

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

UNIVERSITE MOULOUD MAMMARI DE TIZI-OUZOU



FACULTE DU GENIE ELECTRIQUE ET D'INFORMATIQUE
DEPARTEMENT D'ELECTROTECHNIQUE

Mémoire de Fin d'Etudes de MASTER ACADEMIQUE

Domaine : Sciences et Technologies

Filière : Génie Electrique

Spécialité : Réseaux électriques

Présenté par

Yamina MIMOUNI

Nouara SALHI

Thème

Caractérisation du polycarbonate avant et après vieillissement thermique

Mémoire soutenu publiquement le 30 / 09 / 2015 devant le jury composé de :

M Djaffar BOUGUEDAD

Maitre de conférence B, UMMTO, Président

M Mustapha MOUDOUD

Maitre de conférence A, UMMTO, Encadreur

M Ferhat BELABBAS

Ingénieur, Electro-industrie, CO-encadreur

M Youcef BOUTORA

Maitre de conférence A, UMMTO, Examineur

M M'Hand MEKIOUS

Maitre Assistant A, UMMTO, Examineur

Remerciements

Nous remercions Dieu de nous avoir donné la force physique et morale pour accomplir ce travail.

Nos vifs remerciement à l'encontre de notre promoteur Monsieur MOUDOUD MUSTAPHA qui a suivi de très près ce travail, pour son aide, et tous les conseils qu'il nous a prodigué pendant toute la durée de ce travail malgré ses nombreuses occupations.

Nos remerciements vont également à Mr BELABBAS, Mr DJIDJA, le personnel du laboratoire de physique et tous les personnels de l'entreprise Electro-Industries d'AZAZGA (ENEL).

Nous adressons nos plus vifs remerciements aux membres du jury pour l'honneur qu'ils nous font en acceptant la charge de juger ce travail.

Nous sommes reconnaissants envers nos enseignants auxquels nous devons notre formation en électrotechnique grâce à l'enthousiasme qu'ils ont su nous communiquer en tant qu'étudiants lors de notre cursus d'études à l'UMMTO.

Enfin, nous terminons nos remerciements à nos familles pour leur aide, compréhension, encouragements et soutien, qu'elles nous ont apporté tout le long de nos études.

Merci à tous.

DEDICACES

Je dédie ce travail :

*-A mes très chers parents qui ont fait de leurs mieux
pour que je réussisse dans mes
études.*

-A mes chères grande- mère.

*-A mes frères Younes, Mouhamed, Billal et sa femme
Siham et leurs enfants Amir et EL.Hadi.*

*- A mes sœurs Samia, Safia et son marie Yacine et sa
petite file HANAN.*

-A tout ma famille.

-A Tous mes amis.

YAMINA

DEDICACES

Je dédie ce travail :

- A mes très chers parents qui se sont donné beaucoup de sacrifices durant toute ma formation*
- A mon frères sofiane et ma sœur farida*
- A mes sœurs ouardia djamila et fatima , leur maris et leurs enfant.*
- A mes frères rabah, mohand et hamid , leurs femmes et enfants .*
- A tout ma famille.*
- A Tous mes amis.*

NOUARA



SOMMAIRE

SOMMAIRE

Introduction générale.....	1
----------------------------	---

CHAPITRE I : Généralité sur les polymères

I. Généralité sur les polymères	1
I.1 Introduction.	3
I.2 Définition du polymère	3
I.3 Architecture des polymères.....	3
I.3.1 Polymères à molécules linéaires	4
I.3.2 Polymères à molécules ramifiées	4
I.3.3 Polymères à molécules réticulés	5
I.4. Polymérisation	5
I.4.1.Types de polymérisation	5
A) Réaction de polyaddition	5
B) Réaction de polycondensation.....	6
I.4.2 Procédés de polymérisation.....	6
A) Polymérisation en masse	6
B) Polymérisation en solution	6
C) Polymérisation en suspension	7
D) Polymérisation en émulsion	7
I.5. Classification des polymères.....	7
I.5.1. Selon l'origine.....	7
I.5.2. Selon leur domaine d'application	8
I.5.3. Selon les propriétés	8
I.5.4. Selon la structure chimique	9
I.5.4.1. Polymères apolaire.....	9
I.5.4.2.Polymères polaire.....	9
I.6. Propriétés des polymères	9

