel fibre - polymère pour les matériaux composites ou un gonflement dû aux hétérogénéités du matériau. Cette pénétration de l'eau dans le matériau contribue à diminuer la résistance d'isolement. Elle se produit généralement lorsque les matériels sont à l'arrêt [3].

La pénétration d'un solvant dans un polymère est influencée par les paramètres suivants :

- La structure chimique du motif structural élémentaire : qui détermine essentiellement l'affinité du polymère pour le solvant considéré.
- La morphologie : les zones cristallines peuvent être considérées comme imperméables. La solubilité globale décroît donc avec le taux de cristallinité. Dans les polymères amorphes, l'état de gélification, qui détermine la compacité du réseau macromoléculaire, joue aussi un rôle important.
- Le taux de réticulation : la pénétration du solvant est d'autant plus facile que le taux de réticulations est faible. Cette pénétration induit la plastification qui se traduit par une diminution du module d'élasticité, de la contrainte à la rupture, une augmentation de l'allongement à la rupture et la diminution de la température de transition vitreuse. [7]



### **a.1.2. Migration d'adjuvants**

Des substances de faible masse moléculaire sont souvent présentes dans les polymères. Sous l'effet de la chaleur, elles peuvent migrer hors du matériau avec une vitesse inversement proportionnelle à leurs masses moléculaires.

Dans le cas de plastifiants, on observe une diminution de l'allongement à la rupture, une augmentation de la température de transition vitreuse et du module d'élasticité. Et pour les stabilisants, c'est la stabilité chimique qui diminuera.

La migration des adjuvants peut se produire par divers mécanismes, dont on cite l'évaporation et l'extraction [7].

### **a.2. Sans transfert de masse**

Ce type de vieillissement dépend de la mobilité moléculaire. Si le matériau est dans un état thermodynamique instable, après sa mise en œuvre, il peut en résulter un vieillissement physique interne. Des chocs peuvent entraîner des ruptures mécaniques induites par dilatation différentielle (gradient de température dans l'épaisseur ou matériaux hétérogènes), et un matériau peut se fissurer sous contrainte en présence d'un composé tensioactif [7].

#### **a.2.1. Modification de la morphologie (relaxation de volume)**

Le vieillissement physique se traduit par une augmentation de la compacité du réseau macromoléculaire, autrement dit, par une réduction du volume spécifique. La masse volumique augmente, le coefficient de dilatation diminue, le facteur de pertes diélectriques diminue et la diffusion des gaz et des liquides diminue [7].

#### **a.2.2. Fissuration sous contraintes en milieu tensioactif**

En milieu tensioactif, des fissurations peuvent se produire dans les zones les plus contraintes des polymères (selon le type de polymère). Le phénomène de fissuration est lié au développement des forces de tension superficielles à l'interface polymère- liquide, et également à la masse moléculaire du polymère. Une masse moléculaire élevée rend en effet le polyéthylène moins sensible à ce type de fissuration. Il dépend de divers paramètres dont on cite : la contrainte mécanique, la température et la tensio-activité du liquide dont la viscosité détermine la vitesse de pénétration dans les fissures [7].

### **a.2.3. Les chocs thermiques**

Les chocs thermiques peuvent entraîner des ruptures mécaniques induites par une dilatation différentielle. Deux mécanismes sont susceptibles d'intervenir :

- **Matériaux hétérogènes**

Dans les matériaux composites soumis à des variations de température, les dilatations différentielles entraînent des contraintes internes susceptibles d'endommager le matériau. Il s'agit d'un phénomène de fatigue mécanique [3].

- **Gradient de température dans l'épaisseur**

Lorsque la température varie brusquement dans un isolant organique, un gradient de température s'instaure dans l'épaisseur du matériau entraînant une dilatation différentielle, zone superficielle -zone interne. Dans le cas d'un choc thermique de grande amplitude une seule excursion en température peut entraîner la rupture [3].

### **b. Vieillissement chimique**

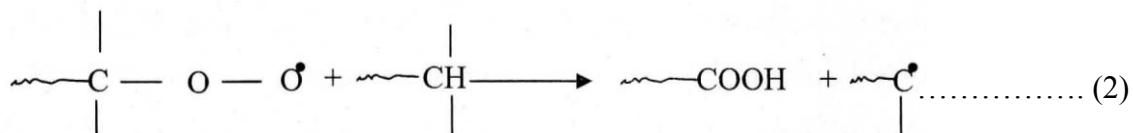
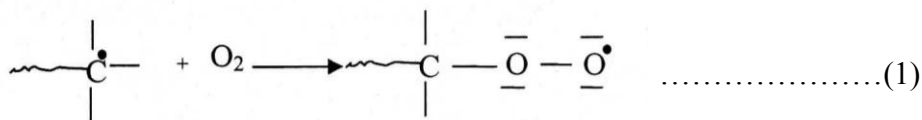
Le vieillissement chimique est tout phénomène entraînant une modification chimique du matériau sous l'influence de l'environnement. Dans la pratique, un vieillissement chimique se superpose souvent à un vieillissement physique et les deux phénomènes s'interfèrent [7]. Les décharges partielles dans l'air atmosphérique ionisent l'air et produisent des espèces chimiques (l'ozone, électrons énergétique, ions, photons). L'interaction de ces espèces avec les molécules de la surface du solide isolant (C-H, C-O, C-C), provoque les processus suivants : Oxydation, hydrolyse, coupure de chaîne statique, dépolymérisation et réticulation [3].

#### **b.1. Oxydation**

La cause principale de la dégradation superficielle des polymères est l'oxygène, qui s'attaque à la chaîne hydrocarbonée de ces derniers en entraînant des scissions ou des ratifications parasites. L'oxydation résulte de la fixation de l'oxygène par des radicaux provenant d'une rupture des liaisons de la chaîne, et elle dépend de la solubilité et de la vitesse de diffusion de l'oxygène dans le matériau [7].

L'oxydation de la surface d'un polymère par attachement de l'oxygène, activé dans une décharge, avec des atomes de carbone mène à la formation des groupements carbonyles C=O.

La fixation des atomes d'oxygène à la surface du solide isolant rend celle-ci hydrophile. Des molécules d'eau s'attachent alors à la surface du matériau solide, d'où l'apparition des groupements hydroxyles OH [3].



Ces réactions sont situées pratiquement toujours dans les zones amorphes [3]. La dégradation thermo-oxydante des polymères est dominée par des coupures de chaînes qui entraînent la diminution de la viscosité de ces matériaux, et la formation de groupes polaires tels que : cétones, alcools et acides qui favorisent la mobilité des porteurs de charges. Ce phénomène induit l'introduction de dipôles électriques dans les macromolécules provoquant une augmentation du facteur de pertes diélectriques et une diminution de la rigidité diélectrique du polymère [7].

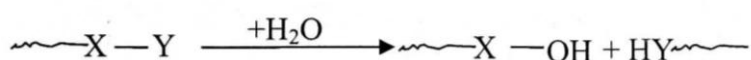
## b.2. Hydrolyse

Sous l'influence de humidité (95%) et de la température (au moins 100°C), certains polymères (polyesters, polyuréthane, ...etc.) peuvent se dégrader. Ce vieillissement climatique peut dégrader les caractéristiques électriques à la surface d'un isolant et provoquer la formation de cheminements [3].

La présence de vapeur d'eau joue différents rôles dans la dégradation des matériaux. Les réactions directes avec des matériaux organiques dites réaction d'hydrolyse ont pour effet de couper des liaisons chimiques, l'eau fait gonfler les structures amorphes et facilite ainsi la pénétration d'autres polluants.

L'érosion de la surface par bombardement des ions de la décharge la rend rugueuse, son hydrophobicité diminue et elle peut se couvrir d'humidité par adsorption de molécules d'eau. Des courants superficiels peuvent alors se développer, accélérer l'érosion et réduire encore l'hydrophobicité de la surface [3].

La réaction d'hydrolyse s'effectue en présence de l'eau (H<sub>2</sub>O), et elle peut être schématisée comme suit :



### **b.3. Réticulation**

Ce processus est caractérisé par la formation de ponts covalents entre les segments de chaînes voisines, qui réduit la souplesse de l'isolant. Elle provoque une diminution de la mobilité moléculaire des segments de chaînes.

Pour les polymères linéaires, la réticulation se traduit par l'apparition de chaînes plus ramifiées et de masse moléculaire plus élevée que les chaînes initiales.

Pour les polymères tridimensionnels, la réticulation s'accompagne d'une diminution du taux de gonflement et une augmentation de la température de transition vitreuse  $T_V$  et du module d'élasticité.

Dans le cas réel de vieillissement, la réticulation est toujours accompagnée de coupures de chaînes. [7]

### **b.4. Dépolymérisation**

La dépolymérisation est la réaction inverse de la polymérisation, qui est un cas particulier de la réaction de coupure de chaînes. Elle entraîne une élimination séquentielle de molécule de monomère (par exemple extrémité de chaîne). Elle intervient de manière plus ou moins importante dans les divers types de dégradation. Ce processus se produit plus facilement dans les polymères ayant des liaisons dans la chaîne à faible énergie de dissociation tels que le PMMA [3].

### **b.5. Coupure de chaînes statiques**

Cette coupure résulte d'un apport d'énergie (chimique, mécanique, thermique,...) à la macromolécule. Lorsque cette énergie est concentrée sur une liaison et qu'elle est supérieure à l'énergie de liaison, la rupture est effective. Il existe une corrélation entre l'énergie de dissociation des liaisons et la stabilité thermique des polymères.

Ces coupures entraînent une diminution de la masse moléculaire moyenne dans le cas des polymères linéaires et une diminution du taux de réticulation dans le cas des polymères tridimensionnels [7].

Tous ces processus transformeront les propriétés physico-chimiques de la surface de l'isolant solide, ainsi que les propriétés électrique et mécanique, entraînant la modification

des propriétés d'usage [3].

## **I.4. Conclusion**

Après avoir donné quelques notions sur les critères de sélection des gaz isolants, on a présenté les caractéristiques principales des polymères isolants. En effet, on a donné leurs diverses structures moléculaires, leur classement selon leurs caractéristiques thermomécaniques ainsi que leurs propriétés diélectriques.

Par la suite, on a élucidé les divers phénomènes qui se produisent aux interfaces isolantes solide/gaz. On a cité quelques phénomènes liés aux propriétés physicochimiques de ces interfaces (adsorption, mouillage), puis on s'est étalé sur les diverses contraintes de dégradations superficielles des polymères, et particulièrement, les décharges surfaciques qui entraînent la modification des propriétés physicochimiques de la surface de ces matériaux.

Pour mieux comprendre ces phénomènes superficiels, il est nécessaire de pouvoir les analyser en utilisant différentes techniques d'analyses. Pour cela, On va consacrer le prochain chapitre pour l'étude des diverses techniques de caractérisation de surface qui nous permettent d'avoir des informations sur l'état de surface du matériau analysé.

## **II.1. Introduction**

Dans ce chapitre, on présentera les principales techniques de caractérisation de surface existantes, qui permettent de comprendre les divers phénomènes d'interfaces isolantes solide/gaz qui ont lieu lorsque les solides sont soumis aux décharges surfaciques entraînant la modification de leurs propriétés physico-chimiques. On verra pour chacune d'elles, l'intérêt qu'elle présente et les informations qu'elle peut fournir pour la caractérisation des types d'échantillons qui nous intéressent.

## **II.2. But de l'analyse de surface [13]**

Les surfaces et les interfaces jouent un rôle principal lors de la fabrication ou de l'utilisation des matériaux. La morphologie et la forme précise des structures résultent en fait des propriétés physico-chimiques des surfaces et/ou des interfaces et de la manière dont elles sont fabriquées. Il est donc d'un intérêt primordial de les analyser pour bien connaître leurs caractéristiques (la rugosité, l'homogénéité, la nature des liaisons chimiques, le degré d'oxydation, la hauteur de marche, etc.). Dans de nombreux domaines, plusieurs techniques d'analyse de surface sont utilisées pour contrôler et pour améliorer la qualité des performances des matériaux aussi bien dans la recherche que dans l'industrie.

## **II.3. Choix d'une technique de caractérisation de surface [13]**

Pour caractériser une surface, le mathématicien la définit par une équation, alors que le physicien et le chimiste doivent l'observer et l'analyser à l'aide d'une technique de caractérisation. Le choix d'une telle technique dépend fortement du type d'échantillon à caractériser et du type d'information que l'on désire obtenir. Il faut donc prendre en compte plusieurs paramètres, y compris la géométrie de l'échantillon.

Parmi toutes les techniques, nombreuses sont celles à caractère destructif, ce qui met en avant les techniques optiques qui sont sans contact et donc non-destructives. Il est souvent utile d'avoir recourt à plusieurs techniques afin d'élucider les différents phénomènes de surface, sachant qu'il n'existe pas une technique unique capable de nous fournir toutes les informations sur la morphologie d'une surface.

## II.4. Principe général d'une technique de caractérisation de surface [13]

Toute technique de caractérisation est fondée sur un même principe qui consiste d'une part, à envoyer une sonde sur un échantillon afin de créer une interaction sonde-échantillon et d'autre part, une analyse de la réponse que l'on obtient. Donc, la sonde joue le rôle d'une excitation qui peut être un faisceau de particules énergétiques, un rayonnement électromagnétique, un champ électrique ou magnétique, un palpeur mécanique, etc. La réponse de l'échantillon à cette excitation peut être externe avec émission d'un rayonnement ou d'une particule ou circulation d'un courant, comme elle peut aussi avoir lieu de manière interne.

Le principe général des différentes méthodes de caractérisation d'une surface est illustré schématiquement et de manière simple sur la figure I.1. Nous allons nous limiter dans cette étude aux méthodes basées sur la détermination des caractéristiques morphologiques permettant d'observer l'aspect extérieur des échantillons ; elles sont généralement associées à l'imagerie et à la métrologie : la microscopie optique, la microscopie électronique, le stylet mécanique,...etc.

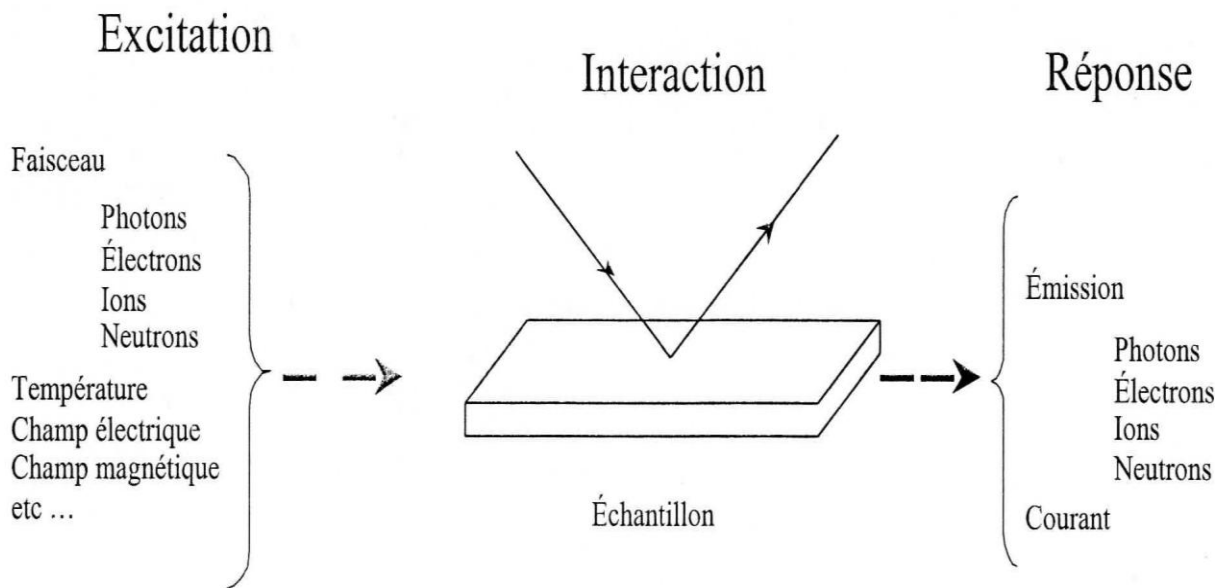


Figure I.1 : Principe général des méthodes de caractérisation de surface.

## II.5. Principales techniques de caractérisation de surfaces

### II.5.1. La microscopie à force atomique (AFM) [13,14]

La microscopie à force atomique, inventée en 1986 par G. Binnig, C.F. Quate et C. Gerber, concerne tous les types de matériaux, qu'ils soient isolants, conducteurs ou semi-conducteurs.

#### II.5.1.1. Principe de fonctionnement de l' AFM

Cette technique consiste à mesurer la force d'interaction entre l'atome du bout de la pointe –sonde solidaire d'un bras de levier et les atomes de la surface de l'échantillon qui est déplacé au-dessous de cette pointe (figure II.2).

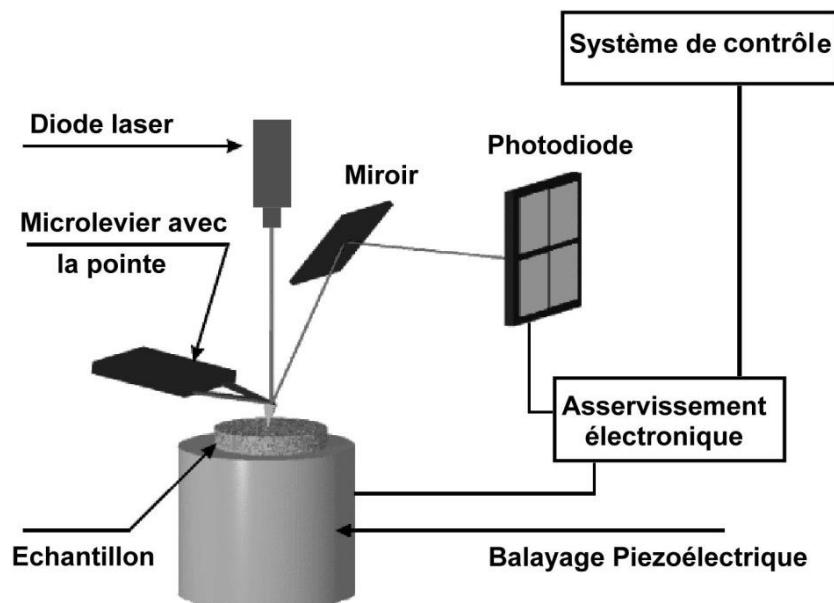


Figure II.2 : Principe de la microscopie à force atomique.[13]

Plusieurs types de forces sont impliqués dans l'interaction pointe /surface, dont la plus connue est la force de Van der Waals . En mesurant la déflexion du bras de levier, on obtient une mesure directe de la force pointe-substrat suivant la loi de Hooke :

$$F = k \times x \quad \text{(Equation II.1)}$$

Avec :

**k** : constante de raideur du ressort.

**x** : déflexion du levier.



La déflexion du bras de levier peut être mesurée par interférométrie optique ou tout simplement par la déflexion d'un faisceau laser réfléchi par un miroir (figure II.2). Le faisceau réfléchi tombe sur deux photodiodes en opposition engendrant une petite déviation de ce dernier qui donnera un signal différentiel aisément mesurable. On pourrait ainsi enregistrer l'amplitude de la déflexion en fonction de la position (X,Y) et obtenir une image des forces d'interaction entre la pointe et les atomes de surface.

### **II.5.1.2. Différents modes de fonctionnement de l'AFM**

La dépendance de la force de Van der Waals de la distance permet de distinguer trois modes de fonctionnement du AFM :

- **Mode « contact »** : En ce mode, les forces principales qui agissent entre la pointe et la surface sont répulsives à courte distance.
- **Mode « contact intermittent »** : Le levier oscille en surface de l'échantillon à une fréquence proche de sa fréquence de résonance, et l'amplitude d'oscillation est choisie suffisamment élevée de manière à ce que la pointe traverse la couche de contamination présente sur toute surface analysée.
- **Mode « non contact »** : Ce mode permet de mesurer des forces à longue portée, à des distances pointe-surface supérieures à 10 nm, de plus faible intensité que les forces de contact. Cette méthode consiste à mesurer les variations d'amplitude de l'oscillation forcée du levier à une fréquence proche de sa fréquence de résonance. La correction du déplacement en Z en utilisant la variation de l'amplitude d'oscillation comme signal d'asservissement, permet de conserver l'amplitude constante et ainsi suivre la morphologie de surface.

### **II.5.2. Microscopie électronique à transmission(MET) [14,15]**

Le microscope électronique à transmission, inventé en 1931 par Ernst Ruska, permet d'acquérir des informations à caractère morphologique, cristallographique et chimique s'il est équipé d'une sonde d'analyse de rayons X à dispersion d'énergie (EDS). On peut distinguer deux modes d'observations :

- Mode image : permettant une observation morphologique de l'échantillon.
- Mode diffraction : permettant d'obtenir les informations cristallographiques.

En tenant compte du faible pouvoir de pénétration des électrons dans la matière, l'analyse nécessite un amincissement de l'échantillon.

### II.5.2.1. Principe de fonctionnement d'un MET

Le principe du MET est illustré sur la figure II.3.