I.6.1. Propriétés mécaniques	9
I.6.2. Propriétés physiques	10
I.6.3. Propriétés optiques	10
I.6.4. Propriétés thermique.....	11
I .6.5 . Propriétés électriques	11
I .6.6 . Propriétés chimiques	11
II. Présentation des polymères étudiés :.....	12
II.1 Introduction	12
II.2 Le polycarbonate	13
II.2.1. Synthèse	13
II.2.2 Formule moléculaire.....	14
II.3. Propriétés de polycarbonate	14
II.3.1. Propriétés électriques	14
II.3.2. Propriétés mécanique	16
II.3.3. Propriété thermique	17
II .4.Principales caractéristiques du Polycarbonate	17
III. Conclusion.....	18

CHAPITRE II : effet de vieillissement sur les propriétés des polymères

II.1 Introduction	19
II.2 Vieillissement physique	19
II.2.1 Le fluage	19
II.2.2. La relaxation	19
II.2.3. Modification de la morphologie	20
II.2.4. Avec transfert de masse	20
II.2.5. Sans transfert de masse.....	21
II.3 influence de vieillissement physique sur les propriétés du polymère	21
II.4 Vieillissement chimique	21
II.4.1. Réaction d'oxydation.....	22
II.4.2. Réaction de réticulation	22
II.4.3. Réaction de dépolymérisation	22
II.4.4. Réaction de coupure de chaînes statiques	23
II.5. Le Vieillissement électrique	24

II.6. Vieillessement thermique	24
II.7 Vieillessement mécanique.....	24
II.8. Influence du vieillessement thermique sur les propriétés électriques des polymères	25
1) Résistivité transversale	25
2) Permittivité relative.....	25
3) Le facteur de dissipation	26
II.9. conclusion.....	26

Chapitre III : Techniques expérimentales

III.1. Préparation des échantillons.....	27
III.1.1. Découpage des éprouvettes	27
III.2.Dispositif expérimentaux	28
III.2.1. Vieillessement thermique	28
III.2.2.Conditionnement des éprouvettes	29
III.2.3.Dispositifs des essais électriques.....	30
Le Spintermètre	30
Le LCR mètre	30
III.2.4.Dispositif pour les essais mécaniques	30
III.3.Mesure des propriétés de polycarbonate	31
III.3.1. Mesure des propriétés électriques	31
III.3.1.1. Mesure de la permittivité relative ϵ' , facteur de pertes diélectrique $tg\delta$ et la résistance d'isolement	31
III.3.1.2.Mesure de la rigidité diélectrique	32
III.3.2.Essais mécaniques	32
III.3.2.1.Mesure de la résistance à la traction	32
III.3.2.2.Mesure de l'allongement a la rupture	33
III.4. . Microscopie électronique à balayage (MEB)	33
III.4.1.Préparation des échantillons.....	33
III.5. CONCLUSION	33

IV. Résultats et discussions :

IV.1. Influence du vieillissement thermique sur les propriétés diélectrique	34
IV.1.1. Rigidité diélectrique	34
IV.1.2. Permittivité relative	35
IV.1.2.1. Variation de permittivité relative en fonction de temps de vieillissement.....	35
IV.1.2.2. Variation de permittivité relative en fonction de la fréquence.....	37
IV.1.3. Résistance d'isolement	39
IV.1.3.1. Variation de la résistance d'isolement en fonction de temps de vieillissement.....	39
IV.1.3.2. Variation de la résistance d'isolement en fonction de fréquence.....	41
IV.2. Influence du vieillissement thermique sur les propriétés mécanique.....	44
IV.2.1. La résistance à la traction	44
IV.2.2. Allongement à la rupture (A %)	45
III.3. Analyse au MEB	46
III.4. Conclusion.....	49
Conclusion générale	51

Liste des figures

-Figure I. Structure d'un polymère à base de monomères –A–.....	3
-Figure I.2. Polymère à molécules linéaires.....	4
-Figure I.3. Polymère à molécules ramifiées	4
-Figure I.4. Polymère à molécules réticulée	4
-Figure II.1. Synthèse de polycarbonate de bisphénol A.....	13
-Figure II.2. Représentation de la molécule de polycarbonate.....	14
-Figure II.3. Variation de la résistivité transversale en fonction de la température.....	25
- Figure II.4. Variation de la permittivité relative en fonction de la température.....	25
-Figure II.5. Variation du facteur de dissipation en fonction de la température.....	26
-Figure III.1. Eprouvette circulaire et sous forme d'haltère.....	27
-Figure III.2. Dimensions d'une éprouvette sous forme d'haltère	28
-Figure III.3. Etuve thermo ventilée	28
-Figure III.4. Dessiccateur	29
-Figure III.5. LCR mètre.....	29
-Figure III.6. Machine de la traction	30
-Figure IV.1. Variation de la rigidité diélectrique en fonction de temps de vieillissement.....	34
-Figure IV.2.1.a. Permittivité relative à $f=1\text{kHz}$	35
-Figure IV.2.1.b. Permittivité relative à $f=5\text{kHz}$	36
-Figure IV.2.1.c. Permittivité relative à 10kHz	36
-Figure IV.2.2.a. Permittivité relative de 90°	37
-Figure IV.2.2.b. Permittivité relative de 100°	38
-Figure IV.2.2.c. Permittivité relative de 110°	38
-Figure IV.2.2.d. Permittivité relative de 120°	39
-Figure IV.3.1.a. Résistance d'isolement à $f=1\text{kHz}$	40
-Figure IV.3.1.b. Résistance d'isolement à $f=5\text{kHz}$	40

-Figure IV.3.1.c. Résistance d'isolement à $f=10\text{kHZ}$	41
-Figure IV.3.2.a. Résistance d'isolement à 90°	42
-Figure IV.3.2.b. Résistance d'isolement à 100°	42
-Figure IV.3.2.c. Résistance d'isolement à 110°	43
-Figure IV.3.2.d. Résistance d'isolement à 120°	43
-Figure IV.5. Résistance à la traction en fonction de temps de vieillissement	45
-Figure IV.5.L'allongement à la rupture en fonction de temps de vieillissement.....	46
-Figure IV.6.1. Micrographies SEM du PC vierge	47
-Figure IV.6.2. Micrographies SEM du PC vieilli à 90° thermiquement pendant 50 jours...	48
-Figure IV.6.3. Micrographies SEM du PC vieilli à 100° thermiquement pendant 50 jours.	48
-Figure IV.6.4. Micrographies SEM du PC vieilli à 120° thermiquement pendant 50 jours.	49

Liste des tableaux

-Tableau II.1. Principales applications du polycarbonate	10
-Tableau II.2 .Propriétés diélectriques des polycarbonates.....	13
-Tableau II.3. Caractéristiques mécaniques (valeurs moyennes) des polycarbonates	14
-Tableau II.4. Propriétés thermiques du polycarbonate (source Poretics)	15

A graphic of a scroll with a black outline and a light gray shadow. The scroll is unrolled, showing the word "INTRODUCTION" in a bold, black, serif font. The scroll has a vertical strip on the left side and a small circular detail at the top right corner.

INTRODUCTION

INTRODUCTION GENERALE

Depuis leur découverte au début du siècle dernier, les isolants organiques solides ou polymères n'ont cessé d'évoluer. Ces matériaux peu onéreux et facilement recyclables [40] sont utilisés dans plusieurs domaines qui s'étendent de la microélectronique à l'industrie aéronautique et spatiale en passant par la médecine. Vu leurs excellentes propriétés isolantes, leur grande résistance aux attaques chimiques et leurs bonnes caractéristiques mécaniques [41], le domaine du génie électrique leur accorde actuellement de plus en plus d'investigation. En effet, la plupart des technologies dépendantes de l'énergie électrique sont soumises à des contraintes de vieillissement qui conditionnent la fiabilité des systèmes électriques, [42].