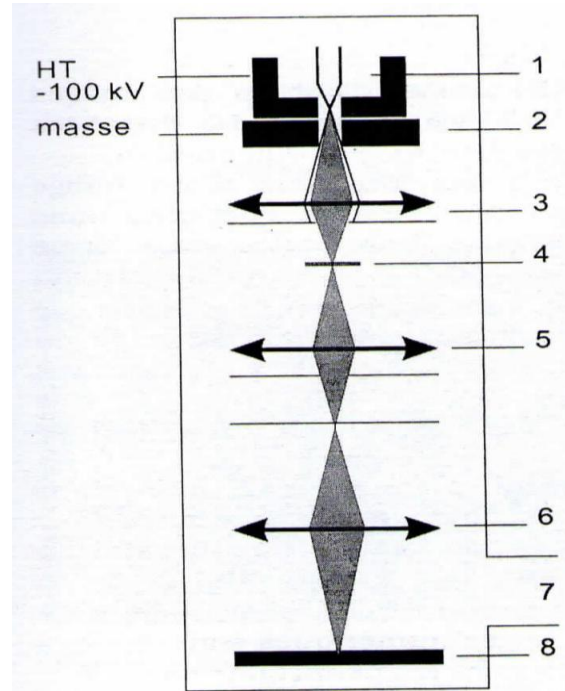


Figure II.3 : Microscopie électronique à transmission [15].

Les électrons issus du filament (cathode portée à un potentiel négatif) (1) et accélérés par l'anode (mise à la masse) traversent l'échantillon (4) après mise en forme du faisceau par le condenseur (3). Les organes optiques sont constitués par des lentilles électromagnétiques (5 et 6) ou électrostatiques. Lors de la traversée de l'échantillon (lame mince, réplique de surface,...) certains électrons sont absorbés en quantité proportionnelle aux irrégularités de surface, de constitution ou de structure de l'objet. Les électrons restants sont repris par l'objectif (6), l'image de l'objet est projetée sur l'écran (8) ou sur une plaque photo. Pour améliorer la résolution des appareils, on a cherché à augmenter la tension d'accélération. Actuellement, on utilise des tensions d'accélération allant de 100 à 200 kV avec une résolution limite de l'ordre de 0.17 nm, soit une demi distance atomique, grâce à la mise au point de mini-lentilles magnétiques.

### II.5.3. Microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage est un outil très performant pour l'observation et l'étude des matériaux. Elle permet d'analyser la morphologie de la surface et la composition chimique de la plupart des matériaux solides.

#### II.5.3.1. Description

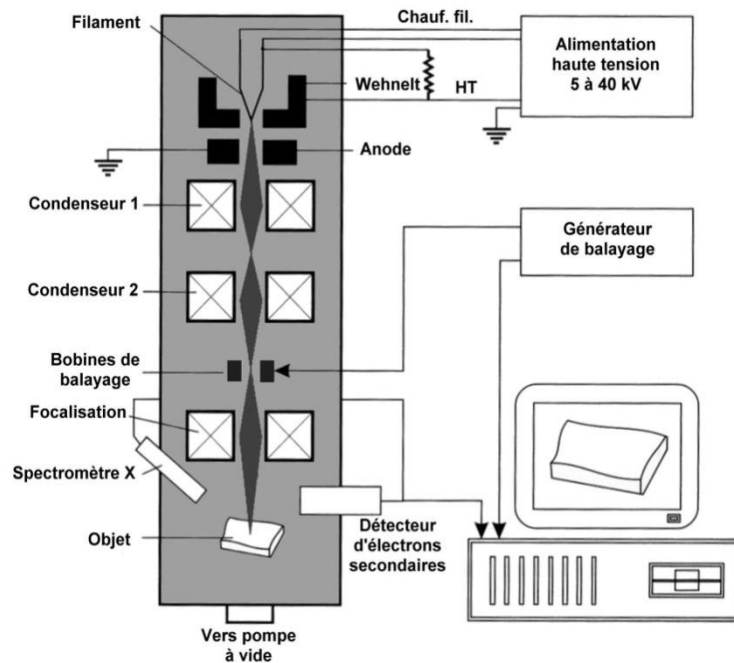


Figure II.4 : Principe du microscope électronique à balayage [13].

Un microscope électronique à balayage est constitué de [5] :

- Un système de pompe à vide.
- Un système de refroidissement.
- Un canon à électrons (filament) composé d'une source d'électrons, d'un système de focalisation et d'un accélérateur d'électrons.
- Une colonne optique électronique contenant :
  - Des lentilles magnétiques.
  - Des diaphragmes.
  - Des bobines de balayages.
- Une platine porte-objet permettant de déplacer l'échantillon dans les trois directions.
- Détecteurs :
  - D'électrons secondaires.

- D'électrons rétrodiffusés.
- D'électrons Auger.
- De rayons X.

Comme il contient d'autres éléments électroniques de mesure.

### II.5.3.2. Principe de fonctionnement du MEB

Le fonctionnement du MEB est basé sur l'émission d'électrons produits par une cathode et la détection des signaux provenant de l'interaction de ces électrons avec l'échantillon (figure II.4).

Un faisceau d'électrons est focalisé sur la surface de l'échantillon sous forme d'un spot dont le diamètre est de quelques nanomètres. Chaque point exploré de la surface de l'objet balayée par la sonde électronique, réagit au faisceau d'électrons en renvoyant une information fonction de son relief et/ou de sa nature chimique. Cette information constituée par l'émission des électrons secondaires, des électrons rétrodiffusés, l'émission photonique, la cathodoluminescence, les phonons,... est reprise par un détecteur approprié et traitée par un amplificateur. Le signal provenant de l'amplificateur module le faisceau d'un tube cathodique dont le balayage est synchrone à celui de l'échantillon. L'utilisation de détecteurs convenables permet d'avoir soit une image de la surface (avec une très grande profondeur de champ), soit une image de la répartition d'un élément chimique donné (par sélection des rayonnements de fluorescence correspondants). [16]

Suivant le mode de fonctionnement du MEB, différents détecteurs sont utilisés et différents types de particules sont analysés (figure II.5).

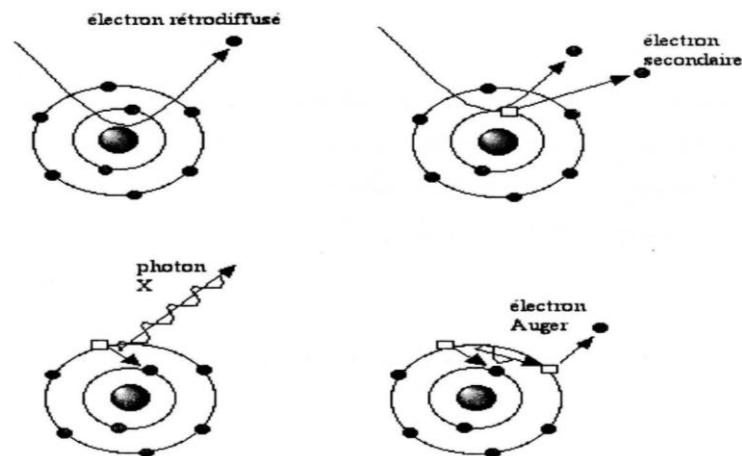


Figure II.5 : Rayonnements produits par les atomes sous l'action du faisceau électronique. [5]

- **Electrons secondaires**

Pendant l'interaction, certains électrons primaires cèdent une partie de leur énergie cinétique aux atomes qui sont alors ionisés par éjection d'un électron appelé « électron secondaire ». Ces électrons ont une très faible énergie et seuls ceux provenant des couches superficielles (profondeur < 10 nm) ressortent de la matière. Ils permettent d'obtenir des renseignements sur la topographie de l'échantillon [5].

- **Electrons rétrodiffusés**

Ce sont les électrons primaires qui sont entrés en interaction avec le noyau d'atome de l'échantillon. Après cette interaction élastique (pas de recul du noyau), les électrons sont dispersés dans toutes les directions avec un angle de déviation très important et peu de perte d'énergie. Ces électrons rétrodiffusés récupérés peuvent provenir d'une plus grande profondeur que celle des électrons secondaires [5].

- **Electrons Auger**

L'atome se désexcite par une transition électronique : Un électron périphérique descend pour occuper la place laissée vide. Cette transition provoque l'éjection d'un électron périphérique [5].

### II.5.3.3. Différents types d'imagerie

Un microscope électronique à balayage peut avoir plusieurs modes de fonctionnement suivant les particules analysées :

- **Imagerie en électrons secondaires :**

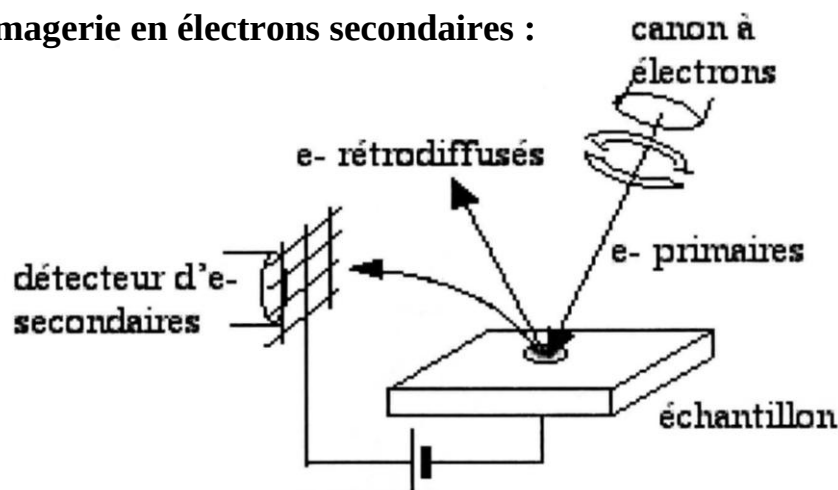


Figure II.6 : Détecteur d'électrons secondaires [5].

La détection des électrons secondaires est le mode classique d'observation de la morphologie de la surface. Les électrons secondaires captés proviennent d'un volume étroit (environ 10  $\mu\text{m}$ ). Une grille placée positivement (200 – 400 v) attire les électrons. La majorité de ces électrons sont détectées de cette manière [5].

Le contraste de l'image observée provient essentiellement des différences de relief qui existent sur l'échantillon. Trois composants entrent en jeu [13]:

- L'effet de l'angle d'inclinaison de la surface de l'échantillon par rapport à la direction du faisceau incident : l'émission d'électrons secondaires augmente lorsque cet angle diminue.
- L'effet de pointe : l'émission secondaire est plus intense sur les pointes ou les arêtes fines.
- L'effet de l'ombrage : le détecteur placé latéralement sur le microscope ne voit pas toutes les parties de l'échantillon sous la même incidence. Les régions cachées au détecteur paraissent plus sombres.

- **Imagerie en électrons rétrodiffusés**

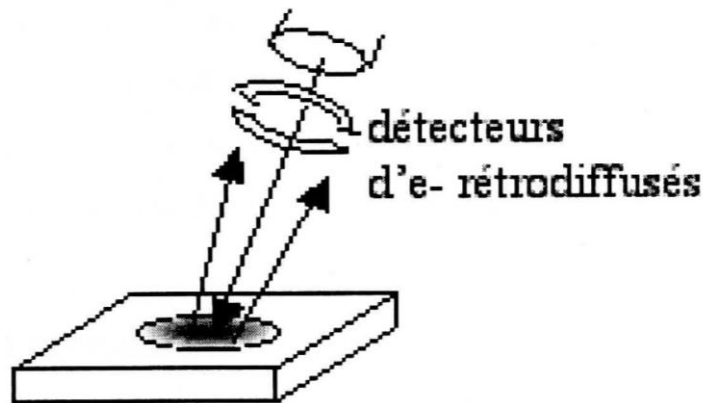


Figure II.7 : Détecteur d'électrons rétrodiffusés

Les électrons rétrodiffusés qui ont une énergie de l'ordre de grandeur de celle des électrons incidents (ils se déplacent donc en ligne droite), traversent une épaisseur importante (environ 400nm) de la matière avant de ressortir.

La qualité des électrons capturés par les atomes et donc la qualité des électrons rétrodiffusés qui ressortent dépend de la nature chimique des couches traversées. Le taux d'émission électronique augmente avec le numéro atomique.

Les détecteurs d'électrons rétrodiffusés sont placés au dessus de l'échantillon, dans l'axe du faisceau primaire, ce qui permet de récupérer le maximum de signal.[5]

#### **II.5.3.4. Spécificités du MEB**

Le MEB est très efficace pour la détection de défauts tels que trous, fissures, etc. il donne aussi accès à la microanalyse grâce à l'EDS qui lui est associé.

Le MEB environnemental dans lequel l'échantillon reste à la pression atmosphérique, est souvent utilisé pour l'analyse des surfaces isolantes.

L'avantage que représente le microscope environnemental par rapport au microscope électronique ordinaire est l'analyse des surfaces isolantes sans qu'elles soient métallisées. L'interaction électrons/matière lors de l'étude d'un échantillon en utilisant un MEB usuel conduit à des effets d'accumulation de charges à la surface, ce qui déforme le faisceau d'électrons et fausse l'analyse. On doit métalliser la surface de l'échantillon afin d'éviter l'accumulation de charge en y déposant une couche mince d'or de 10 à 30 nm d'épaisseur en général.

Le MEB environnemental couplé à une sonde d'analyse de rayons X à dispersion d'énergie (EDS) évite l'accumulation de charges à la surface de l'isolant et permet d'observer des échantillons isolants sans préparation. Il est adapté à l'étude d'échantillons biologiques d'où l'appellation « environnemental » et est équipé d'un détecteur de rayons X permettant de déterminer la composition élémentaire de la surface du solide isolant. [1]

#### **II.5.4. Spectroscopie d'électrons Auger (AES)**

La spectroscopie d'électrons Auger (AES : Auger Electron Spectroscopy) représente aujourd'hui la plus importante des méthodes d'analyse chimique de surface pour les conducteurs et les semi-conducteurs. L'effet qui porte son nom a été découvert par Pierre Auger en 1923, c'est un processus d'émissions électroniques en réponse à une excitation qui peut être d'une autre nature (photons).

La spectroscopie d'Auger peut se décomposer en trois stades :

- L'isolation d'un atome par perte d'un électron de cœur.
- L'émission de l'électron Auger.
- L'analyse des électrons Auger émis par un solide.

Ce dernier stade est un problème technique consistant à détecter les particules et les trier en fonction de leurs énergies cinétiques.

#### ***II.5.4.1. Principe***

Lors de la collision d'un électron avec un atome de la surface, un électron des niveaux de cœur est éjecté, s'ensuit une réorganisation du cortège électronique dispersé en émission d'un électron des couches externes.

Avec une énergie bien définie, chaque atome possède plusieurs transitions caractéristiques d'Auger. Un faisceau d'électrons d'énergie 1keV est envoyé à la surface puis on récupère les électrons émis ainsi que les électrons éjectés, que l'on trie en énergie. On trace donc le spectre en énergie des électrons émis (nombre d'électrons détectés en fonction de l'énergie) qui permet d'identifier les éléments présents à la surface. Tous les éléments chimiques possédant des transitions d'Auger dans cette gamme, sont détectables, dépendant des électrons primaires issus d'une collision d'un électron incident avec un atome, ayant une énergie bien définie, ainsi que les électrons secondaires qui ont subis plusieurs collisions, et qui forment un fond continu sur le spectre dominant. Un autre inconvénient de cette méthode est qu'elle a une tendance à charger les matériaux isolants.

#### ***II.5.5. Spectroscopie infrarouge(IR)***

La spectroscopie infrarouge est une méthode d'analyse structurale sensible à la nature des liaisons entre les atomes d'une molécule, et la plus efficace pour identifier les molécules organiques et non organiques par rapport à leurs propriétés vibrationnelles. Le moyen infrarouge est très riche en informations sur les secteurs de composés examinés. De ce fait il est très utilisé pour analyser les surfaces des matériaux.

##### ***II.5.5.1. Définition***

Le rayonnement infrarouge (IR), est une onde électromagnétique de longueur d'onde comprise entre (2,5 $\mu$ m\_25 $\mu$ m). Cette bande d'onde correspond au domaine de l'énergie de vibration des molécules. L'infrarouge est associé à la chaleur, car à température ambiante ordinaire les corps (objets) émettent spontanément des radiations dans ce domaine. Les rayons infrarouges sont composés de trois régions : infrarouge proche, moyen et lointain.



### ***II.5.5.2. Source de rayonnement infrarouge(IR)***

Tous les corps émettent de l'IR dans des proportions plus ou moins importantes suivant leurs températures. Parmi les sources de l'IR, on peut citer : la terre, le soleil, le corps humain, les sources d'éclairage et les sources de signaux (les diodes émettrices de l'IR).

### ***II.5.5.3. Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (IRTF)***

Cette méthode est basée sur l'absorption d'un rayonnement(IR) par le matériau analysé, si l'énergie portée par le faisceau lumineux est voisine de celle de vibration des molécules, ce qui entraînera une diminution de l'intensité réfléchie ou transmise. La position des bandes d'absorption dépendra en particulier de la différence d'électronégativité des atomes et leurs masses. Par conséquent, à un matériau de composition chimique et de structure donnée va correspondre un ensemble de bandes d'absorption caractéristiques permettant de l'identifier.

#### ***II.5.5.3.Principe***

L'analyse s'effectue à l'aide d'un spectromètre à transformée de Fourier qui envoie sur l'échantillon un rayonnement (IR), et mesure les longueurs d'onde auxquelles le matériau absorbe, et les intensités d'absorption.

Le faisceau infrarouge provenant de la source est dirigé vers l'interféromètre de Michelson qui module chaque longueurs d'onde du faisceau à une fréquence différente. Dans l'interféromètre le faisceau lumineux arrive sur la séparatrice constituée d'un film semi transparent de germanium déposé sur une lame de KBr. Ce dispositif permet de générer deux faisceaux dont l'un se dirige vers le miroir fixe, et l'autre passe à travers la séparatrice et se dirige vers le miroir mobile. Quand les deux faisceaux se recombinent, des interférences destructives ou constructives apparaissent en fonction de la position du miroir mobile. Le faisceau modulé est alors réfléchi des deux miroirs vers l'échantillon où des absorptions interviennent. Le faisceau arrive ensuite sur le détecteur pour être transformé en signal électrique. Ce signal apparaît comme un interférogramme, c'est-à-dire une signature de l'intensité en fonction de la position du miroir.

Cet interférogramme, qui est la somme de toutes les fréquences du faisceau, est ensuite converti en un spectre infrarouge par une opération mathématique appelée transformée de Fourier.

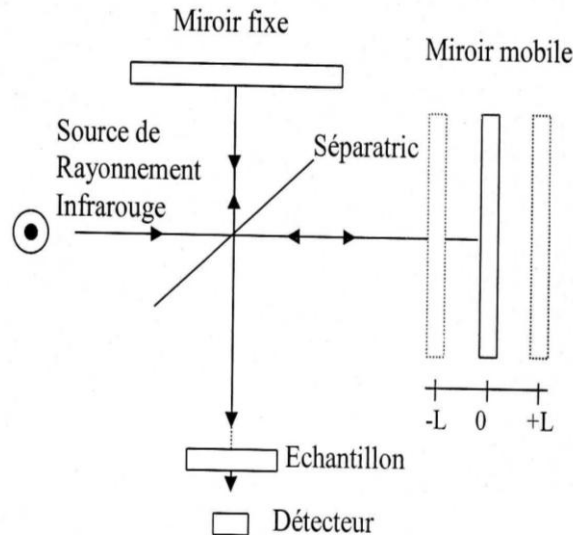


Figure II.8 : schéma d'un interféromètre de Michelson [3].

#### II.5.5.3.2. Application [5]

Les rayonnements infrarouges sont utilisés dans de nombreux domaines, dont on cite:

- Pyrométrie optique.
- Thermographie.
- Photographie infrarouge.
- Chauffage, séchage et cuisson.
- Transmission à l'air libre.
- Télécommunication.

La spectroscopie IRTF peut être inutilisable dans les couches ultraminces ( $<500 \text{ \AA}$ ), et pour cela on utilise une méthode de réflectivité différentielle qu'est la spectroscopie infrarouge de réflexion à absorption par modulation de polarisation.

#### II.5.5.4. Spectroscopie infrarouge de réflexion à absorption par modulation de polarisation PM-IRRAS [5]

Le dispositif expérimental de cette technique est constitué d'un spectromètre IRTF Nicolet /850 et du montage optique de modulation de polarisation implanté à l'extérieur du spectromètre (figure II.10).