L'isolation électrique est un élément critique dans les appareils fonctionnant sous haute tension. La durée de vie d'un matériel étant souvent liée à la durée de vie de son isolation, beaucoup de travaux ont pour objet la compréhension des mécanismes de vieillissement des matériaux utilisés comme isolants électriques.

Un grand nombre de facteurs agissent plus au moins directement et influent sur la durée de vie des polymères. On distingue habituellement le vieillissement qui est lié essentiellement à l'instabilité des états thermodynamique du matériau polymères. Les phénomènes de vieillissement ont des origines très diverses. Nous pouvons recenser des contrainte "classique" de type électrique, thermique, ou mécanique, mais également des contrainte plus difficile a cerner comme l'humidité, la présence anormale d'un type de molécules (impuretés) ou encore l'existence de radiations. Le vieillissement thermique peut avoir comme conséquences une dégradation des propriétés mécanique, des propriétés électriques ainsi qu'une influence sur les propriétés physiques comme par exemple rétrécissement du matériau ou un changement de couleurs et une perte de masse, [24].

Généralement, les matériaux isolants soumis à une contrainte thermique ou électrique vieillissent lentement. Etudier le vieillissement sous conditions normales de service nécessite plusieurs années. Ainsi, pour pouvoir analyser ce comportement au laboratoire, on accélère son vieillissement. Les paramètres expérimentaux sont choisis en fonction des conditions de service sous lesquelles l'isolant sera exposé. En effet, l'expérimentation doit être la plus représentative possible du cas réel et pour éviter la dispersion des résultats, il est impératif de procéder à plusieurs séries de mesures, [42] .

Les thermoplastiques comme le polycarbonate ayant une croissance rapide sur le marché sont largement réponsus dans les applications extérieures. Ils présentent un ensemble de caractéristique mécanique, optique, thermique et électrique de très haut niveau.

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés à étudier le comportement de polycarbonate (PC) soumis à un vieillissement thermique à des températures différentes de 90°C, 100°C, 110°C et 120°C. Les conséquences sur quelque propriétés mécaniques, électriques et physiques de ce polymère et d'interpréter les résultats trouver.

Pour mieux comprendre et cerner les mécanismes de vieillissement, des éprouvette de PC ont été vieillies à des températures de vieillissement de 90°C, 100°C, 110°C et 120°C, dans des étuves et en suite des échantillons ont été prélevé périodiquement et soumis aux différentes essais pour surveiller l'évolution des propriété du matériau en fonction de temps de vieillissement.

Ce travail est devisé en quatre parties :

Le premier chapitre est consacré à une synthèse bibliographique, qui comporte des généralités sur les polymères et de présenter le matériau étudié.

Le deuxième chapitre portera sur le phénomène de vieillissement et leur effet sur les polymères.

Le troisième chapitre est réservé aux techniques expérimentales dans lequel nous avons présenté les différents dispositifs d'essais et de mesure utilisé.

Dans le quatrième chapitre, nous exposons les résultats d'essais et les interprétations éventuelles.

Enfin, nous terminons notre travail par une conclusion générale.



CHAPITRE I :
GENERALITES SUR LES POLYMERES

I. Généralités sur les polymères

I.1 Introduction

Le premier polymère entièrement synthétique, la Bakélite, a été synthétisé la première fois en 1909 par L. Baekeland. Le concept de macromolécules a été établi par H. Staudinger (prix Nobel de Chimie 1953) dans les années 1920. C'est aussi dans les années 1920 que W.H. Carothers de la Compagnie Dupont de Nemours et son équipe ont réalisé la synthèse d'un matériau macromoléculaire : le polyamide. Les premières fibres de polyamide 6-6 ont été élaborées dès 1935 et ont été commercialisées en 1939. Il existe également des polymères naturels comme l'ambre, l'ADN et les protéines [1, 2].

L'objectif de ce chapitre est de donner des généralités sur les polymères et également de présenter le matériau polymère faisant l'objet de ce mémoire le polycarbonate.

I.2 Définition du polymère

Un polymère est un matériau composé de longues chaînes moléculaires appelées macromolécules. Ces dernières sont des molécules résultant de l'enchaînement covalent de motifs - A— appelés monomères comme le montre la figure I.1. Le nombre «n» représente le degré de polymérisation du matériau [3].