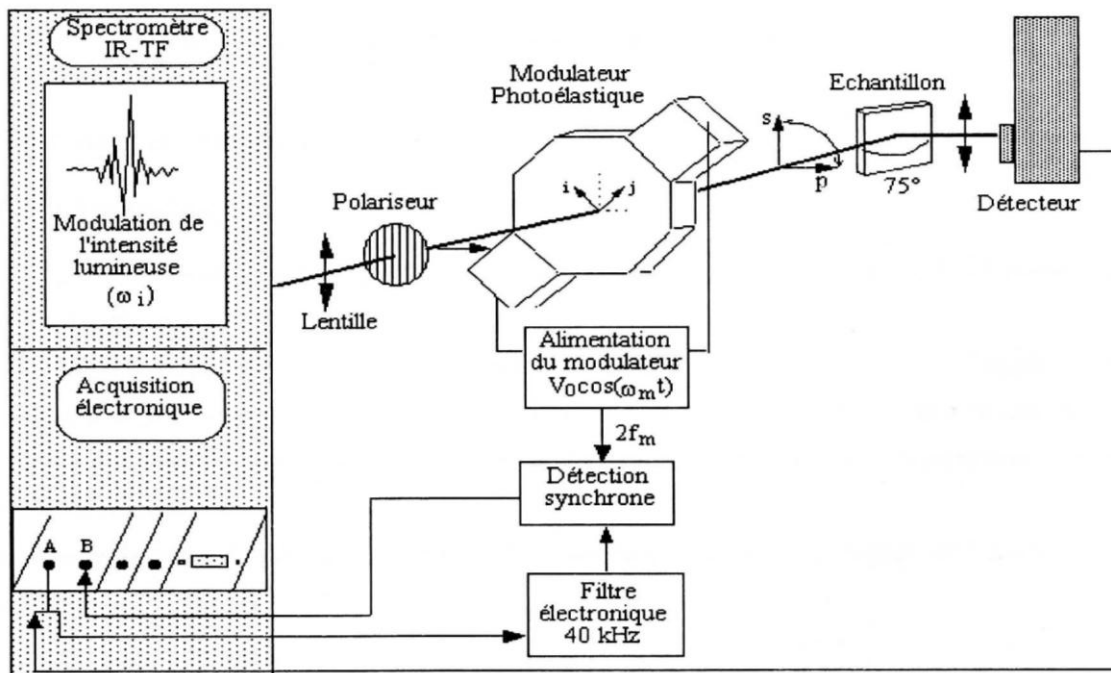


Figure II.9 : schéma du montage optique en PM-IRRAS.

##### II.5.5.4.1. Application

La PM-IRRAS peut être utilisée dans différents secteurs, dont on trouve :

- La micro électronique.
- L'optique.
- L'informatique.
- Les bâtiments.
- La métallurgie.
- L'aéronautique.
- L'automobile.
- La biotechnologie.

Cette méthode peut être appliquée sur les couches minces organiques ou inorganiques déposées sur des substrats diélectriques, semi conducteurs ou métalliques : polymères (cristaux, liquides, oxydes).

### II.5.6. Spectroscopie ultra violet(UV) [14]

L'objectif des spectroscopies optiques est d'obtenir des informations sur la matière à partir de son interaction avec le rayonnement. Selon la fréquence du rayonnement incident (c'est-à-dire son énergie), typiquement l'ultraviolet (UV), le visible ou l'infrarouge (IR), l'interaction matière-rayonnement concerne divers types de niveaux d'énergie de la matière. Le type d'information obtenu dépend de la sensibilité de l'appareillage et de la nature de l'échantillon. En pratique, l'analyse peut être qualitative : l'identification d'un composé est recherchée à partir de sa signature spectrale qui dépend des niveaux d'énergie sondés par le rayonnement.

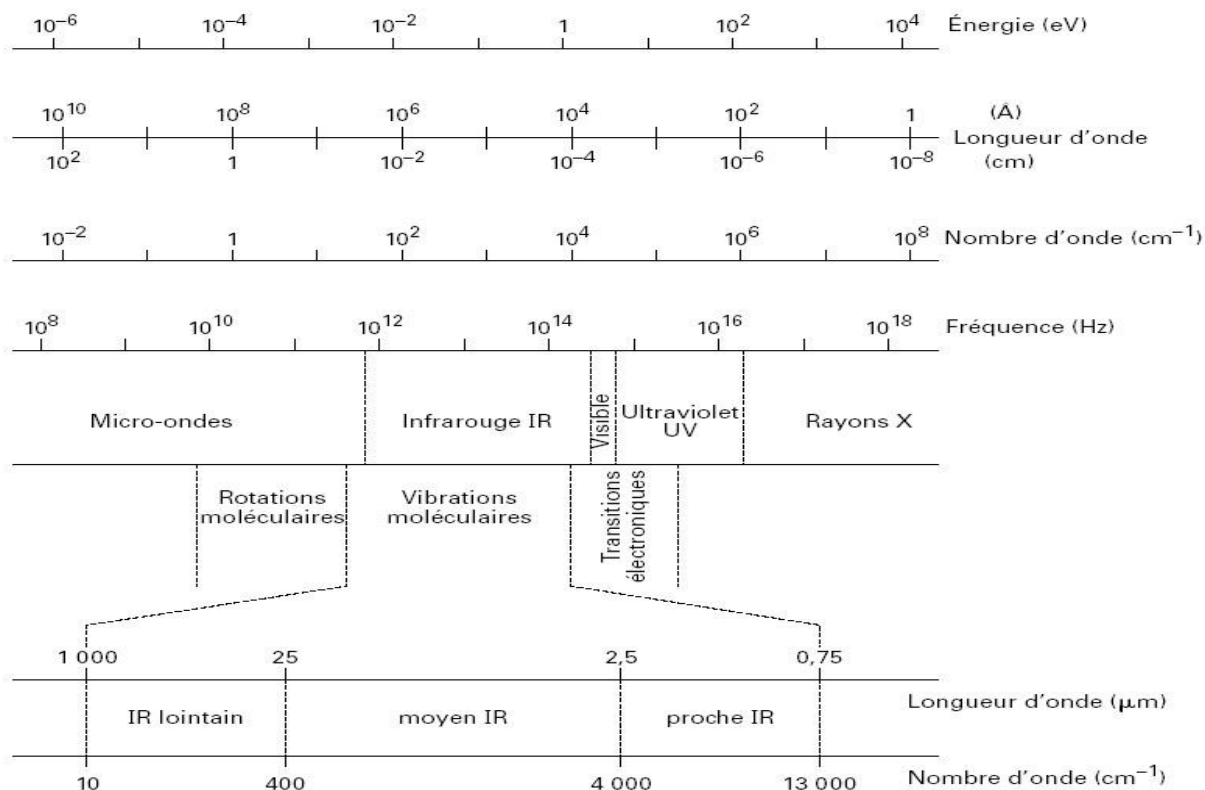


Figure II.10 : Les divers domaines spectraux du rayonnement électromagnétique

La spectroscopie UV/Visible/proche infrarouge concerne un large domaine optique [200 - 2500] nm. Elle met en jeu les transitions électroniques au voisinage du niveau de Fermi entre les premiers niveaux occupés, la bande de valence et la bande de conduction ; elle se rapporte donc à l'intérieur de l'atome. Dans le cas de composés propres aux métaux de transition, le passage d'un niveau fondamental à un niveau excité d'une orbitale 3d incomplète est alors

observable. De même, les transferts de charge métal-oxygène sont mis en évidence lorsque ces composés sont des oxydes.

Les spectres de réflexion diffus ou totale sont enregistrés entre 200 et 2500 nm par un spectrophotomètre Perkin-Elmer *Lambda 9*. L'évaluation de l'épaisseur nécessite l'observation et la reconnaissance des franges d'interférence dans le domaine spectroscopique considéré. Pour des épaisseurs comprises entre 10 nm et 5 µm, ces franges sont présentes dans les plages de longueur d'onde propres aux spectroscopies UV-Vis-PIR ou IRTF. Cette évaluation suppose que le film ou la couche d'oxydes puisse s'apparenter à une lame à face parallèle disposée sur la surface du métal. Ces franges résultent alors de l'interférence optique entre 2 faisceaux, l'un issu d'une réflexion à l'interface air-oxydes, l'autre à l'interface oxydes-substrat. La nature et la position de chacune d'elles dépendent de la différence de marche optique ( $d$ ) entre ces 2 faisceaux. L'épaisseur ( $e$ ) est déduite de l'Équation suivante :

$$d \approx 2 \times n \times e \quad (\text{Equation II.2})$$

Où :  $n$  est l'indice de réfraction du milieu.

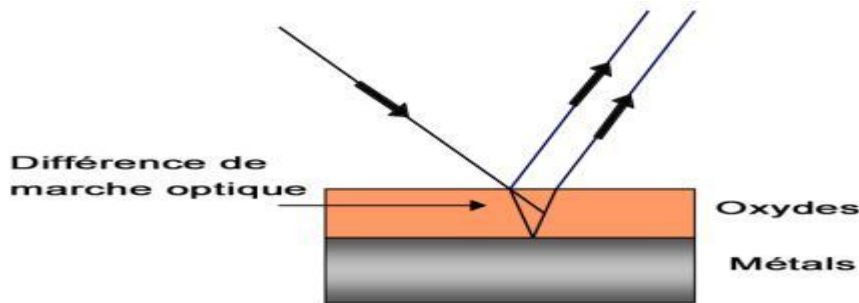


Figure II.11 : Différence de marche optique en spectroscopie interférométrique.

Les interférences sont soit constructives si les deux optiques sont en phase, soit destructives dans le cas contraire. La différence de marche est alors, selon la configuration envisagée, donnée par les équations (II.3) et (II.4), où :

$\lambda$  : est la longueur d'onde relative à la position de la frange.

$k$  : est l'entier naturel qui définit son ordre.

Cette relation montre que la première frange est naturellement destructive. L'équation (II.5) est alors fréquemment utilisée.

$$e = \frac{k \times \lambda}{2 \times n} \quad (\text{Equation II.3})$$

$$e = \frac{(k + \frac{1}{2}) \times \lambda}{2 \times n} \quad (\text{Equation II.4})$$

$$e = \frac{\lambda}{4 \times n} \quad (\text{Equation II.5})$$

Cette méthode est cependant fortement conditionnée par les rugosités de la couche d'oxyde et de l'interface métal-oxydes. De plus, l'indice de réfraction ( $n$ ), souvent estimé à partir de données de la littérature, constitue un facteur supplémentaire d'incertitude.

### II.5.7. Spectroscopie de photoélectrons X (XPS)

La spectroscopie de photoélectrons XPS (x-ray Photoelectron Spectroscopy) appelée aussi ESCA (Electron for Chemical Analysis) est basée sur la mesure de l'énergie de liaison des électrons par effet photoélectrique suite au bombardement de la surface par des rayons x.

L'intérêt de cette technique résulte de la possibilité de déterminer quantitativement la liaison des atomes et leurs degrés d'oxydation.

Sa sensibilité de surface découle des faibles valeurs de libre parcours moyens de photoélectrons, qui sont de ce fait porteurs d'informations analytiques avec une sensibilité de moins de 1% d'une monocouche.

L'XPS est l'un des outils principaux quantitatifs de surface, en raison de l'information sur la nature des liaisons chimiques que l'on peut tirer.

#### II.5.7.1. Principe

Cette technique est fondée sur l'interaction de la matière avec un photon X mono énergétique, qui peut disparaître par la suite en donnant naissance à un ion et un électron, appelé photoélectron (figure II.13).

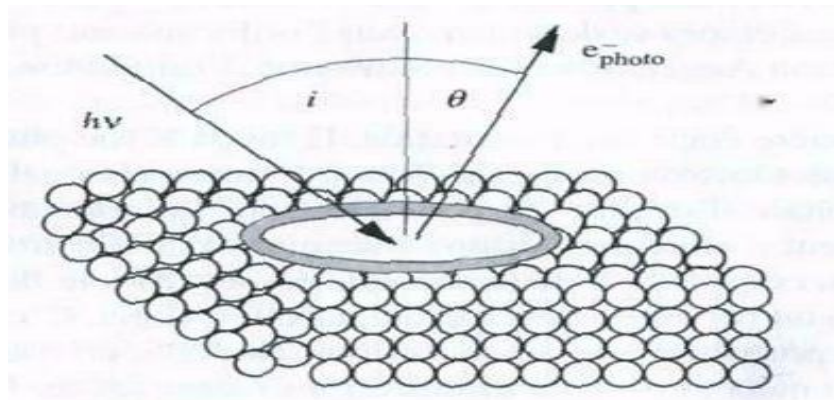


Figure II.12 : Principe de l'analyse XPS.

L'atténuation d'un faisceau de photons dans un solide se traduit par la loi suivante :

$$I(x) = I_0 e^{-N_v \sigma_{nl} x} \quad (\text{Equation II.6})$$

Où:  $N_v$  : est le nombre par unité de volume.

$\sigma_{nl}$ : est la section efficace de photo ionisation.

$x$  : est l'épaisseur traversée.

La section efficace peut être exprimée par la relation suivante :

$$\sigma_{nl} = \frac{7,45 \cdot 10^{-2}}{h\nu} \left[ \frac{h\nu}{E_b^{nl}} \right]^{5/2} \quad (\text{Equation II.7})$$

La section efficace devient résonante si  $h\nu = E_b^{nl}$

Les niveaux électroniques qui seront préférentiellement ionisés sont ceux qui ont leur énergie de liaison la plus proche de l'énergie excitatrice. Comme l'énergie de liaison est proportionnelle au numéro atomique  $Z$ , la photo ionisation aura une meilleure efficacité pour les atomes ayant un numéro atomique  $Z$  grand. Les photoélectrons émis dans le vide, sont caractérisés par leurs vecteurs d'onde et leurs énergies cinétiques. La direction d'éjection n'est importante que s'il s'agit d'un échantillon monocristallin, par contre si l'échantillon est polycristallin ou non cristallin seule l'information énergétique est importante.

Les électrons étant absorbés par la matière selon une loi exponentielle, 95% du signal photo électronique provient d'une épaisseur analysée de l'ordre de  $3 \cdot \lambda \cdot \sin\theta$ . Où :  $\theta$  est l'angle d'éjection du photoélectron par rapport à la surface de l'échantillon.  $\lambda$  : est le libre parcours moyen des photoélectrons produits (3nm à 5nm). L'XPS est donc une technique permettant d'analyser les couches superficielles d'un solide. L'analyse d'un spectre en énergie cinétique permet aussi d'accéder directement aux énergies de liaison des photoélectrons.

$$E_b^{nl} = h\nu - E_c \quad (\text{Equation II.8})$$

L'obtention d'un spectre XPS est basée sur l'enregistrement de courbes  $N=f(E)$  représentant la variation du nombre de photoélectrons émis en fonction de leurs énergies cinétiques.

Les pics XPS sont caractérisés par :

- Leur positions en énergie (tableau II.3). Elle permet d'identifier les éléments constituant l'échantillon, de déterminer l'état d'oxydation et les espèces chimiques par mesure du déplacement chimique.
- Leur largeur et mi hauteur qui dépend de leur longueur naturelle, de paramètres instrumentaux et de l'état chimique de l'espèce étudiée.
- Leur intensité lie au nombre de photoélectrons reçu.

L'analyse XPS d'un échantillon commence toujours par l'obtention d'un spectre général permettant d'identifier tous les éléments présents. Les régions correspondantes aux éléments intéressants font l'objet d'une acquisition de spectre en haute résolution.

| Eléments                             | Pics       | Energie de liaison (eV) | Ecart entre $2p^{1/2}$ et $2p^{3/2}$ |
|--------------------------------------|------------|-------------------------|--------------------------------------|
| C (contamination)                    | 1s         | 284,5                   |                                      |
| Carbure                              | 1s         | 281-283                 |                                      |
| O                                    | 1s         | 531,0                   |                                      |
| Ti                                   | $2p^{3/2}$ | 454,1                   | 6,17                                 |
| Ti (TiO <sub>2</sub> )               | $2p^{3/2}$ | 458,8                   | 5,54                                 |
| TiO                                  | $2p^{3/2}$ | 455,0                   |                                      |
| Al                                   | 2p         | 72,9                    |                                      |
| Fe                                   | $2p^{3/2}$ | 707,0                   | 13,1                                 |
| Fe (Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) | $2p^{3/2}$ | 710 ,9                  | 13,6                                 |
| Cr                                   | $2p^{3/2}$ | 574,4                   | 9,2                                  |
|                                      | $2p^{3/2}$ | 576,9                   | 9,8                                  |
| Ni                                   | $2p^{3/2}$ | 852,7                   | 17,27                                |
| Ni (NiO)                             | $2p^{3/2}$ | 853,8                   | 17,49                                |
| Si (SiO <sub>2</sub> )               | 2p         | 103,3                   |                                      |

Tableau II.1 : Référence pour l'identification des pics XPS.



### II.5.8. Evaluation de l'hydrophobicité de la surface d'un matériau diélectrique

La technique développée et utilisée dans ce travail est l'évaluation de l'hydrophobicité de la surface d'un matériau diélectrique. Après avoir présenté les détails des autres techniques d'analyse de surface dans ce chapitre, nous présenterons la méthode d'évaluation de l'hydrophobicité brièvement, avant de rentrer dans les détails dans le prochain chapitre.

L'étude de l'hydrophobicité des surfaces revêt un grand intérêt aussi bien dans le domaine de l'isolation électrique que dans les applications industrielles. L'hydrophobicité de la surface d'un isolant solide est évaluée à l'aide de la mesure de l'angle de contact, qui est l'angle entre la tangente à la goutte au point de contact et la surface solide lorsqu'une goutte de liquide est déposée sur une surface solide plane (figure II.16) [1].

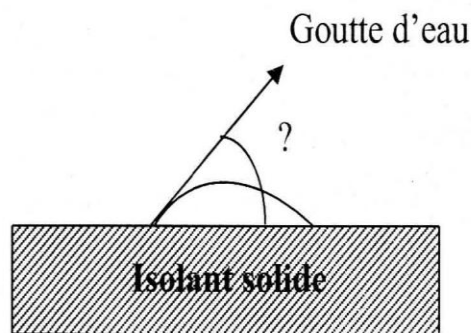


Figure II.13 : Angle de contact d'une goutte d'eau avec un isolant solide.

#### II.5.8.1. Principe [5]

La mesure de l'angle de contact nous procure trois types d'informations :

- En utilisant l'eau comme liquide, on peut déduire deux caractères :
  - Surface hydrophobe correspondant à une faible énergie de surface (grand angle de contact).
  - Surface hydrophile correspondant à une grande énergie de surface (petit angle de contact).
- La mesure de l'hystérésis entre l'angle de l'avancée et au retrait de la goutte renseigne sur la non homogénéité physique ou chimique de la surface.
- Si on utilise plusieurs liquides de références différents, on peut accéder à l'énergie libre de la surface tout en discriminant les composantes polaires ou apolaires de cette énergie.

## **II.6. Conclusion**

Afin d'élucider les différents phénomènes qui se produisent à la surface des isolants solides (porcelaine, verre, polymères,...etc) utilisés dans les systèmes d'isolation électrique, nous avons étudiés dans ce chapitre les principales techniques de caractérisation de surface (MEB, MET, AFM, XPS, FTIR,...). Ces méthodes nous permettent d'obtenir des informations sur l'état de surface de des matériaux et leurs diverses propriétés. Pour évaluer leur hydrophobicité qui est dépendante de leurs caractéristiques physicochimiques et qu'on traitera en détail dans le prochain chapitre, on fait appel à la mesure de l'angle de contact à l'aide d'un goniomètre.

### **III.1. Introduction**

L'étude des interfaces entre solide, liquide et gaz d'un point de vue statique et dynamique est un domaine très large. L'imperméabilité de nos vêtements, l'adhérence des peintures, l'impression des imprimantes à jet d'encre, l'écoulement de la pluie sur les pare brises des voitures, l'infiltration de l'eau dans nos murs de maison sont autant de domaines de notre vie quotidienne où intervient le mouillage [12].

L'hydrophobicité de la surface des matériaux isolants en présence de pollution et d'humidité est l'une de leurs propriétés les plus importantes. Une surface hydrophobe est définie comme étant une surface sur laquelle l'eau forme des gouttes individuelles plutôt qu'un film d'eau continu. Cette propriété est particulièrement intéressante pour l'isolation d'extérieur (en plein air) qui est la plus exposée aux diverses contraintes. Par conséquent, une surface pouvant maintenir un haut niveau d'hydrophobicité aura, en présence d'humidité, des courants de fuite faibles ce qui entraîne la réduction des arcs superficielles induisant ainsi de meilleures performances électriques et une longue vie de l'isolation [17,18].

En général, les isolateurs en polymère présentent l'avantage, par rapport à ceux en porcelaine et en verre, d'avoir une mouillabilité faible ce qui limite leur pollution. Grâce à cette propriété, la pollution se dissolvant dans l'eau de pluie ou l'humidité va présenter une discontinuité à la surface de l'isolant et les courants de fuite seront limités. Cependant, la formation éventuelle de gouttes d'eau à la surface de l'isolant peut favoriser l'apparition de décharges couronnes locales par renforcement du champ électrique à la triple jonction solide/goutte d'eau/air. Sous l'action de ces décharges, l'hydrophobicité de la surface sera réduite, la surface adsorbera plus d'humidité, le phénomène d'effet couronne s'accroîtra et une dégradation superficielle progressive du solide peut se produire [1].

La mesure de l'angle de contact d'une goutte d'eau déposée sur une surface solide plane est la manière la plus simple pour quantifier l'hydrophobicité [17].

### **III.2. Mesure de l'angle de contact**

La mesure de l'angle de contact rend compte de l'aptitude d'un liquide à s'étaler sur une surface solide plane et dépend des interactions entre le solide et le liquide. La méthode consiste à mesurer l'angle de la tangente au profil d'une goutte déposée sur le substrat avec la surface du substrat. Elle permet de calculer l'énergie de surface du liquide ou du solide.