Figure I.1. Structure d'un polymère à base de monomères -A- [3].

I.3 Architecture des polymères :

Les polymères peuvent être soit à molécules linéaires, à molécules ramifiées ou à molécules réticulées [4].

I.3.1 Polymères à molécules linéaires :

Ils sont formés de molécules dites linéaires dont le squelette principal de la chaîne est constitué par des atomes de carbone ou par d'autres groupes d'atomes (groupement phényle). Les molécules linéaires peuvent être flexibles et souples, et ne forment pas de réseaux tridimensionnels stables ; elles sont souvent enchevêtrées et forment des nœuds physiques de réticulation qui peuvent disparaître soit par élévation de la température soit sous contrainte mécanique (Figure I.2).

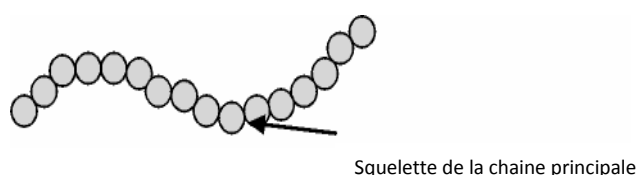


Figure I.2. Polymère à molécules linéaires

I.3.2 Polymères à molécules ramifiées :

Le squelette d'une molécule linéaire peut comporter des branches latérales, c'est-à-dire d'autres petites molécules identiques branchées latéralement sur le squelette de la chaîne principale ; ce sont les ramifications. Dans ce cas la macromolécule comporte plusieurs extrémités (> 2). Ces molécules ne forment pas de réseau tridimensionnel (Figure I.3).

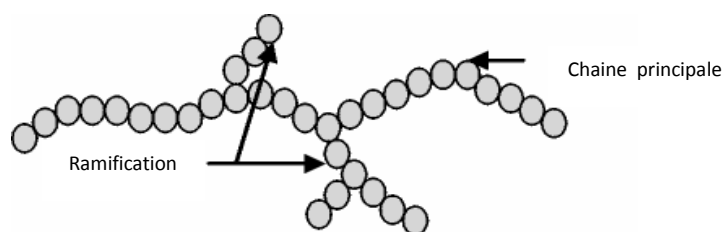


Figure I.3. Polymère à molécules ramifiées.

I.3.3 Polymères à molécules réticulés :

On peut construire un réseau tridimensionnel de macromolécules en les reliant chimiquement entre elles. Le point de jonction entre deux chaînes est appelé le nœud de réticulation (nœud chimique) ; ces polymères sont dit réticulés, ce sont en générale les élastomères et les thermodurcissables. (Figure I.4).

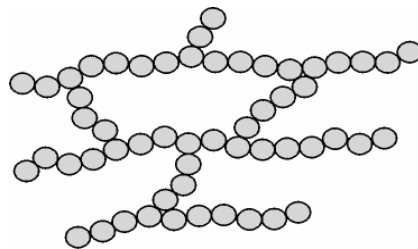


Figure I.4. Polymère à molécules réticulées

I.4. Polymérisation :

Certaines molécules, appelées monomères, peuvent s'associer bout à bout sous l'action de la chaleur, de la pression et du rayonnement ultraviolet ou de catalyseurs « amorceurs » qui sont le plus souvent des peroxydes. Cette association peut aussi se produire naturellement sans intervention extérieure, mais il faut un temps beaucoup plus long. Ceci explique la difficulté de la conservation prolongée de certains monomères [5].

I.4.1. Types de polymérisation : On distingue habituellement deux grandes méthodes de synthèses des polymères.

A. Réaction de polyaddition :

C'est une réaction en chaîne dans laquelle un centre actif initial permet la formation de macromolécules par réunion de molécules simples ou monomères.

La mise en route et le développement des réactions de polyaddition ou polymérisation nécessitent la création de centre actif dans le monomère. Ces centres actifs fixent de nombreuses molécules de monomères et la croissance de la macromolécule résulte d'addition

successive. La composition centésimale de la macromolécule est identique à celle du monomère, la masse moléculaire par contre a augmenté [7].

B. Réaction de polycondensation :

La polycondensation fait intervenir des réactions classiques de la chimie organique avec élimination d'un résidu simple. La croissance macromoléculaire est le résultat de réaction entre les groupes fonctionnels réactifs des précurseurs. [6]

Les réactions de polycondensation se produit dans les conditions ou réagissent habituellement les groupes fonctionnels concernés, par simple chauffage ou en présence d'un catalyseur. Les réactions de ces groupes par étapes successives sont tous identiques et les espèces intermédiaires plus au moins condensées ont la même réactivité que les précurseurs [7]

I.4.2 Procédés de polymérisation : d'une façon générale la polymérisation peut se faire en masse, en solution, en suspension ou en émulsion.

A) Polymérisation en masse :

Dans ce procédé, le monomère liquide (ou un oligomère solide) est polymérisé en présence uniquement de l'initiateur de polymérisation (catalyseur) indispensable au démarrage de la réaction [8]. Généralement, la réaction ne peut avoir lieu que sous des pressions et températures élevées. L'appareillage utilisé est donc complexe. Le polymère présente une pureté élevée [9].

B) Polymérisation en solution :

Le monomère et les catalyseurs s'il y a lieu, sont dissous dans un solvant. Ce procédé permet d'opérer à des températures plus basses et d'extraire plus efficacement la chaleur de réaction. Comparé à la polymérisation en masse, il nécessite une opération supplémentaire ; la séparation du polymère et du solvant. Par ailleurs, les impuretés du solvant sont susceptibles de polluer le polymère [9].

C) Polymérisation en suspension :

On disperse un monomère insoluble dans l'eau en gouttelettes de 10 μ m à 5mm par agitation rapide dans une phase aqueuse qui est ensuite additionnée avec un agent stabilisateur.

On introduit dans le monomère, avant sa dispersion, un amorceur comme le peroxyde de Benzoyle, qui est soluble en milieu organique. Le monomère en suspension est ensuite polymérisé à une température comprise entre 80°C et 110°C. A la fin de la réaction, le polymère se trouve sous forme de perles si le polymère et le monomère sont solubles l'un dans l'autre, ou sous forme de granulés s'ils ne le sont pas [10].

D) Polymérisation en émulsion :

L'utilisation des agents émulsionnant (savons, acides gras sulfonés,...) conduit à une émulsion de particules plus petites. On polymérise à l'aide d'un catalyseur soluble dans l'eau.

Par ce procédé on obtient des produits de masse moléculaire plus grande. Mais les agents émulsionnants sont très difficilement éliminés [5].

I.5. Classification des polymères :

Les polymères peuvent être classés selon divers critères qui ne s'excluent pas les uns des autres.

I.5.1. Selon l'origine:

On peut classer les polymères en trois groupes :

Les polymères naturels : on est entouré de polymères naturels, tels que la cellulose, le caoutchouc et les résines;

Les polymères artificiels : dérivés des polymères naturels : nitrate et acétate de cellulose, ébonite (caoutchouc fortement réticulé par le soufre) [11] ;

Les polymères synthétiques : produits dans des réactions de polymérisation en chaîne ou de polycondensation [11].

I.5.2. Selon leur domaine d'application :

Les polymères de grande diffusion : dont la production annuelle s'évalue par millions de tonnes (polyéthylène, le polystyrène).

Les polymères techniques : ont des caractéristiques mécaniques qui leur permettent de se substituer aux matériaux traditionnels ex : polyamides.

Les polymères spéciaux : c'est dans cette catégorie que se trouvent les polymères Conducteurs, thermostables...

I.5.3. Selon les propriétés :

Une des propriétés mises en cause est l'influence d'une élévation de température. Une autre est le comportement élastique. Il en résulte qu'on distingue trois grandes familles [11] : les thermoplastiques, les thermodurcissables et les élastomères.

Les thermoplastiques : sont malléables et fusibles à températures élevée. Les plus courant sont le polyéthylène, le plexiglas, les textiles de type nylon. Chauffés, ces plastiques fondent, se vaporisent et brûlent [12].