La mesure de l'angle de contact permet d'accéder à l'énergie libre de surface. Elle permet aussi la discrimination de la nature polaire et apolaire des interactions solide/liquide, on peut ainsi déduire le caractère hydrophile, ou hydrophobe d'une surface [21].

#### **III.2.1. Energie libre d'une surface et tension de surface**

##### **III.2.1.1. Energie de surface**

Les molécules d'une phase condensée (liquide/solide) sont en effet soumises à des forces cohésives avec leurs voisines. Créer une interface revient donc à perdre une partie de cette énergie de cohésion. Cette énergie à payer est l'énergie de surface  $E_s$ , elle est proportionnelle à l'aire de l'interface  $A$  et à un coefficient de proportionnalité  $\gamma$  dénommé tension de surface :

$$E_s = A \cdot \gamma \quad \text{(Equation III.1)}$$

La tension de surface est une propriété de la surface d'un liquide qui lui permet de résister à une force externe, et qui est due à la cohésion des molécules similaires et responsable de la plupart des comportements des liquides.

Elle est donnée en  $[N/m]$  ou  $[J/m^2]$  [23].

La combinaison de la tension de surface d'un liquide et de l'énergie libre de la surface d'un solide génère un angle de contact. Le mouillage total est obtenu lorsque l'énergie de surface est égale ou supérieure à la tension de surface, c'est-à-dire le pouvoir de l'hydrophobicité est nul [22].

##### **III.2.1.2. Calcul de l'énergie de surface**

L'analyse de surface par la technique de l'angle de contact consiste alors à trouver l'énergie de surface du solide  $\gamma$  ou de ces composantes à partir de la mesure de l'angle de contact de différents liquides dont l'énergie de surface  $\gamma$  ou ces composantes sont connues[ 22].

La forme d'une goutte à la surface d'un solide est régit par 3 paramètres :

- La tension interfaciale solide-liquide  $\gamma_{SL}$ .
- La tension interfaciale solide-vapeur  $\gamma_{SV}$ .
- La tension interfaciale liquide-vapeur  $\gamma_{LV}$ .

Ces trois grandeurs sont reliées par l'équation de Young :

$$-\gamma_{SV} + \gamma_{SL} + \gamma_{LV} \cdot \cos \theta = 0 \quad (\text{Equation III.2})$$

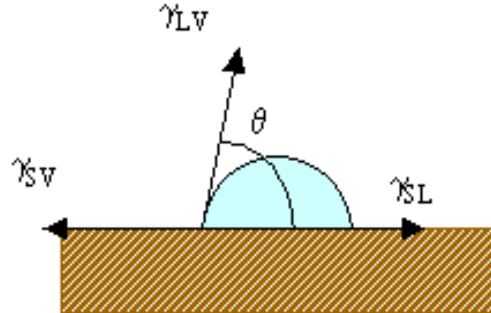


Figure III.1: Formation d'un angle de contact sur une surface solide d'après Young [22].

Seules  $\gamma_{LV}$  et  $\theta$  sont mesurables. Par conséquent, il est nécessaire d'avoir des relations supplémentaires pour estimer les inconnues  $\gamma_{SL}$  et  $\gamma_{SV}$ . Plusieurs modèles ont été développés pour déterminer ces inconnues.

### III.2.1.2.1. Modèle de Neumann

Dans ce modèle on ne distingue pas les différentes composantes de l'énergie de surface et on n'essaie pas non plus de les relier aux propriétés physico-chimiques du matériau.

L'équation reliant les composantes à l'angle de contact s'écrit :

$$\cos \theta \gamma_{SL} = \frac{(0.015\gamma_S - 2)\sqrt{\gamma_S\gamma_L} + \gamma_L}{\gamma_L(0.015\sqrt{\gamma_S\gamma_L} - 1)} \quad (\text{Equation III.3})$$

L'utilisation de cette équation doit être limitée à des systèmes qui ne sont pas trop polaires et aux valeurs obtenues avec un même liquide.

### III.2.1.2.2. Modèle d'Owens et Wendt

Dans le modèle d'Owens et Wendt on considère que l'énergie de surface s'exprime sous la forme :

$$\gamma_S = \gamma_s^d + \gamma^{nd} \quad (\text{Equation III.4})$$

Tel que :

$\gamma_S^d$  : Composante dispersive.

$\gamma_S$  : Composante non-dispersive.

L'équation reliant les composantes à l'angle de contact s'écrit alors :

$$\gamma_L(1 + \cos \theta) = 2\sqrt{\gamma_s^d} \sqrt{\gamma_L^d} + 2\sqrt{\gamma_S^P} \sqrt{\gamma_L^P} \quad (\text{Equation III.5})$$

Dans ce modèle on a besoin de deux liquides différents pour obtenir l'énergie de surface l'un des deux étant totalement apolaire. Toutefois une approximation est faite sur le terme non dispersif (polaire) en considérant qu'il est la moyenne géométrique de  $\gamma_S^{nd}$  et de  $\gamma_L^{nd}$ . Cette approximation ne permet pas de rendre compte du comportement des polymères polaires en milieu aqueux.

### III.2.1.2.3. Modèle de Good Van Oss

Dans le modèle de Good Van Oss, l'énergie de surface s'écrit :

$$\gamma_s = \gamma_S^d + 2\sqrt{\gamma_L^+} \sqrt{\gamma_L^-} \quad (\text{Equation III.6})$$

Avec :

$\gamma_S^d$  : Composante dispersive.

$\gamma_S^+, \gamma_S^-$  : Composantes polaires positive et négative (base et acide de Lewis)

La relation entre les composantes de l'énergie de surface du solide, celles du liquide et l'angle de contact de la goutte s'écrit :

$$\gamma_L(1 + \cos \theta) = 2(\sqrt{\gamma_L^d \gamma_L^d} + \sqrt{\gamma_S^+ \gamma_L^-} + \sqrt{\gamma_L^+ \gamma_S^-}) \quad (\text{Equation III.7})$$

Pour résoudre cette équation, c'est à dire déterminer les composantes dispersives  $\gamma_L^d$  acide  $\gamma_S^+$  et basique  $\gamma_S^-$  du solide, il faut mesurer l'angle de contact d'au moins trois liquides sur le solide, dont au moins deux doivent avoir des composantes acide et basique connues. De plus, au moins un des liquides doit posséder des composantes basique et acide égales.

Généralement l'eau est utilisée dans ce but étant donné qu'elle sert de point neutre sur l'échelle de LEWIS.

#### III.2.1.2.4. Modèle de Zisman

Dans ce modèle l'énergie de surface d'un solide est déterminée en utilisant la tension de surface critique d'un liquide. Cette méthode basée sur une variante de la méthode d'Antonow, elle s'appuie sur la considération suivante :

Un liquide mouille complètement un solide à condition que l'énergie de cohésion pour la formation de l'énergie de surface du liquide  $\gamma_L$  soit inférieure à l'énergie de cohésion nécessaire à la formation de l'interface avec le solide  $\gamma_{SL}$  et la différence entre les deux grandeurs est le coefficient de l'étalement  $S_{L/S}$

$S_{L/S} > 0$  : le solide est complètement mouillé.

$S_{L/S} < 0$  : le solide est partiellement mouillé.

Par ailleurs, la relation suivante permet de relier l'énergie de cohésion  $\gamma_{SL}$  à l'angle de contact  $\theta$  mesuré et la tension de surface.

$$\gamma_{SL} = \delta_L (1 + \cos \theta) \quad \text{(Equation III.8)}$$

Avec :

$\delta_L$  : Tension de surface

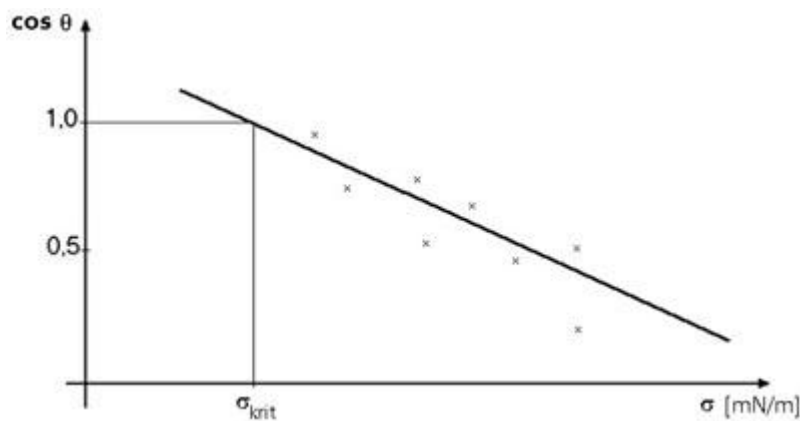


Figure III.2: Détermination de la tension de surface critique d'après ZISMAN.

### **III.3. Analyseur de l'angle de contact (goniomètre)**

L'appareil de mesure (goniomètre) est montré sur la figure suivante :

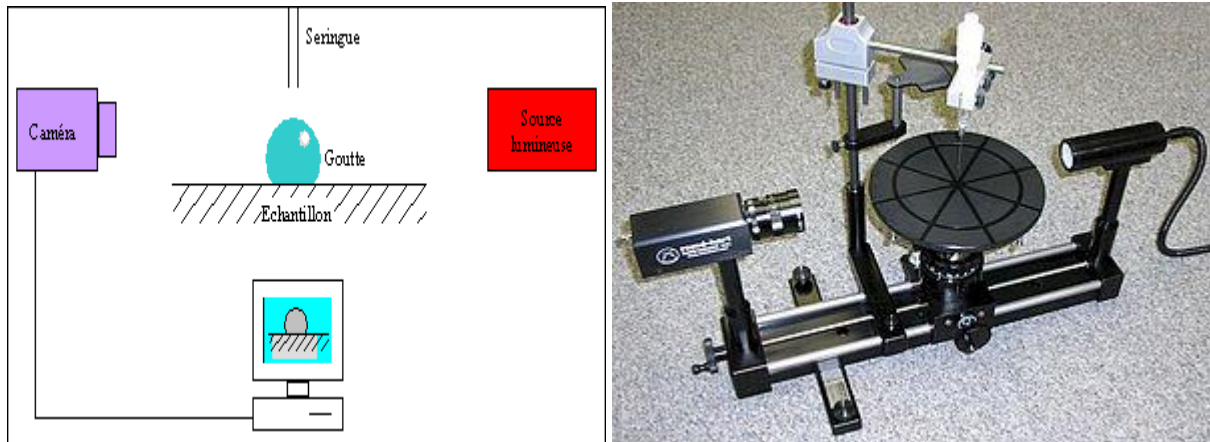


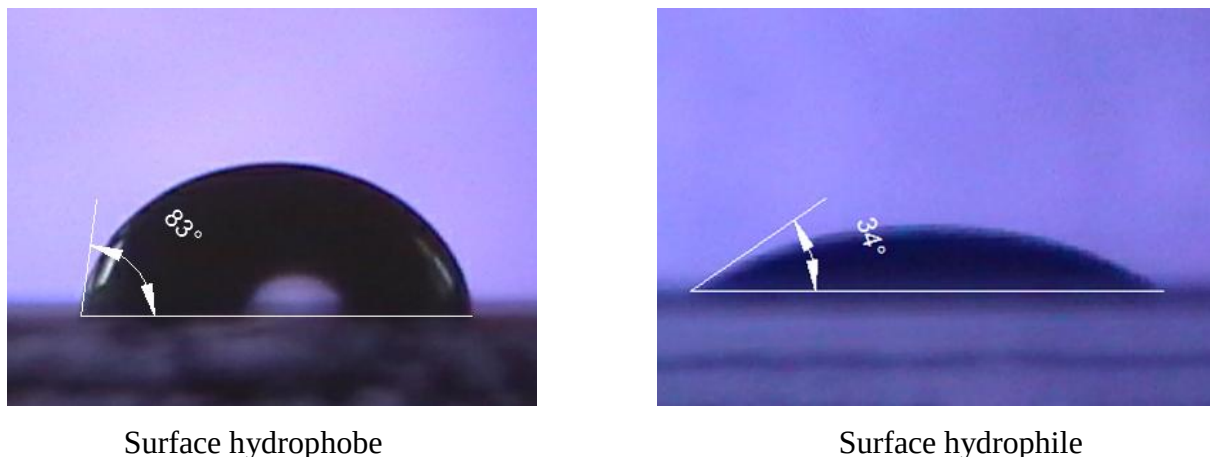
Figure III.4 : Installation de mesure de l'angle de contact (goniomètre).

#### **III.3.1. Principe**

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 [22].

Des exemples de différents types des gouttes obtenues sont montrés sur la Figure suivante :



Surface hydrophobe

Surface hydrophile

Figure III.5 : Evolution de l'angle de contact de l'eau en fonction de l'hydrophobicité.



La mesure de l'angle de contact offre trois types d'informations [23] :

1. Déterminer l'affinité d'un liquide vis-à-vis d'une surface dans le cas de l'eau, le caractère hydrophobe (grand angle de contact, faible énergie de surface).
2. On peut accéder à l'énergie de surface si on utilise plusieurs liquides de références différentes, tout en discriminant les composants polaires et apolaires de cette énergie, on utilise le modèle de Good et Van Oss ou celui de Owens et Wendt
3. Donne des renseignements sur l'homogénéité physique (rugosité) ou chimique de la surface si on mesure l'hystérésis entre l'angle à l'avancée de la goutte et au retrait de celle-ci.

#### **III.4. Angle de contact statique**

Lors d'une mesure de l'angle de contact statique la dimension de la goutte ne varie pas au cours de la mesure. Cependant, ceci ne signifie pas pour autant que l'angle de contact demeure toujours constant, au contraire, les interactions à l'interface solide/liquide peuvent induire une variation considérable de l'angle de contact dans le temps. Suivant l'effet des interactions, l'angle peut augmenter ou diminuer avec le temps, ces interactions peuvent être dues à :

- La vaporisation du liquide.
- La migration de tensioactifs depuis la surface du solide vers celle du liquide.
- Des substances dissoutes dans la goutte migrant vers la surface (ou dans le sens opposé).
- Une dissolution ou un gonflement du solide par le liquide.
- Des réactions chimiques entre le solide et le liquide. [19]

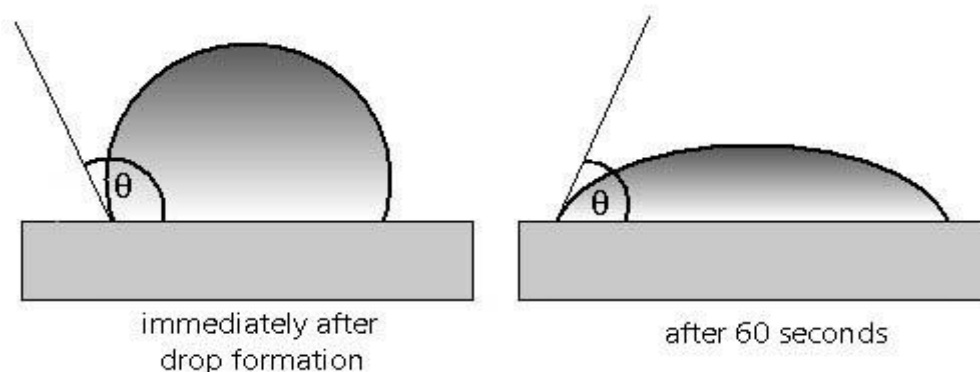


Figure III.6: Modification de l'angle de contact statique en fonction du temps [19].

### **III.5. Angle de contact dynamique**

L'angle de contact dynamique rend compte des processus aux interfaces liquide/solide durant la phase d'augmentation du volume (angle à l'avancée) ou de diminution du volume (angle au retrait) de la goutte, ces processus sont ceux du mouillage ou de dé mouillage du liquide sur le solide [19].

### **III.6. Angle d'avancée et de reculée**

Les surfaces hétérogènes, c'est-à-dire rugueuses et/ou comportant des hétérogénéités chimiques, sont caractérisées par l'hystérésis de l'angle de contact, seul l'angle d'avancée  $\theta_a$  et l'angle de retrait (recule)  $\theta_r$  sont des paramètres intrinsèques de la surface.

#### **III.6.1. Angle à l'avancée**

Au cours de la mesure de l'angle de contact à l'avancée, l'extrémité de l'aiguille de la seringue de dosage est immergée dans la goutte tout le long de la mesure. En pratique, une goutte de volume d'environ 3 à 5 microlitre, est formée sur la surface du solide, puis son volume est lentement augmenté.

Au début de la mesure, l'angle de contact n'est pas indépendant de la taille de la goutte à cause de l'adhésion de l'aiguille. À partir d'une taille donnée de la goutte l'angle de contact demeure constant, c'est-à-dire dans un intervalle dont l'angle de contact peut être mesuré correctement [21].

L'angle d'avancée  $\theta_a$  correspond à l'angle de mesure au moment où la ligne triple commence à avancer [23].

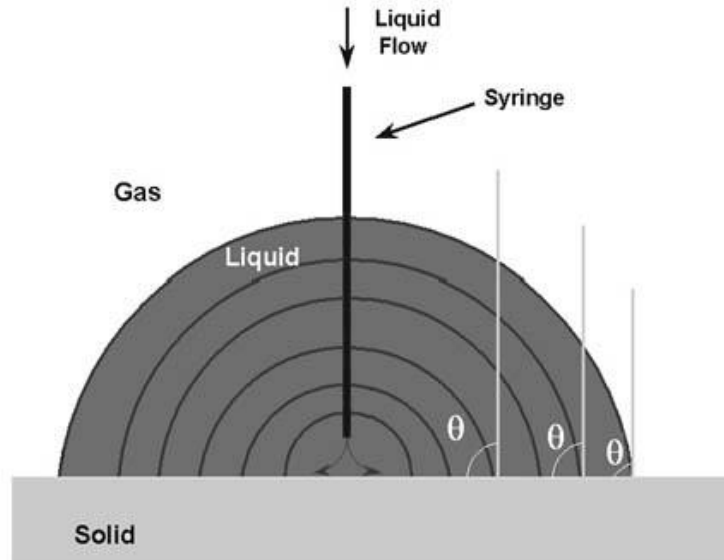


Figure III.7 : Mesure d'angle à l'avancé [21].

### III.6.2. Angle de retrait (reculée)

Au cours de la mesure d'un angle de retrait, l'angle de contact est mesuré alors que le volume du liquide de la goutte diminue, ce qui se traduit par le démouillage de la surface solide. En utilisant la différence entre l'angle de l'avancée et de retrait il est possible de déduire des informations sur la rugosité de la surface du solide ou son hétérogénéité chimique. Mais l'angle au retrait n'est pas adapté pour le calcul l'énergie de surface [21].

L'angle de retrait (reculé)  $\theta_r$  correspond à l'angle mesuré au moment où la ligne triple commence à reculer [11]

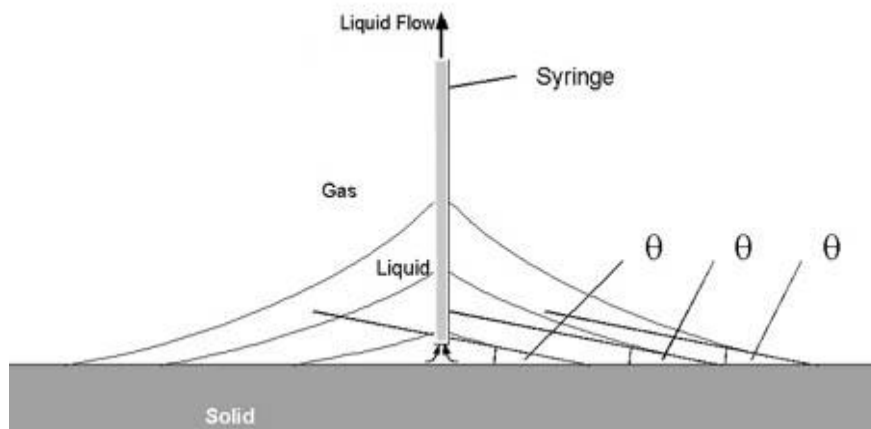


Figure III.8 : Mesure d'angle au retrait [21].

### **III.7. Hystérésis de l'angle de contact (de mouillage)**

L'angle maximum d'avancée et minimum de retrait, sont les deux valeurs caractérisant l'hystérésis de mouillage d'une surface et ce qui décrit par la suite les propriétés de mouillage et de démouillages.

Dans le cas général, l'angle de contact  $\theta$  peut prendre toutes les valeurs intermédiaires [23].

$$\theta_r < \theta < \theta_a$$

### **III.8. Autre méthode de mesure de l'angle de contact**

Une autre méthode pour évaluer l'hydrophobicité d'une surface d'un polymère qui se base sur l'utilisation du guide (92/1) de la STRI (Swedish Transsmison Research Institut), qui définit sept(7) classes de HC1 à HC7 (hydrophobicity classes), de la plus Hydrophobique (HC1) à la plus hydrophobique (HC7)[1].

Les différentes classes sont représentées dans le tableau III.1 [17] :

| HC | DESCRIPTION                                                                                                                                                                                                                 |
|----|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| 1  | Formation de gouttelettes discrètes seulement, $\theta=80^0$ ou plus grand pour la plupart des gouttelettes.                                                                                                                |
| 2  | Formation de gouttelettes discrètes seulement, $50^0 < \theta < 80^0$ pour la plupart des gouttelettes.                                                                                                                     |
| 3  | Formation de gouttelettes discrètes seulement, $20^0 < \theta < 50^0$ pour la plupart des gouttelettes, d'habitude, elles n'ont pas de longueurs circulaires.                                                               |
| 4  | Des discrètes et des traces humides de cours de l'eau sont observées ( $r=0^0$ ), les superficies sont complètement humides sont inférieures à $2\text{cm}^2$ . ensemble, elles couvrent moins de 90% de la surface testée. |
| 5  | Certaines superficies complètement humides sont supérieures à $2\text{cm}^2$ , et elles couvrent ensemble moins de 90% de la surface testée                                                                                 |
| 4  | Les superficies humides couvrent plus de 90% de la surface testée, de petites surface séchées sont encore visible.                                                                                                          |
| 7  | Un film d'eau continu est observé sur toute la surface.                                                                                                                                                                     |

Tableau III.1 : critère de classification de l'hydrophobicité (7 HC) de la STRI.

### III.9. Présentation des polymères étudiés [19]

Nous avons mené notre étude sur trois polymères qui sont le polyméthyle-méthacrylate (PMMA), le styrène acrylonitrile (SAN), et le polystyrène (PS). Ces polymères sont largement utilisés dans l'industrie du génie électrique en tant qu'isolants grâce à leurs excellentes caractéristiques diélectriques et mécaniques ainsi qu'à la facilité de leur recyclage. Les principales applications de ces polymères sont données par le tableau suivant.

Ces polymères sont des thermoplastiques ayant des caractéristiques thermomécaniques différentes. En effet, le PMMA et le SAN sont des polymères amorphes et polaires. En revanche le PS est un polymère non polaire et semi-cristallin.

| Polymère | Applications                                                                                                                                                              |
|----------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| PMMA     | <ul style="list-style-type: none"><li>- Fibres optiques</li><li>- Panneaux solaires</li><li>- Appareillage électrique et électronique</li><li>- Nano composites</li></ul> |
| SAN      | <ul style="list-style-type: none"><li>- Appareillage électrique et électronique</li></ul>                                                                                 |
| PS       | <ul style="list-style-type: none"><li>-condensateurs de puissance et pour filtres</li></ul>                                                                               |

Tableau III.2 : Principales applications des polymères (PMMA, SAN et PS).

### **III.9.1. Le poly méthyle-méthacrylate (PMMA)**

#### **III.9.1.1. Synthèse**

Le PMMA est un thermoplastique linéaire amorphe dont le monomère est le méthacrylate de méthyle (MMA). Ce polymère est connu sous son nom commercial plexiglas, mais aussi sous les noms prepex polyacrylique et lucite. Il est essentiellement produit par polymérisation radicalaire du méthyle comme le montre la figure suivante :

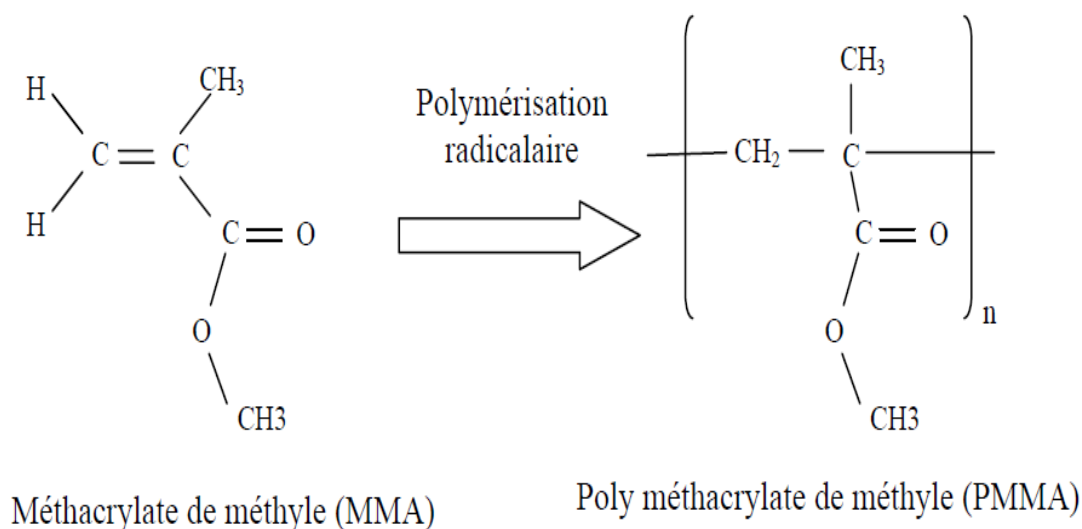


Figure III.9 : Synthèse du PMMA

Le PMMA comprend un groupe ester ( $\text{COOCH}_3$ ) et un groupe méthyle ( $\text{CH}_3$ ). La présence du groupement ester rend le polymère très polaire et son dipôle est la chaîne latérale flexible comme le montre la figure.

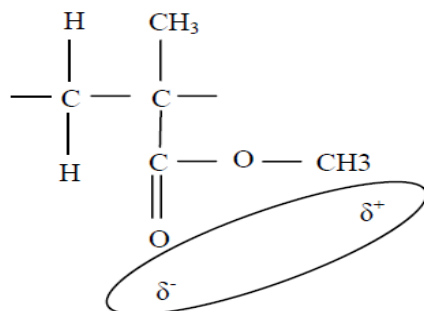


Figure III.10 : dipôle du PMMA

### III.9.1.2. Caractéristiques du PMMA

La température de transition vitreuse ( $T_g$ ) du PMMA pur est de 85.5 °C, mais peut atteindre 129.2 °C avec un ajout de dopant.

Les caractéristiques électriques du PMMA sont données par le tableau suivant :

|                                    |             |                                              |
|------------------------------------|-------------|----------------------------------------------|
| Permittivité relative $\epsilon_r$ | 50 ou 60 Hz | 3.0 à 4.0                                    |
|                                    | 1 kHz       | 3.0 à 3.5                                    |
|                                    | 1 MHz       | 2.7 à 3.2                                    |
| Angle de pertes $\text{tg}\delta$  | 50 ou 60 Hz | $4 \cdot 10^{-2}$ à $5 \cdot 10^{-2}$        |
|                                    | 1 kHz       | $3 \cdot 10^{-2}$ à $5 \cdot 10^{-2}$        |
|                                    | 1 MHz       | $2 \cdot 10^{-2}$ à $3 \cdot 10^{-2}$        |
| Rigidité diélectrique              |             | 15 à 20 kV/mm                                |
| Résistivité superficielle          |             | $10^{15}$ à $10^{16} \Omega$                 |
| Résistivité transversale           |             | $10^{15}$ à $10^{16} \Omega \cdot \text{cm}$ |

Tableau III.3 : Caractéristiques électriques du PMMA..

### III.9.2. Le polystyrène (PS)

#### III.9.2.1. Synthèse

Le polystyrène est un composé aromatique thermoplastique et amorphe. Son monomère est le styrène qui est le monomère principal des polymères styréniques. Le styrène se présente comme une molécule d'éthylène dans laquelle un atome d'hydrogène est remplacé par un anneau benzénique comme le montre la figure suivante :



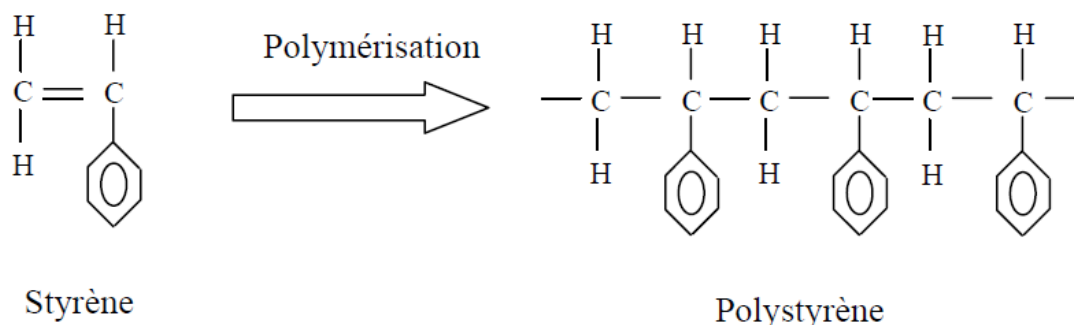


Figure III.11: Synthèse du polystyrène (PS).

La molécule du styrène est obtenue par déshydratation ou "crackage" de la molécule d'éthylbenzène obtenue par la combinaison d'éthylène avec le benzène

Des modifications du PS par copolymérisation peuvent améliorer ou apporter des propriétés particulières telles que la résistance aux chocs et une meilleure tenue thermique.

Bien qu'elle présente une grande dissymétrie à cause des anneaux benzéniques, la molécule du PS est non polaire. Ceci est dû au fait que les moments dipolaires permanents, orientés aléatoirement, sont incapables de s'aligner sous l'effet d'un champ extérieur.

Le PS est très utilisé dans la fabrication des condensateurs grâce à ses bonnes caractéristiques diélectriques (faible conductivité et faible angle de pertes) et sa thermo-rétractabilité (étirage à chaud).

### III.9.2.2. Caractéristiques du PS

Le PS a été commercialisé pour la première fois en 1930. Il présente plusieurs propriétés remarquables : dureté, rigidité et transparence ; toutefois, sa fragilité et sa basse température de ramollissement (85 °C) limitent ses usages. Pour améliorer ses propriétés, un certain nombre de polymères dérivés du styrène ont été développées.

- Le PS modifié par une phase élastomère offre une résistance améliorée (88 à 97 % de styrène)

Les principales caractéristiques du PS peuvent être représentées par le tableau suivant :

|                                                |             | PS cristal                            | PS choc                                      |
|------------------------------------------------|-------------|---------------------------------------|----------------------------------------------|
| Permittivité relative $\epsilon_r$             | 50 ou 60 Hz | 2.4 à 2.6                             | 2.4 à 4.7                                    |
|                                                | 1 kHz       | 2.4 à 2.6                             | 2.4 à 4.5                                    |
|                                                | 1 MHz       | 2.4 à 2.6                             | 2.4 à 4.8                                    |
| Angle de pertes $\text{tg}\delta$              | 50 ou 60 Hz | 2.4 à 4.7                             | $4 \cdot 10^{-4}$ à $2 \cdot 10^{-3}$        |
|                                                | 1 kHz       | 2.4 à 4.7                             | $4 \cdot 10^{-4}$ à $2 \cdot 10^{-3}$        |
|                                                | 1 MHz       | $4 \cdot 10^{-4}$ à $1 \cdot 10^{-3}$ | $4 \cdot 10^{-4}$ à $2 \cdot 10^{-3}$        |
| Rigidité diélectrique                          |             | 15 à 20 kV/mm                         |                                              |
| Résistivité superficielle                      |             | $10^{15}$ à $10^{16} \Omega$          |                                              |
| Résistivité transversale                       |             | $10^{17} \Omega \cdot \text{cm}$      | $10^{16}$ à $10^{17} \Omega \cdot \text{cm}$ |
| Température de fusion                          |             | 150 à 170 °C                          |                                              |
| Température de transition vitreuse $\text{tg}$ |             | 80°C                                  |                                              |
| Température de ramollissement                  |             | 70 à 105 °C                           |                                              |
| Température de début de dégradation            |             | 350 °C                                |                                              |
| Absorption d'eau (%)                           |             | 0.4 à 0.7                             | 0.4 à 0.7                                    |

Tableau III.4 : Caractéristiques du PS

### III.9.3. Styrène acrylonitrile (SAN)

#### III.9.3.1. Synthèse

Le styrène acrylonitrile (SAN) est un thermoplastique amorphe faisant partie de la famille des polymères styréniques avec le PS et l'ABS. Il est développé pour améliorer les résistances chimique et thermique du PS. Il est commercialisé pour la première fois en 1940. Le SAN est composé du styrène et de l'acrylonitrile comme le montre la figure suivante. Généralement il contient 70 à 80 % du styrène et entre 20 et 30 % d'acrylonitrile.

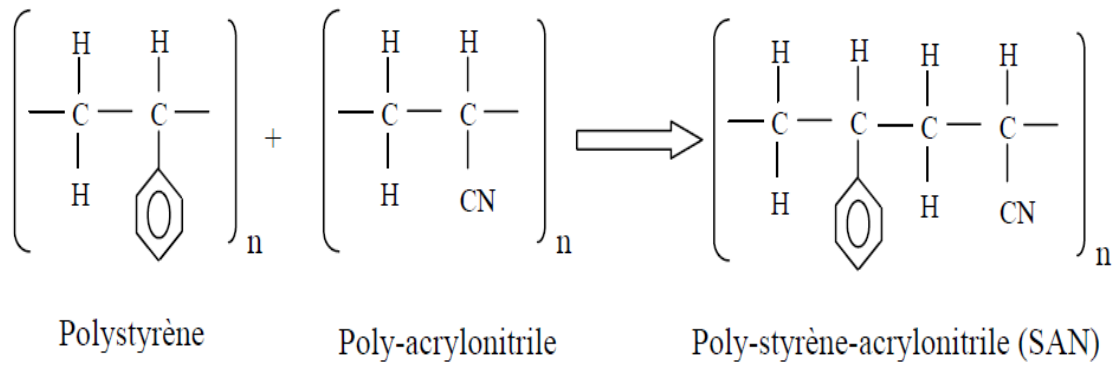


Figure III.12: Synthèse du copolymère styrène-acrylonitrile (SAN).

### III.9.3.2. Caractéristiques du SAN

Les principales caractéristiques du SAN sont regroupées dans le tableau suivant :

|                                                |             | SAN                              |
|------------------------------------------------|-------------|----------------------------------|
| Permittivité relative $\epsilon_r$             | 50 ou 60 Hz | 3                                |
|                                                | 1 kHz       | 3                                |
|                                                | 1 MHz       | 2.4 à 2.6                        |
| Angle de pertes $\text{tg}\delta$              | 50 ou 60 Hz | $1.10^{-4}$ à $5.10^{-4}$        |
|                                                | 1 kHz       | 0.01                             |
|                                                | 1 MHz       | $4.10^{-4}$ à $1.10^{-3}$        |
| Rigidité diélectrique                          |             | 25 à 34 kV/mm                    |
| Résistivité transversale                       |             | $10^{16} \Omega \cdot \text{cm}$ |
| Température de fusion                          |             | 220 à 70 °C                      |
| Température de transition vitreuse $\text{tg}$ |             | 110 °C                           |
| Température de ramollissement                  |             | 110 °C                           |
| Absorption d'eau %                             |             | 0.25                             |

Tableau III.5 : Caractéristiques du SAN

### **III.10. Partie expérimentale**

Cette partie est consacrée aux expériences effectuées au niveau du laboratoire de haute tension du département d'électrotechnique de l'université MOULOUD MAMMERI de TIZI-OUZOU.

Le but de nos expériences est de montrer l'influence de la décharge électrique (vieillissement électrique) sur l'hydrophobicité de la surface d'un isolant solide.

#### **III.10.1. Description du dispositif expérimental**

Afin d'effectuer nos tests, nous avons construits le dispositif de la figure III.13 qui comprend :

- un support sur lequel on a placé horizontalement une source lumineuse (torche),
- un porte échantillon,
- une caméra numérique (Panasonic. SDR-S50. 78× ENHANCED OPTICAL ZOOM) liée à un ordinateur.
- Entre la caméra et la torche, on place une seringue verticalement.

Les tests consistent à déposer une goutte d'environ  $4\mu\text{l}$  d'eau distillée, à l'aide d'une seringue sur l'échantillon qu'on doit analyser (PMMA, PS, et SAN) et on prend des photos pour chacun d'eux, dans le but de mesurer leurs angles de contact qui se fait par ordinateur à l'aide du logiciel Auto CAD architecture. Il s'agit d'une procédure conforme au principe de fonctionnement d'un goniomètre.

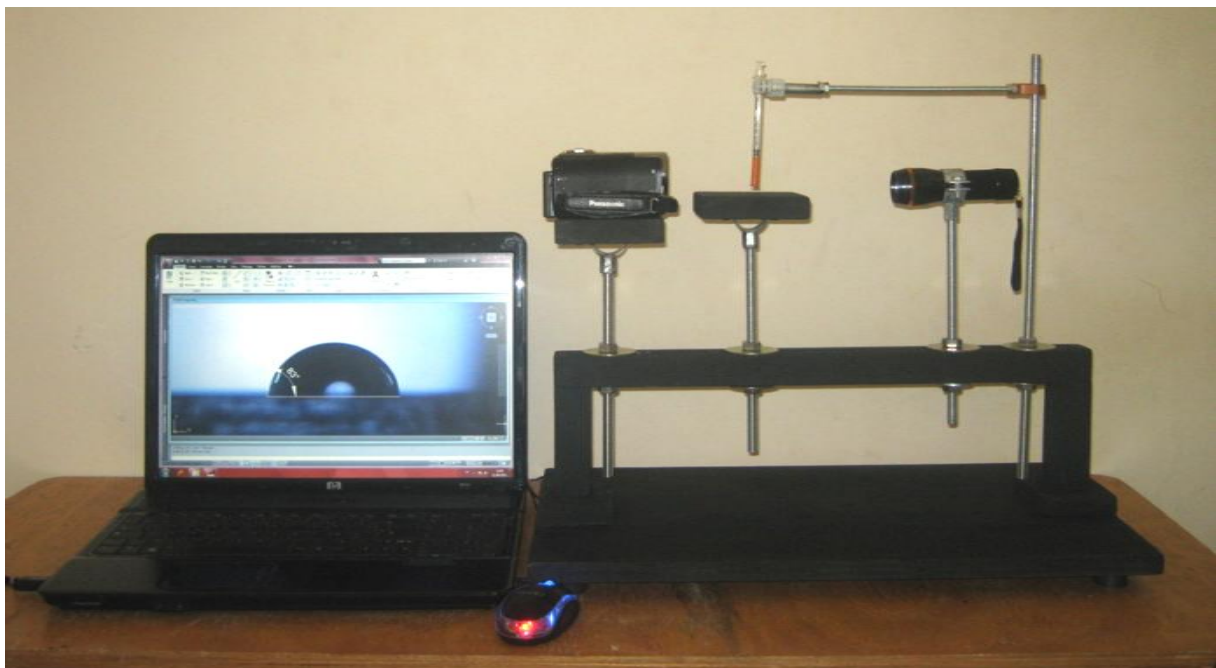


Figure III.13: Dispositif de mesure de l'angle de contact.



pendant des périodes allant de 2h jusqu'à 10h, et le schéma du dispositif expérimental est représenté sur la figure III.14.

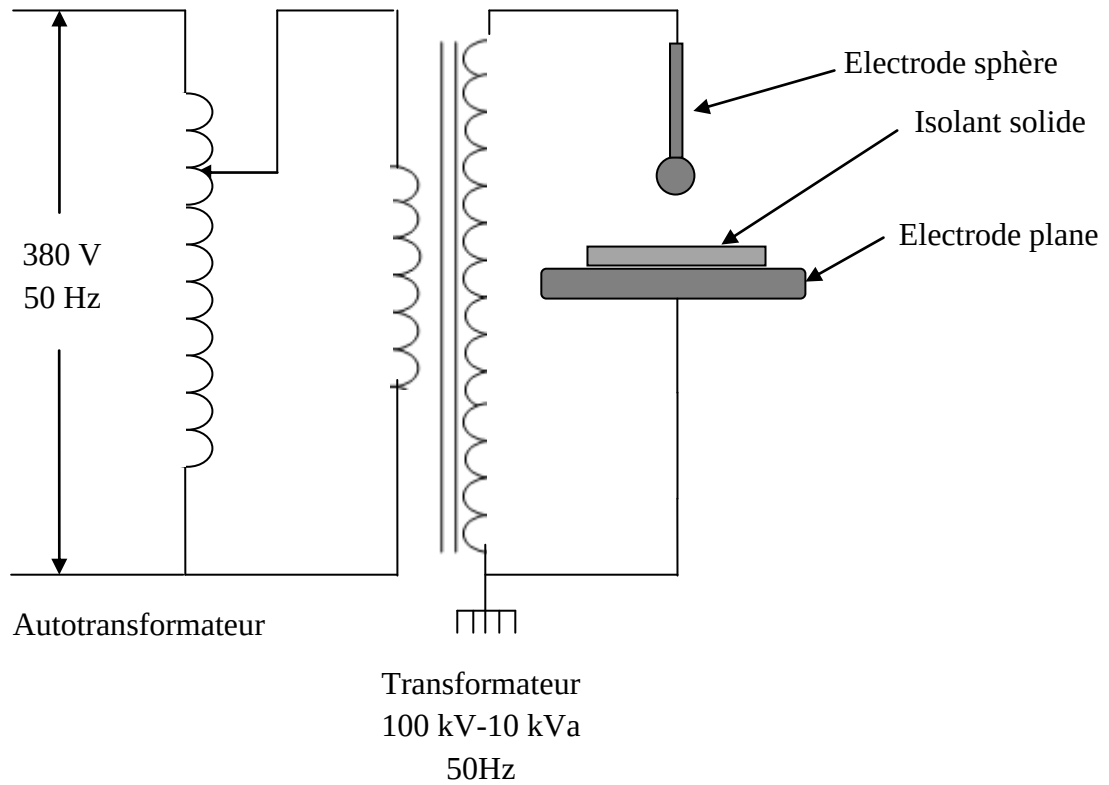


Figure III.14 : Dispositif expérimental

### **III.10.4. Résultats expérimentaux et interprétation**

#### **III.10.4.1. Echantillons à l'état vierge**

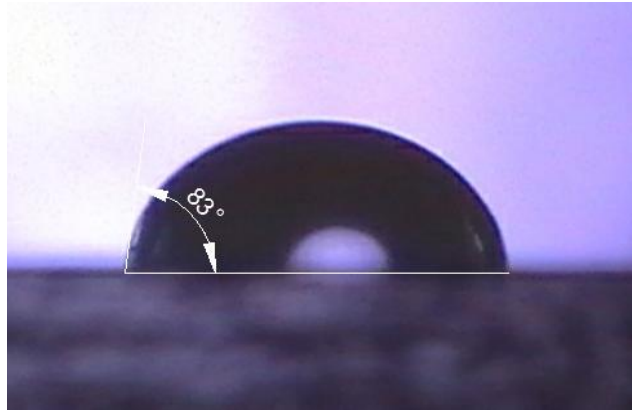


Figure III.15 : SAN à l'état vierge.

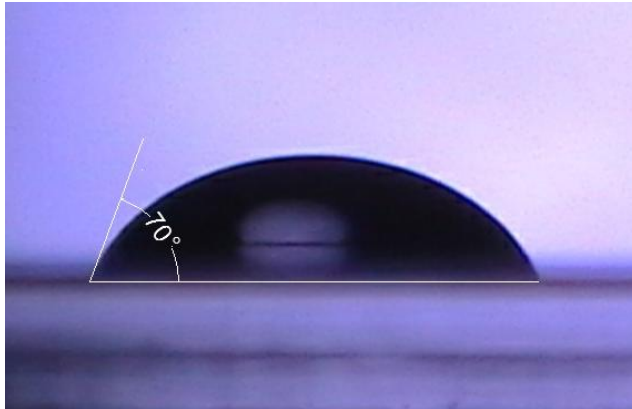


Figure III.16 : PMMA à l'état vierge.

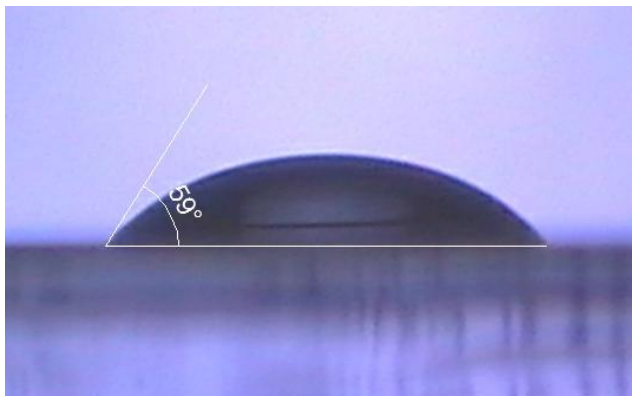


Figure III.17 : PS à l'état vierge.

- **Interprétation**

En comparant les gouttes d'eau déposées sur les surfaces des échantillons de SAN, PMMA et PS à l'état vierge, représentées sur les figures III.15, III.16 et III.17 respectivement, et en observant leurs angles de contact appropriés, on constate que la goutte

s'étale, et donc la ligne triple croît inversement proportionnelle avec l'angle de contact qui est de  $83^\circ$  pour le SAN,  $70^\circ$  pour le PMMA et de  $59^\circ$  pour le PS. Ce qui signifie que la surface de l'échantillon de SAN est plus hydrophobe que celle du PMMA, qui est à son tour plus hydrophobe que celle du PS. Cela s'explique par l'inégalité des énergies de surface de ces matériaux due à la différence de leurs propriétés physicochimiques.

#### **III.10.4.2. PMMA soumis au vieillissement**

Les photos des angles de contact de l'échantillon de PMMA vierge et après exposition aux décharges électriques superficielles pendant 2h, 4h, 6h, 8h puis 10h sont représentées dans les figures suivantes :

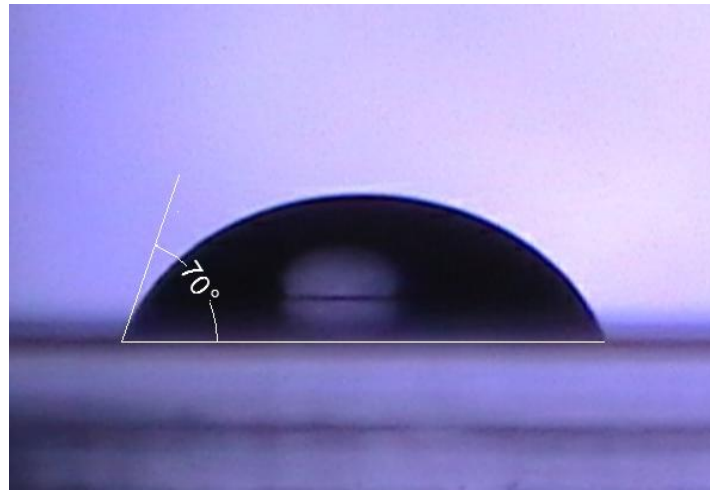


Figure III.18 : PMMA a l'état vierge (avant le vieillissement)

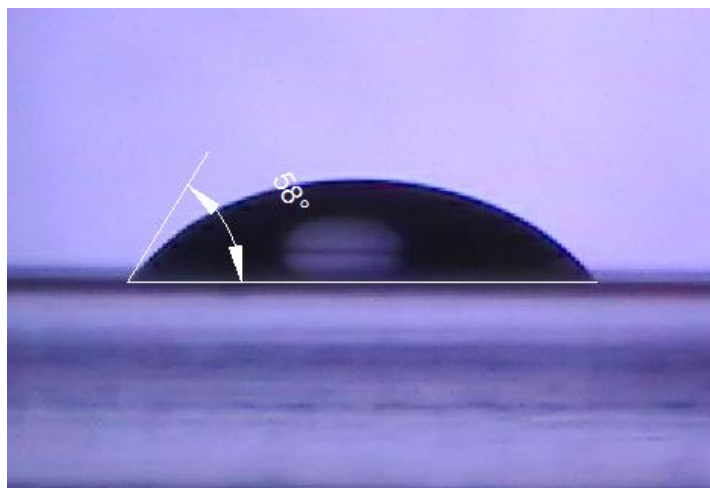


Figure III.19 : PMMA Vieilli pendant 2h.



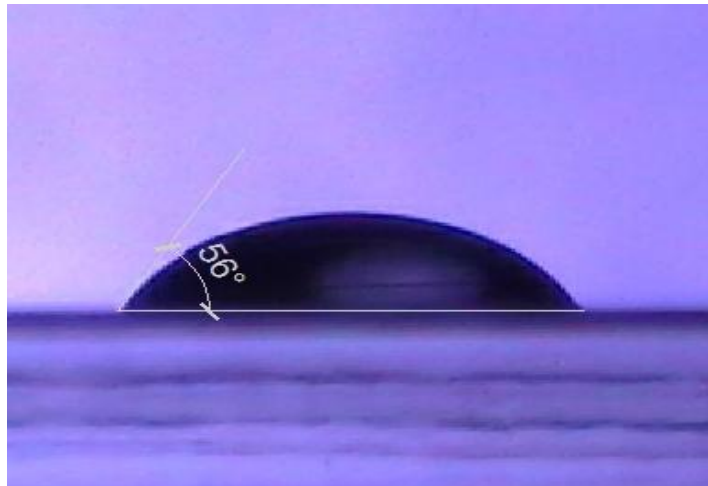


Figure III.20 : PMMA vieilli pendant 4h.



Figure III.21 : PMMA vieilli pendant 6h.

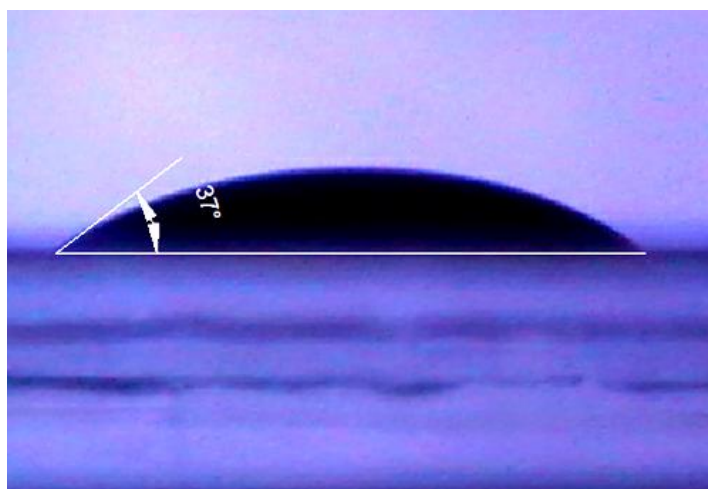


Figure III.22 : PMMA vieilli pendant 8h

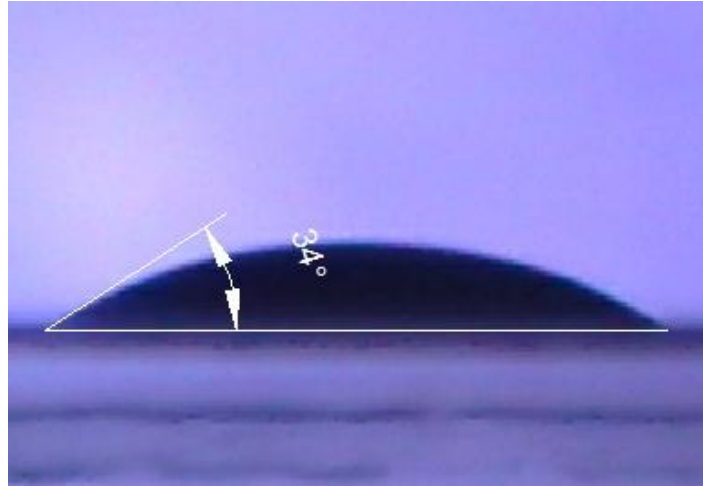


Figure III.23 : PMMA vieilli pendant 10h.

Les résultats obtenus sont représentés dans le tableau suivant :

| Temps(h)      | 0  | 2  | 4  | 6  | 8  | 10 |
|---------------|----|----|----|----|----|----|
| Angle (degré) | 70 | 58 | 56 | 41 | 37 | 34 |

On trace la caractéristique :  $\theta = f(t)$

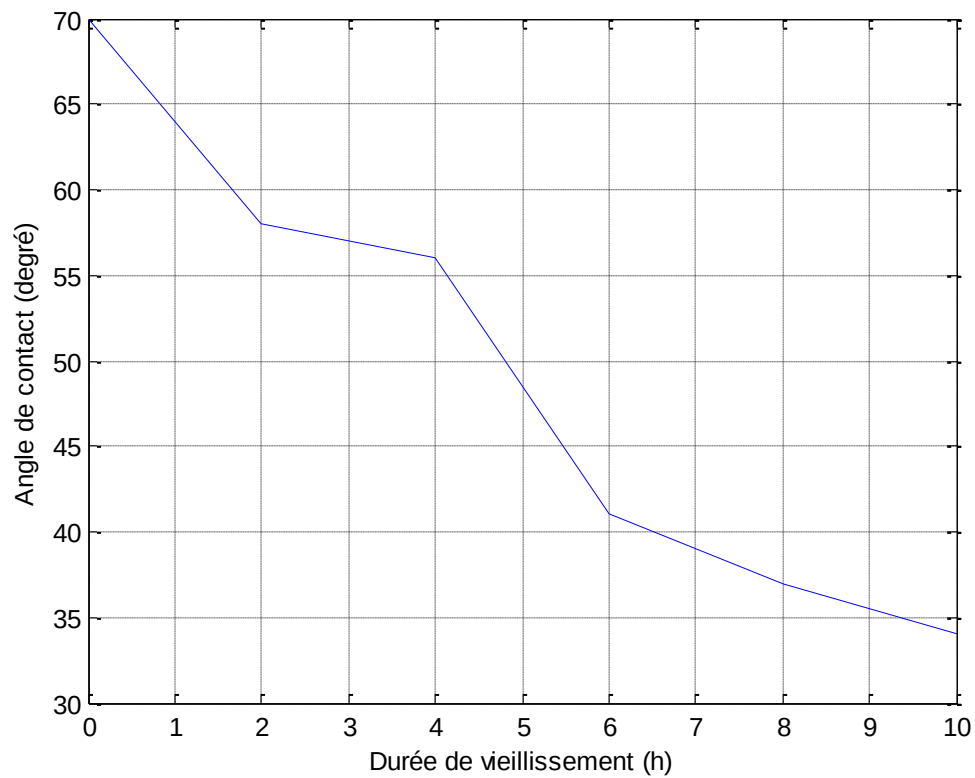


Figure III.24 : variation de l'angle de contact en fonction du temps de vieillissement.

- **Interprétation des résultats**

- **Analyse macroscopique**

En observant les photos des gouttes prises sur l'échantillon de PMMA illustrée précédemment, on remarque que la goutte s'étale sur la surface du solide progressivement. Ce qui signifie que l'interface solide/liquide croît proportionnellement avec le temps de vieillissement sous décharges (déformation de la ligne triple), entraînant ainsi, la diminution progressive de l'angle de contact (figure III.24), et donc la diminution de l'hydrophobicité de la surface du solide.

En effet, la déformation de la ligne triple est directement induite par la variation locale du travail d'adhésion à cause de la modification des propriétés physicochimiques de la surface du matériau lors de son exposition aux décharges.

On admet que la mouillabilité est d'autant meilleure que l'énergie de surface du solide est importante, et que la tension superficielle du liquide ainsi que la tension interfaciale solide/liquide sont faibles.

- **Analyse microscopique**

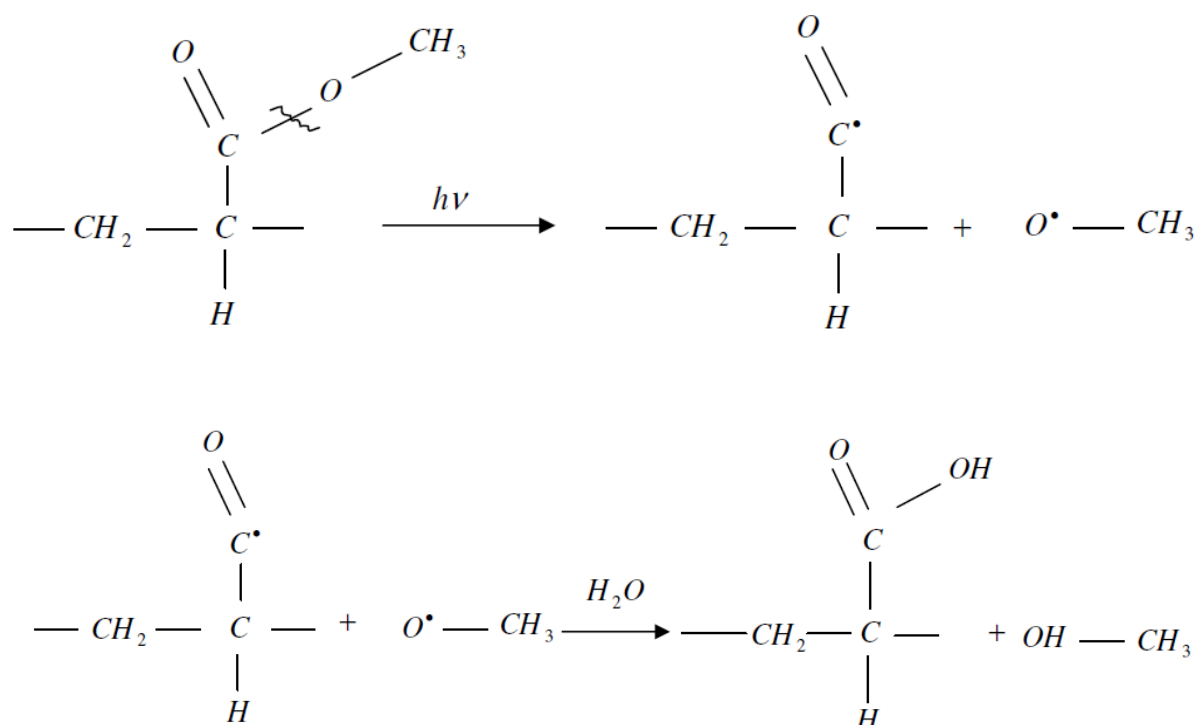
La perte de l'hydrophobicité du polymère s'explique par une augmentation de l'énergie de surface  $\gamma_s$  du solide due à l'apparition de groupements fonctionnels chimiques hydrophiliques à sa surface (C=O, OH).

La formation des groupements hydroxyles OH s'effectue comme suit :

-1<sup>ère</sup> étape : la rupture de liaison C-O-CH<sub>3</sub> de l'ester qui se trouve au niveau des branches sous l'action de la décharge électrique.

-2<sup>ème</sup> étape : formation de l'ozone O<sub>3</sub>.

- 3<sup>ème</sup> étape : l'ozone produit dans la décharge électrique arrache les atomes d'hydrogène des groupements méthyle (C-H) pour former des groupements hydroxyles OH avec la participation de l'humidité ambiante.



En effet, les groupements hydroxyles OH adsorbent l'humidité environnante, ce qui explique la diminution progressive de l'hydrophobicité du PMMA avec le temps de vieillissement électrique. Ce processus peut finir par la formation d'un film d'eau couvrant la surface du matériau, ce qui engendre le développement des courants de fuite, entraînant ainsi l'accélération de l'érosion de la surface de l'isolant, et donc un claquage prématuré du matériau peut intervenir.

## Conclusion

Après avoir cité quelques notions sur la mouillabilité d'une surface, on a procédé à l'évaluation de l'hydrophobicité de certains isolants (SAN, PMMA et PS) à l'état vierge en mesurant leurs angles de contact par un dispositif qu'on a réalisé et dont le principe de fonctionnement est similaire à celui d'un goniomètre. Afin d'étudier l'influence du vieillissement sur la mouillabilité d'un isolant solide, on a soumis l'échantillon de PMMA à une décharge de surface à barrière diélectrique pendant une période allant de 2h jusqu'à 10h, pendant laquelle, on a mesuré l'angle de contact de ce matériau après chaque 2h de vieillissement.

A travers les résultats des différents essais qu'on a effectués, on peut conclure que l'hydrophobicité est une caractéristique propre de chaque matériau (varie d'un matériau à l'autre) et qu'elle diminue avec le temps de vieillissement de ce dernier. Ce qui est dû à la

modification des propriétés physico-chimiques de la surface du solide induisant la modification des forces interfaciales solide/liquide, solide/gaz et liquide/gaz au cours du vieillissement.

On constate que l'hydrophobicité d'un matériau est d'autant plus faible que l'énergie de surface du solide est importante, et que la tension superficielle du liquide ainsi que la tension interfaciale solide/liquide sont faibles.

## ***Bibliographie :***

- [1] M.A.Handala «Etude de la décharge de surface sous tension alternative 50Hz » .thèse de doctorat en électrotechnique de l'université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, 2007.
- [2] M.L.Coulibaly. « Caractérisation des décharges électriques se propageant aux interfaces solide/gaz-relation entre propriétés des matériaux et dimension fractale » thèse doctorat en génie électrique de l'école doctorale en électronique, électrotechnique, automatique de Lyon, France, 2009.
- [3] Z.Kerroui, N.Chemloul, K.Kecir : « contribution a l'étude de l'effet des décharges électriques sur la surface d'un solide isolant sous tension alternative 50Hz ». Mémoire de fin d'études en électrotechnique de l'université Mouloud Mammeri de Tizi-ouzou, promotion 2007 /2008.
- [4] N.Ait Alioua, M.Djaber, D.Chikhi : « comportement électrique de deux isolateurs parallèles contaminés et soumis a une tension alternative 50Hz ».mémoire de fin d'études en électrotechnique de l'université Mouloud Mammeri de Tizi-ouzou, promotion 2008 /2009.
- [5] D.Tilikette, S.Ismigaoua, S.Mechera « Etude du PMMA sous décharges électriques » .mémoire de fin d'étude en électrotechnique de l'université Mouloud Mammeri de Tizi-ouzou, promotion 2009/2010.
- [6] traité des matériaux V14''matériaux polymériques : propriétés mécaniques et physiques ''  
H.HKausch-N.Heymaus-C.J.Plummer-P.Decroly.presses polytechniques et universitaires romandes Lausanne(Suisse),2001.
- [7] D.Bouguedad « influence du vieillissement thermique sur les propriétés de l'éthylène propylène diène monomère 'EPDM' ».thèse de doctorat en électrotechnique de l'université Mouloud Mammeri de Tizi-ouzou, 2010.
- [8] A.Mahdjoub « matériaux isolants et haute tension » cours de Master 1 en comptabilité électromagnétique et composants électriques de l'université Labri Ben M'hidi –Oum El Bouaghi, 2010.
- [9] A.Tilimatine ''matériaux diélectriques ''<http://www.primopdf.com>.
- [10] <http://fr.wikipedia.org>
- [11] M.M.BAUTEU « propriétés de mouillage des surfaces chimiquement hétérogènes '' thèse de doctorat en polychimie des polymères » de l'université de Cergy-Pontoise, France, 2007.
- [12] Adrien Fuchs « développement de la microscopie électrochimique pour la micro fabrication –application a l'élaboration de surface à contraste de mouillage sur des supports fluorés » thèse de doctorat en électrochimie de l'université de Paris, France, 2006.
- [13] [//gisele.bareux.free.fr/cours/contact-surfaces.pdf](http://gisele.bareux.free.fr/cours/contact-surfaces.pdf).

[14] <http://www.unilim.fr/these/2003/science/2003limo0064/these-body.html>''techniques de caractérisation de surface et d'interface''

[15] Science des matériaux, propriétés et comportements des matériaux. Edition ellipses-Paris ,2003.

[16] Juan Martinez-Vega « Matériaux diélectriques pour le génie électrique1»

[17] Guide-1, 92/1.Hydrophobicity classification Guide.

[w.w.w.stri.se/public/STRI-Guide-1-92-1-pdf](http://www.stri.se/public/STRI-Guide-1-92-1-pdf).

[18] H.Zhang and R.Hackan''Electrical surface resistance, hydrophobicity and diffusion phenomena in PVC ''IEEF Trans.and Elecrical Insulation, Vol N°1, pp.73-83.1999.

[19] M.M.MOUDOUD « Etude de la conduction électrique dans les polymères isolants »thèse doctorat 2010.

[20] Guide-1,92/1.Hydrophobicity classification Guide.

[www.stri.se/public/STRI-Guide-1-92-1-pdf](http://www.stri.se/public/STRI-Guide-1-92-1-pdf).

[21] [www.KRUSS](http://www.KRUSS.com) ; angle de contact.html.

[22] [http .doc.google.com/angle.pdf](http://doc.google.com/angle.pdf).de contact.

[23] [http: Wikipedia .org/wiki/list-of-materiels-propriétés](http://Wikipedia.org/wiki/list-of-materiels-proprietés).

## **Annexe 1**

### **Rapport de stage en entreprise**

Nous avons effectué notre stage au sein de la société GRTE (Société Algérienne de Gestion du Réseau de Transport de l'Electricité), une filiale de la SONELGAZ.

La **GRTE .Spa**, société par action au capital social de 40 000 000 000 DA a été créée le (01/01/2004) conformément à la mise en œuvre de la loi n°02-01 de février 2002 relative à l'électricité et à la distribution du gaz par canalisation.

#### **1. Mission de GRTE. Spa**

GRTE. Spa, a pour mission d'assurer l'exploitation, la maintenance et le développement du réseau électrique, conformément à la législation et la réglementation en vigueur, en vue de garantir une capacité adéquate par rapport aux besoins de transit de réserve des utilisateurs du réseau électrique.

#### **2. Axe et projets de développement de la société GRTE. Spa**

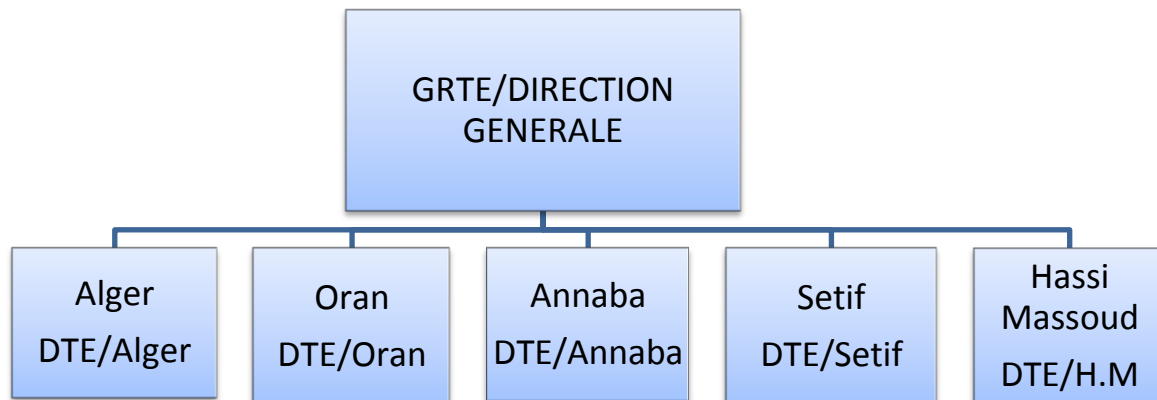
Les principaux axes et projets de développement de GRTE. Spa sont indiqués ci-après :

- La mise en œuvre du plan de développement du réseau électrique de transport avec l'introduction de nouvelles politiques de réalisation.
- Le développement du réseau de transport 400kv
- La poursuite de la généralisation des nouvelles techniques d'exploitation et de maintenance du réseau (travaux sous tension, télécommande généralisée des postes, télé relève d'information, travaux héliportés, la gestion de la maintenance assistée par ordinateur.....).
- L'aménagement et l'adaptation de l'organisation pour une meilleure utilisation des ressources.
- Le développement continu de la ressource à travers :
  - La formation des ingénieurs et des techniciens du transport d'Electricité aux métiers de transport de l'électricité et des cadres au management.
  - La création d'une école Transport d'Electricité dédiée à la formation du personnel aux métiers de transport de l'électricité.



### 3. Organisation de GRTE. Spa

GRTE. Spa est érigée en une direction générale dont le siège est sis à Alger composé de direction et structures centrales ainsi que (05) directions opérationnelles. Ces directions opérationnelles, qui sont représentées dans l'organigramme ci après, sont organisées sous une forme géographique (régionale) couvrant l'ensemble du territoire national.



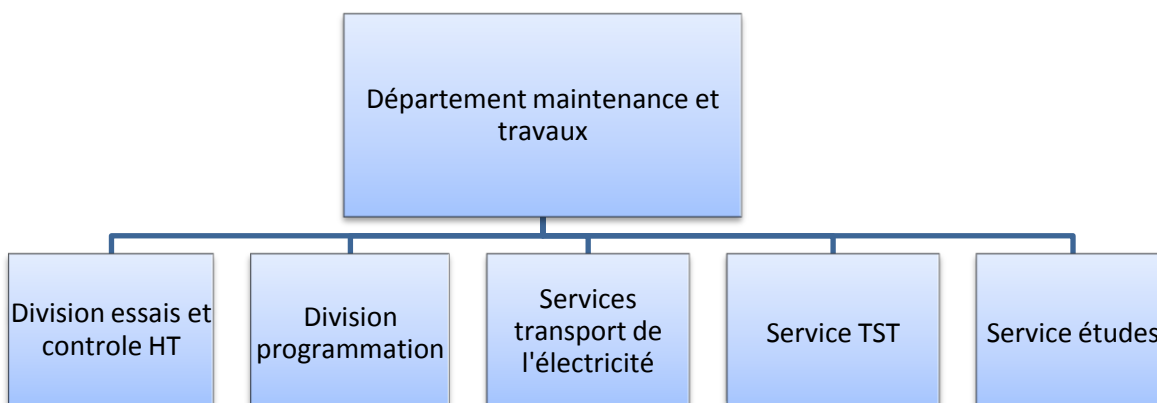
Organigramme des directions opérationnelles de la GRTE. Spa

DTE : Direction de Transport d'Electricité.

Parmi ces directions, on s'intéresse à la DTE d'ALGER qui gère le réseau de transport d'électricité de cette région. Du fait que notre projet a un rapport avec les systèmes d'isolation électrique, nous avons effectués notre stage au niveau du département maintenance et travaux, et spécifiquement à la division services transport de l'électricité (STE El Harrach).

#### 3.1. Département maintenance et travaux

L'organigramme du département maintenance de GRTE est le suivant :



#### ▪ **Division services transport d'électricité (STE)**

Cette division contient cinq subdivisions maintenance : maintenance postes, lignes, contrôle électrique, télé conduite et télé communication.

Au cours de notre stage au niveau de la STE El Harrach, on a visité les postes suivants :

- Poste classique 60/30 kV d'El Harrach.
- Poste classique 60/30 kV de Baraki.
- Poste classique 220/60/10 kV d'Alger Est (Boudouaou).
- Poste classique 400/220/60/30 kV de Si Mustapha.
- Poste blindé 220/60/10 kV d'El Hamma.
- Poste blindé 220/60/10 kV de Tafourah.
- Poste blindé 60 kV de Dar El Beida.
- Comme on a visité la cabine mobile installée récemment au poste 60/30 kV de Réghaia.

Nous avons remarqués que les isolateurs sont très utilisés dans les divers équipements électriques tels que les disjoncteurs, les transformateurs de puissance et les lignes de transport et de distribution de l'énergie électriques:

- Isolateurs support et de traversée.
- Systèmes d'isolation des câbles.
- Comme enveloppe de l'appareil et comme buse pour les contacts dans les disjoncteurs isolés au gaz.
- Isolation des bobinages et des traversées dans les transformateurs de puissance.

### **3.1.1. Contraintes liées à l'utilisation des matériaux diélectrique dans les systèmes de l'isolation électrique**

Durant notre stage nous avons constatés que l'exploitation de nos lignes électriques est grandement affectée par des incidents directement liés à la pollution.

Ces incidents sont dus aux contournements des arcs électriques au niveau des chaines isolantes, suite à la formation de couches polluantes conséquentes à des multitudes de pollutions (industrielles, agricoles et marine). Ces couches qui se fixent sur la surface des isolateurs, y compris les parties les mieux protégées abaissent considérablement, par temps

de pluie ou de brouillard, la résistivité superficielle des isolateurs entraînant ainsi la diminution de l'hydrophobicité de ces éléments, ce qui pourra conduire au contournement de la chaîne.

Afin de palier à ce problème, la société de gestion du réseau de transport de l'électricité (GRTE) à opter pour l'installation des chaînes d'isolateurs en composites.

### **3.1.1.1. Différents types de pollution**

Afin de respecter un niveau d'isolement adéquat et une tenue diélectrique suffisante, GRTE a introduit à titre d'essai des chaînes isolantes en composite sur des lignes témoins traversant de zones sujettes à une multitude de pollutions sous des conditions climatiques défavorables.

#### **▪ Pollution naturelle**

Les lignes traversent :

- des zones à vocation agricole : Elles sont constamment soumises à des risques de tourbillons de poussière qui se déposent à la surface des isolateurs provoquant la réduction de la ligne de fuite de la chaîne isolante,
- des zones à affluence des cigognes : Des déchets de cigognes qui se déposent à la surface des isolateurs, réduisent la ligne de fuite de la chaîne isolante,
- des zones des lacs salés, qui asséchés l'été, se transforment en nappe de chlorure de sodium cristallisé qui se dépose sur les isolateurs des lignes proches de ces zones,
- des zones à influence marine : Les embruns portés par les vents marins déposants progressivement des couches de sel sur les isolateurs des lignes proches de la mer.

#### **▪ Pollution industrielle**

L'existence d'usines de fabrication d'ammoniac et de cimenteries qui, en marche normale, peuvent répandre aux alentours à des distances lointaines, des déchets chimiques tels que les vapeurs ammoniacales, les poussières de nitrate d'ammonium le ciment et la vapeur d'eau à tendance acide.

### 3.1.1.2. Conditions climatiques

Les principaux facteurs climatiques rencontrés sur les zones traversées et qui influent sur le comportement des lignes sont :

- **l'humidité relative de l'air qui atteint les 72 %** : Elle varie suivant les saisons et peut atteindre un pic de 99% durant les mois d'Août à Septembre.
- **le brouillard** : Il s'agit d'un brouillard de rayonnement qui se produit pendant la saison chaude, le reste de l'année, la fréquence est faible.
- **Les zones orageuses (hauts plateaux)** : Les moyennes annuelles du nombre de jours d'orage augmentent à la période intersaison qui est due aux variations brusques de température.
- Taux élevé de dépôt de poussière d'origine agricole sur les isolateurs
- **la rosée** : Le nombre moyen mensuel de jours est de 12 jours, ce nombre peut atteindre 20 jours durant le mois de décembre.

La rosée se forme lorsque :

- Les surfaces des isolateurs se refroidissent en dessous du point de rosée de l'air ambiant, un tel refroidissement est dû habituellement aux rayonnements nocturnes
- L'air chaud et humide entre en contact avec une surface plus froide, dont la température est inférieure à celle du point de rosée de l'air.

Ces différentes manifestations climatiques ont pour conséquences l'augmentation de la conductivité superficielle des couches polluantes après leurs humidifications ( brouillard, condensation).

### 3.1.2. Analyse statistique des incidents

Les données climatiques et les statistiques des incidents des lignes concernées montrent une grande corrélation entre les deux.

En effet, l'étude de la répartition annuelle des incidents survenant sur ces lignes nous permet de situer une période propice des incidents, à savoir, la saison estivale et principalement les mois de Juin à Septembre.

Pour la répartition horaire, on constate une forte concentration d'incidents la nuit ( entre 1 h et 7 h ), au-delà de 7 h et jusqu'à 21 h on constate moins de perturbations

On ce qui concerne la répartition des incidents par type et par nature, on remarque que les incidents de type DR (déclenchement /réenclenchement), de nature fugitive sont les plus courants.

### **3.1.3. Installation des isolateurs en composite**

#### **3.1.3.1. Type d'isolateur utilisé**

Les chaînes isolantes utilisées sont de revêtement EPDM (Ethylène Propylène Diène Monomère), elles remplissent les conditions suivantes :

- Assurer un niveau d'isolement et une résistance diélectrique avec une ligne de fuite efficace,
- supporter les charges mécaniques dues à la ligne aux différentes conditions climatiques pendant toute la vie de l'ouvrage,
- présenter une fiabilité suffisante à long terme pour assurer la sécurité des personnes et des biens.

L'amélioration des processus de fabrication des chaînes isolantes en composite en 2000 à permis le renforcement de l'étanchéité entre le Jonc et les ferrures métalliques évitant ainsi l'infiltration de l'humidité. Sous l'effet du champ électrique, ces infiltrations risquent de provoquer la fragilité et la rupture de la chaîne isolante (Brittle fracture) (phénomènes d'érosion du Jonc).

Le choix du revêtement EPDM a été fait pour les raisons suivantes :

- Moins coûteux à la fabrication par rapport au revêtement siliconé (33 %)
- Les deux revêtements (EPDM ARMOURLITE, Silicone ARMOUSIL) présentent, à peu près, les mêmes performances suite aux essais de vieillissement accéléré sous contraintes combinées, essais électriques et sous pollution avec une légère décoloration et un léger blanchissement de la surface de l'EPDM.

### 3.1.3.2. Lieu d'installation

**Année 2000** : installation de 330 chaînes isolantes en composite revêtus en siliconé sur des tronçons des lignes témoins (Ligne 220 kV Marsat-Zahana2 / Ligne 220 kV Zahana – Petit Lac / Ligne 220 kV Marsat – Oued Sly 1, ligne 220 kV Khrou-Eaoui)

**Année 2002** : commande de 4440 chaînes isolantes en composite, les chaînes ont été installées comme suit :

| Ligne                          | Nbre ch. | N. | L.F. mm | Long. | Zone pollution                             | Obs.                                                      |
|--------------------------------|----------|----|---------|-------|--------------------------------------------|-----------------------------------------------------------|
| 220 kV Alger Est – Kouba       | 550      | 16 | 38.2    | 2.54  | <i>Agricole, Marine, décharge publique</i> |                                                           |
| 220 kV Alger Est-Oulad Fayet   | 850      | 16 | 38.2    | 2.54  | -                                          |                                                           |
| 220 kV Kouba – Oulad Fayet     | 300      | 16 | 38.2    | 2.54  | Agricole                                   |                                                           |
| 220 kV Khroub – Ain Mlila      | 105      | 16 | 26.20   | 1.82  | Agricole, Déchets Cigognes, Lac salé       | Avec ajout F12D :<br><br>effet de parapluie<br><br>et DAC |
| 220 kV Marsat – Relizane       | 220      | 16 | 30.80   | 2.10  | Agricole, Marine, Industrielle             |                                                           |
| 220 kV Marsat – Sidi Bel Addes | 220      | 16 | 30.80   | 2.10  | Agricole, Marine, Industrielle, Lac salé   |                                                           |
| 220 kV Marsat – Oued           | 207      | 16 | 30.8    | 2.10  | Agricole, Marine,                          |                                                           |

|                               |     |    |       |       |                                          |   |
|-------------------------------|-----|----|-------|-------|------------------------------------------|---|
| Sly                           |     |    |       |       | Industrielle                             |   |
| 220 kV Zahana – Ghazaouet     | 470 | 20 | 45.57 | 3.06  | Agricole, Marine, Industrielle, lac salé |   |
| 220 kV Batna – Ain Mlila      | 150 | 16 | 26.20 | 1.82  | Agricole, Déchets Cigognes, lac salé     |   |
| 60 kV Msila – B. bou arreridj | 100 | 16 | 35.51 | 0.889 | Agricole, Déchets Cigognes               |   |
| 60 kV Marsat-Mostaghanem      | 120 | 16 | 35.51 | 0.889 | Agricole, Marine, Industrielle           |   |
| 60 Kv Khroub – Ain Mlila      | 180 | 16 | 35.51 | 0.889 | -                                        | - |

**Années 2005-2006 :** commande de 1704 chaînes isolantes en composite revêtues en siliconé qui seront installées sur 9 lignes 220 kV (682 pylônes)

**Années 2007–2008 :** commande de 3801 chaînes isolantes en composite revêtues en siliconé qui seront installées sur 30 lignes 220 kV.

Certains pylônes sujets à des actes de vandalisme (Casse d’isolateurs par des jets de pierre) ont fait l’objet d’une installation des chaînes en composite, aucun incident n’a été enregistré sur ces pylônes.

### 3.1.4. Etude de comportement

L’analyse statistique des incidents montre un bon comportement des chaînes isolantes en composite contre la pollution pour les raisons suivantes :

- Le profil des ailettes présente une ligne de fuite suffisante (profil à ailettes alternées de forme aérodynamique) : 31 à 68 % par rapport à une chaîne équivalente en verre trempé,
- L’absence des nervures sur la face inférieure de l’isolateur évitant ainsi l’accumulation de dépôt, maintien de la ligne de fuite.

- Une pente de la jupe calculée de manière à éviter l'accumulation de la pollution par une faible prise de vent,
- Une surface hydrophobe qui empêche la dissolution des sels soluble contenus dans la pollution et donc la formation d'un courant de fuite,
- Une longueur permettant d'avoir des distances à la masse suffisantes en fonction des profils des pylônes d'alignements.
- Les lignes équipées d'isolateurs en composite ont contribuées à l'amélioration des paramètres qualité de service.

| Ligne                            | Incidents |        |      | Installation   | Obs.                    |
|----------------------------------|-----------|--------|------|----------------|-------------------------|
|                                  | 2001      | 2002 * | 2003 |                |                         |
| 220 kV Alger Est – Kouba         | 85        | 25     | 0    | Toute la ligne |                         |
| 220 kV Alger Est – Oulad Fayette | 80        | 9      | 6    |                | Cause externe           |
| 220 kV Kouba – Oulad Fayette     | 56        | 9      | 1    |                | Sur partie verre        |
| 220 kV Khroub – Ain Mlila        | 26        | 18     | 7    | Tronçon témoin | Sur partie Verre trempé |
| 60 kV Khroub – Ain Mlila         | 26        | 18     | 7    |                |                         |
| 220 kV Marsat – Relizane         | 10        | 5      | 5    |                |                         |
| 220 kV Mehap – Sisi Bel Abbès    | 16        | 20     | 10   |                |                         |
| 220 kV Marsat – Oued Sly         | 18        | 18     | 1    |                |                         |
| 220 kV Zahana – Ghazaouet        | 27        | 5      | 1    |                |                         |
| 220 kV Marsat – Zahana 2         | 8         | 3      | 1    |                |                         |
| 220 kV Batna – Ain Mlila         | 33        | 22     | 4    |                |                         |
| 60 kV Marsat – Mostaganem        | 3         | 3      | 1    |                |                         |
| 60 kV Msila – Bordj Bou Arreridj | 9         | 4      | 2    |                |                         |
| Total                            | 397       | 159    | 49   |                |                         |

### 3.1.5. Avantages, techniques de mise en œuvre et d'entretien



Les avantages que procure l'utilisation des chaînes isolantes en composite sont :

#### **3.1.5.1. Mise en œuvre**

⇒ **La légèreté des matériaux utilisés et le profil réduit font que la chaîne isolante est de 4 à 6 fois plus légère qu'une chaîne équivalente en isolateurs en verre trempé les rend :**

- Moins coûteux par rapport à une chaîne équivalente en verre trempé de même ligne de fuite : 36 à 44% par rapport à une chaîne équivalente en verre trempé.
- Moins coûteux pendant le transport
- Facilité de manutention
- Rapidité d'installation

#### **3.1.5.2. Entretien**

⇒ **Une hydrophobicité constante lui permet :**

- Une bonne performance sous pollution ( rupture du mécanisme de contournement des isolateurs à travers le non développement des zones sèches et la non apparition des arcs).
- Moins vulnérable aux effets de la corrosion que les isolateurs en verre trempé.
- Moins d'entretien ( pas de lavage ) .
- Une ligne de fuite spécifique constante.
- Une longueur de chaîne réduite.
- Un angle limite de distance à la masse suffisante.

⇒ **La qualité des matériaux utilisés le rend :**

- Meilleur comportement contre le vandalisme.
- Plus résistant à l'activité de surface.
- Plus résistant à l'effet d'érosion.
- Un coût d'entretien réduit par rapport aux chaînes en verre trempé (4 %).
- Tableau comparatif des travaux d'entretien sont :

| Type d'isolateurs   | Visite au sol | Visite en tête | Lavage sous ou hors tension | Remplacement d'isolateurs | Inspection Thermographique |
|---------------------|---------------|----------------|-----------------------------|---------------------------|----------------------------|
| <b>Verre trempé</b> | <b>X</b>      | <b>X</b>       | <b>X</b>                    | <b>X</b>                  | <b>X</b>                   |
| <b>Composite</b>    | <b>X</b>      | <b>X</b>       |                             |                           | <b>X</b>                   |

### 3.1.6. Techniques d'inspection retenues par SONEGGAZ

Les dégradations dues à un vieillissement excessif ou à de petits défauts de fabrication peuvent conduire à la longue, à une perte inacceptable des propriétés mécaniques et électriques de la chaîne isolante en composite, dont les conséquences peuvent être dangereuses, par exemple, la formation de cheminements sur l'interface entre ailettes et tige ou son érosion, peuvent conduire à un contournement de l'isolateur si le cheminement s'étend sur une portion suffisante de celui-ci, ou à sa défaillance mécanique si la section de la tige est gravement réduite par l'érosion électrique.

En vue de déterminer l'état des isolateurs composites avant installation et en service, SONEGGAZ-GRTE utilise les techniques d'inspections suivantes :

#### 3.1.6.1. Inspection visuelle

##### ▪ Avant installation

Les isolateurs composites doivent faire l'objet d'une vérification visuelle avant leur installation sur la ligne. Cette inspection a pour but de détecter les anomalies ou dommages que pourraient subir les isolateurs lors de leur stockage prolongé ou lors de leur transport sur chantier. L'inspection porte sur l'état général de la chaîne (revêtement, ailettes, ferrures métalliques).

##### ▪ En service

L'inspection visuelle est effectuée soit par une visite montée sous ou hors tension ou par hélicoptère, les défauts étant habituellement de petites dimensions, le rapprochement de la chaîne isolante à travers l'utilisation des jumelles est nécessaire.

Les anomalies à détecter sont :

- Erosion ou rugosité des ailettes.
- Rayures ou cheminements sur le matériau diélectrique externe..
- Perforation électrique des ailettes.
- Perforation électrique du revêtement de l'âme.
- Fentes sur les ailettes et/ou le fourreau.
- Fissures du revêtement externe.
- Dommages causés par les contournements au matériau diélectrique, à l'étanchéité ou aux raccords d'extrémités métalliques.

Bien que cette inspection serve surtout à détecter les dommages en surface, elle peut également révéler des indices de défauts internes par exemple, la perforation électrique du matériau recouvrant le noyau entre deux ailettes indique la possibilité de détérioration et de cheminement sur le noyau.

La périodicité d'inspection est de 1 fois par année.

### **3.1.6.2 Inspection par thermographie infrarouge**

La dégradation provoquée par l'action du champ électrique sur les matériaux diélectriques est dans la plupart des cas associée à la chaleur.

La chaleur que détecte la thermographie infrarouge est générée par des décharges en surface de la chaîne isolante en composite dans des conditions très humides, ce genre d'activité risque de dégrader, à long terme, les ailettes jusqu'à un degré inacceptable.

La chaleur peut être générée par les faibles courants circulant le long de l'interface entre ailettes et tige, ou à l'interface entre noyau verre-résine et le revêtement.

Les images thermiques peuvent renseigner sur un défaut interne implanté, alors une zone chaude apparaît, coïncidant avec la pointe du défaut. Seuls les isolateurs composites défectueux ayant d'importants niveaux de décharges partielles  $>10$  pC peuvent être détectés par thermographie.

La périodicité d'inspection est de 1 fois par année.

### 3.1.7. Perspectives

Les performances de centaines de milliers d'isolateurs en composite, en service à partir de 1975, ont confirmé la bonne conception et la fiabilité de ce type d'isolement.

A cet effet, GRTE compte installer les équipements suivants :

- **Parafoudres à l'oxyde de zinc avec un revêtement en composite, suspendus sur des lignes HT traversant des zones foudroyées.**

Ces parafoudres ont l'avantage d'être moins lourds, d'avoir une excellente tenue sous pollution et ne nécessitant pas d'entretien, ils permettent d'augmenter les niveaux de surtension des lignes.

- **Transformateurs de puissance avec bornes revêtues en composite.**

En plus des avantages cités ci-dessus, les bornes munies de revêtement en composite permettent d'avoir un bon comportement dans des zones sismiques.

- **Technique d'inspection : Mesure de l'effet couronne (acquisition 2005)**

Cette méthode consiste à inspecter :

- le signal généré par l'ionisation de l'air entre le jonc et la ferrure coté pince,
- la répartition du champ électrique le long de la chaîne isolante en composite.

L'intensification du signal dû à une décharge partielle, au niveau d'un point de la chaîne, peut révéler l'existence d'un défaut interne.

L'inspection pourra se faire le jour à l'aide d'une camera (Corona 350 I SP).

- **Technique de mesure de champ électrique le long de la chaîne : POSITRON (acquisition 2005)**

Cette méthode consiste à mesurer le champ électrique le long de la chaîne, toute déformation du signal mesuré au niveau d'un point de la chaîne par rapport à une courbe référentielle révèle l'existence d'un défaut interne.

### ***3.1.8.9. Conclusion***

Au vu des avantages techniques et économiques procurés par l'emploi des isolements en composite dans des zones fortement polluées, leur introduction constitue un très net progrès qui améliora les performances techniques et la sécurité d'exploitation des réseaux de transport.

## **Annexe 2**

### **Présentation des équipements d'un poste électrique**

#### **1. Introduction**

Pour transporter l'énergie électrique depuis les centrales de production jusqu'aux centres de consommation, on utilise des lignes aériennes ou souterraines à haute tension (63 KV et 90kv) et à très haute tension (225 kV et 400kv), lesquelles peuvent assurer la mise en commun des centrales de plusieurs régions et échanger de l'énergie électrique entre elles grâce aux postes d'interconnexion.

#### **2. Constitution des réseaux de transport SONELGAZ/GRTE**

Dans le réseau de transport de l'énergie électrique, on distingue plusieurs types de postes :

- Les postes élévateurs des centrales qui assurent la liaison entre les installations de production (centrales électriques) et le réseau de transport HT et THT.
- Les postes d'interconnexion qui constituent les nœuds du réseau de transport national (réseau à 225 kV, 400kv et dans certaine mesure à 63 kV)
- Les postes de répartition ou de transformation, ils effectuent la liaison entre le réseau de transport national (225kv, 400kv) et le transport régional (63 kV, 90 kV) alimentant les réseaux à moyenne tension de la distribution (10kv, 30kv).

#### **3. Les différents types de postes de la SONELGAZ/GRTE**

##### **3.1. Les postes classiques (exemple : poste 400, 220 et 60 kV de Si Mustapha/figure 2)**

- Postes extérieurs : à double jeux de barres (figures 02, 03 et 04), un jeu de barre (PS), poste avec barre de transfert.
- Postes intérieurs même composants sauf qu'il est construit dans un bâtiment.

##### **3.2. Les postes blindés (exemple : poste blindé 220, 60 et 10 kV d'El Hamma/figure 18)**

- **Principaux compartiments du blindé**
  - Disjoncteur (figure 19).
  - Sectionneur d'aiguillage (figure 21).
  - Sectionneur de ligne.
  - Couplage.
  - Boîte à câble.
- **Avantages**
  - Diminution de la distance à la masse (grâce au SF6).
  - Absence de la sensibilité à la pollution.
  - Les enveloppes entourant chaque phase est le siège de courant induit, ce dernier annule pratiquement le champ magnétique à l'extérieur de l'enveloppe et il s'ensuit

que les contraintes électrodynamiques en cas de court circuit sont rendu négligeables grâce au bobinage.

- **Inconvénients**

- Le prix.
- La fiabilité : le risque de fuite du SF6 peut entrainer une mise hors tension d'une partie de l'ouvrage.
- D'autre part, le démontage du matériel est plus long.
- La fonction coupure visible des sectionneurs est délicate à cause de la présence des enveloppes.

### **3.3. Cabine mobile (exemple : cabine mobile à proximité du poste 60/30 kV de Réghaia)**

Constituée d'une travée ligne, transformateur de puissance et d'un module MT. Cette sous station est transportable pour le besoin urgent de l'exploitation. (page a.2.14)

## **4. Éléments constitutifs d'un poste HT**

- **jeux de barres (figure 2,3 et 4)**

Le nombre de jeux de barre est généralement de deux. Le schéma à deux jeux de barres permet en effet la continuité de service dans le cas où l'un des jeux de barre est défaillant, la marche en réseau séparé ou en parallèle au moyen du sectionneur de couplage, l'utilisation éventuelle du couplage pour dépanner une travée dont le disjoncteur est défaillant.

Chaque jeu de barre est un circuit triphasé auquel sont accordées les travées.

- **travées**

- Travées lignes.
- Travée transformateurs.
- Travée arrivée transformateurs.
- Travée couplage des barres.

- **Protections**

Une protection doit assurer :

- La détection de l'état du réseau, ce qui nécessite un organe de mesures de certaines grandeurs caractéristiques (tension, courant.....)
- La comparaison de ces grandeurs caractéristiques mesurées à des valeurs fixées à l'avance, ce qui nécessite un organe de comparaison.
- L'envoi d'un ordre et l'exécution d'une manœuvre.

### **4.1. Appareillage a haute tension**

- **Appareils de coupure**

- **Disjoncteurs** (figures 09, 10, 11 et 12)
  - Disjoncteur à huile.
  - Disjoncteur à air comprime.

- Disjoncteur au SF<sub>6</sub>.

- **Sectionneur**

- Sectionneur à ouverture horizontale (figures 15 et 16).
- Sectionneur à ouverture verticale (figure 14).
- Sectionneur pantographe.

- **Principe de la coupure** (figure 01)

Lorsqu'on ouvre un appareil de coupure dans lequel circule un courant électrique, il se forme entre les deux contacts un arc électrique. On peut définir l'arc électrique étant la continuité du courant dans une colonne gazeuse plus ou moins ionisée et mobile (les gaz ionisés sont conducteurs). L'arc électrique est nuisible et dangereux (par sa mobilité, par son rayonnement lumineux, par sa chute de température.....). Pour réduire les effets produits par l'arc électrique, il faut refroidir et supprimer l'ionisation entre les contacts et cela (par apport de gaz frais généralement sous pression) en fermant l'arc dans une chambre de coupure ou boîte de soufflage.

L'arc électrique ne s'éteint pas tout seul, et la coupure n'est effective que lorsque l'arc est éteint (c'est-à-dire l'ionisation entre contacts est supprimée)

En haute et très haute tension, l'agent régénérateur est un gaz sous pression (air comprimé, vapeur d'huile, hexafluorure de soufre SF<sub>6</sub>) l'envoi sur l'arc d'un jet d'air comprimé, ou du SF<sub>6</sub> sous pression ou de vapeur d'huile sous pression, chasse d'huile les gaz ionisés et éteint l'arc.

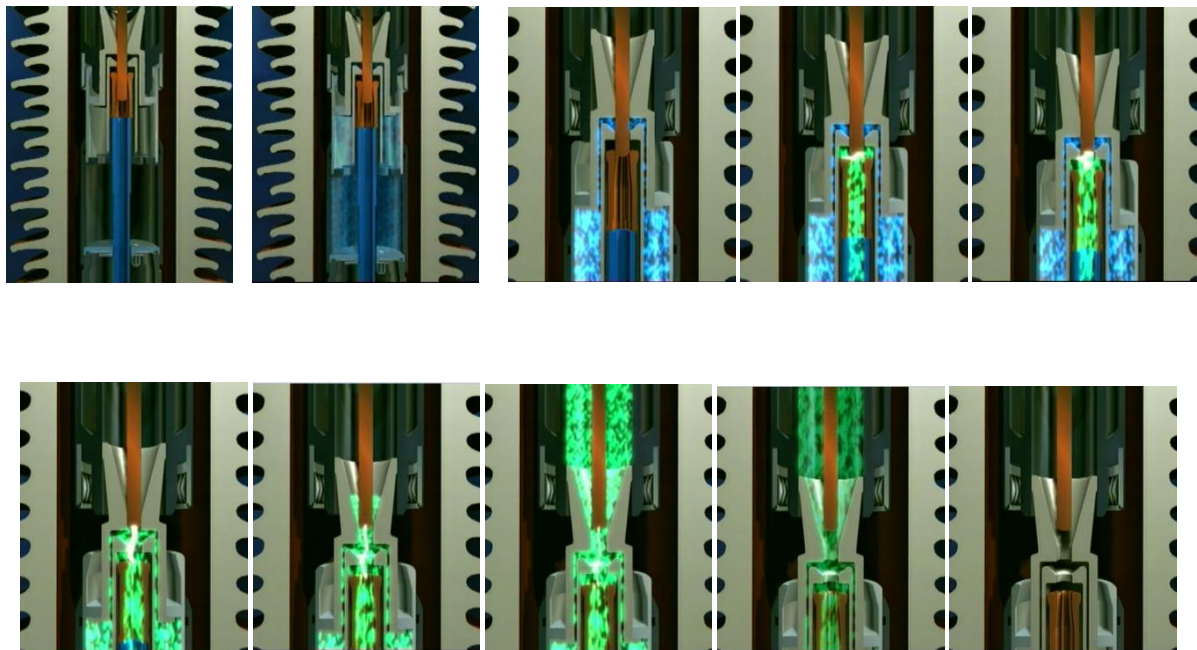


Figure 01 : Processus de coupure d'un disjoncteur isolé à l'SF<sub>6</sub>.



- **Appareil de transformation**

Le transformateur de puissance est une machine statique qui permet d'augmenter la tension tout en diminuant le courant (transformateur élévateur), ou de diminuer la tension tout en augmentant le courant (transformateur abaisseur) et ce avec un excellent rendement (plus de 99% pour les transformateurs de grande puissance).

Grace aux transformateurs de puissance, il a été possible de choisir la meilleure tension pour le transport et la distribution, et de relier entre eux des circuits à des tensions différentes.

Le transformateur est constitué de :

- Un bobinage inducteur ou primaire.
- Un circuit magnétique.
- Un bobinage induit ou secondaire
- La cuve ou enveloppe contenant le diélectrique.
- Les traversées isolantes (ou bornes).
- Les dispositifs de refroidissement.
- Le régulateur en charge.
- Un réservoir d'expansion.
- Les dispositifs de contrôle et de protection
- Le diélectrique (huile).

- **Appareils de mesure**

- **Transformateur de tension(TT) (figure...)**

Il est utilisé chaque fois que la tension dépasse 600v ; il permet l'utilisation de voltmètres calibrés : 100 V ou 150 V.

Il ne faut jamais court-circuiter le secondaire d'un TT, il doit être toujours à vide.

Pour le transformateur de tension TT (dit aussi transformateur de potentiel TP), les tensions normalisées sont :

- Au primaire en kV : 3,2-5,5-10-.....30.....63.....90.....225-380.
- Au secondaire : toujours 100v ou 150v.

- **Transformateur de courant(TC) (figure...)**

Il est utilisé chaque fois que le courant est important (dépassant 10 A). Il permet l'utilisation d'ampèremètres calibrés 1A ou 5A. Il ne faut jamais ouvrir le secondaire d'un TC, il doit être toujours en court circuit (fermé sur un ampèremètre) car il y a risque de surtension dangereuse au secondaire.

Les courants normalisés sont :

- Au primaire en A : 50, 100, 250, 300, 600,.....6400.
- Au secondaire : toujours 1 ou 5A.

## **5. La maintenance**

### **Démarche d'une maintenance basée sur la fiabilité (MBF)**

La MBF est un outil permettant d'optimiser les actions de maintenance programmées en tenant compte des critères suivants :

- La sécurité.
- La disponibilité (tenant compte d'un consensus fiabilité-maintenabilité).
- Qualité (délai, coût).
- La MBF a pour objectif :
  - De définir et de justifier en conception les actions de maintenance à mettre en place.
  - D'assurer et d'augmenter les performances des équipements en exploitation.
  - De déterminer les recommandations relatives aux enjeux technico-économiques (procédures, investissements, rénovation, etc.).

Les photos des diverses structures qu'on a visitées sont représentées ci-après.

➤ **Poste classique**



Figure 02 : Jeux de barres 400 kV.

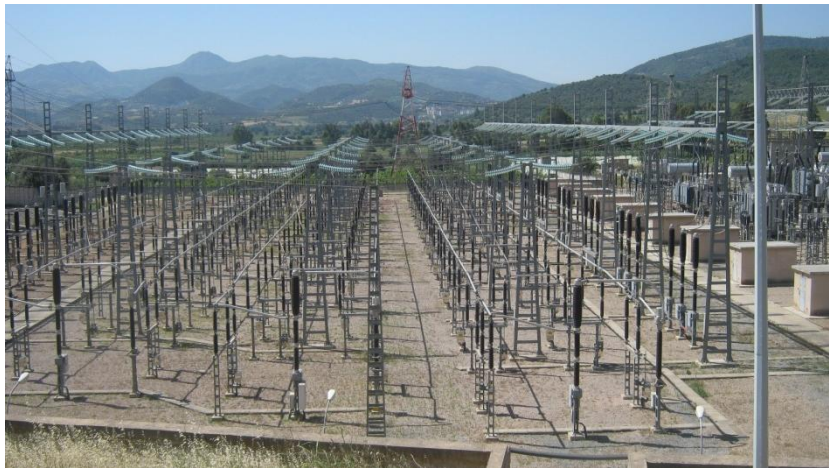


Figure 03 : Jeux de barres 220 kV.



Figure 04 : Jeux de barres 60 kV.



Figure 05 : Transformateur 400/220 kV.



Figure 06 : Parafoudres 400 kV.



Figure 07 : Transformateur 220/60 /10 kV.



Figure 08 : Transformateur 60/30 kV.





Figure 09 : Disjoncteur 400 kV.



Figure 10 : Disjoncteur 220 kV.

(compartiment en V)



Figure 11 : Disjoncteur 220 kV  
(un seul compartiment)



Figure 12 : Disjoncteur 60 kV.



Figure 13 : Station d'essai d'isolateurs  
sous pollution.



figure 14 : Sectionneur 400 kV.



Figure 15 : Sectionneur 220 kV.



Figure 16 : Sectionneur 60 kV.



## Poste blindé



Figure 17 : Transformateur 220/60/10 kV.



Figure 18 : Poste blindé (bloc 60 kV)

Isolé à l' $SF_6$ .



Figure 19 : Disjoncteur .



Figure 20 : Machine de traitement de gaz  $SF_6$ .



Figure 21 : Sectionneur au cours d'une révision.



Figure 22 : Transformateur de tension TP.





Figure 23 : Schéma d'une travée.



Figure 24 : Transformateur de courant TC.

## Mesures de sécurité

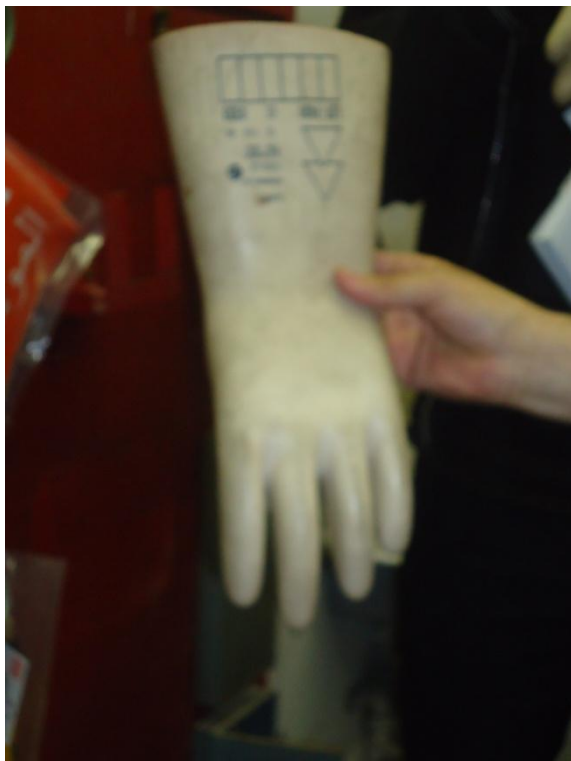


Figure 25 : Gangs isolants.



Figure 26 : Perches.



Figure 27 : Câble de mise à la terre.



Figure 28 : Band en bois.



Figure 29 : Vide technique.



Figure 30 : Mise à la terre des câbles HT.

## Cabine mobile



Figure 31



Figure 32



Figure 33



Figure 34