Les thermodurcissables : se solidifient à température élevée et gardent leur forme lorsque celle-ci décroît. Les plus utilisés sont le polyuréthane, les résines phénoliques. Exposé à la chaleur, ces plastiques, ne fondent pas ; ils se décomposent en dégageant des produits volatiles accompagnés de résidus carbonisés [12].

Les élastomères : ils comprennent, le caoutchouc naturel, le caoutchouc synthétique et le caoutchouc de silicones. Tous doivent subir dans leur préparation une vulcanisation qui a pour but de diminuer leur plasticité et d'augmenté leur élasticité. Les caoutchoucs synthétiques sont, en générale, plus résistants au vieillissement et plus imperméables aux gaz et à la vapeur d'eau. Ils résistent mieux aux solvants et leur composition est plus constante [13].

I.5.4. Selon la structure chimique :

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 apolaire et en polymères polaire.

I.5.3.1. Polymères apolaire :

Ils sont généralement de très bons isolants avec un indice de pertes faible, 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. Ils contiennent, en générale, que de carbone et de l'hydrogène ou bien ils contiennent des atomes électronégatifs tels que le fluor ou le chlore placés symétriquement le long de la chaîne carbonée. Parmi ces polymères on trouve le polypropylène, polyisobutylène, polyéthylène et, polystyrène [39].

I.5.3.2. Polymères polaire :

Ils 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 pertes élevé (10^{-2} à 10). On trouve, le polychlorure de vinyle, poly fluorure de vinylidène, le poly méthacrylate de méthyle, les polycondensats tels que les polyamides ou les polyesters thermoplastiques polyéthylène téréphtalate [39].

I.6. Propriétés des polymères :

Les polymères présentent plusieurs propriétés intéressantes pour cela leur domaine d'utilisation est très large et très varié.

I.6.1. Propriétés mécaniques :

La rigidité des polymères n'est pas due à la cohésion qui existe entre tous les atomes constitutifs du matériau ; elle résulte plutôt des interactions secondaires entre les macromolécules que sont les chaînes. Par conséquent, on ne peut plus relier directement le module d'élasticité des polymères à l'énergie de cohésion du matériau, à moins de considérer cette dernière comme l'énergie qui existe dans un ensemble de macromolécules et non plus dans un ensemble d'ions ou d'atomes [14].

Les propriétés mécaniques des polymères dépendent éventuellement de la masse molaire et de la cristallinité, parmi lesquelles nous pouvons citer [14].

- La résistance à la traction variant de 9 à 23MPa ;
- L'allongement à la rupture variant de 150 % à 1000 % ;
- Le module d'élasticité en traction variant de 200 à 500 MPa.

I.6.2. Propriétés physiques :

Les propriétés physiques des matériaux polymères sont une moyenne de celles des composants quand il s'agit de la masse volumique. Pour le reste, ces matériaux sont souvent inhomogènes et il n'y a pas de règle d'addition pour prévoir les propriétés à partir de celles des composants [14].

I.6.3. Propriétés optiques :

La propriété optique d'intérêt pour la lumière visible est la transparence, c'est-à-dire l'absence de diffusion et d'absorption dans le visible. Certains groupes chimiques absorbent la lumière et une coloration apparaît. Elle passe du jaune au rouge à mesure que la longueur d'onde absorbée croît. L'indice de réfraction dépend de la nature des atomes et des liaisons qui les relient. Comme pour tous les produits organiques, on peut calculer par addition d'incrémentes la réfraction moléculaire R [14].

$$R = \frac{n^2 - 1}{n^2 + 2} \frac{M}{D} \quad (\text{I.1})$$

Ou :

n : indice de réfraction.

M : la masse molaire (de l'ensemble).

D : la masse volumique.

I.6.4. Propriétés thermique :

Les propriétés thermiques des polymères sont, comme les métaux, reliées au coefficient de dilatation linéique et la conductivité thermique. Le coefficient de dilatation linéique est fonction du type de liaisons qui assurent la cohésion de l'ensemble des atomes ou des

molécules du matériau, et il est autant plus élevé que l'intensité des liaisons est plus faible. Cette caractéristique rend les matières plastiques intéressantes quand on les utilise comme isolants thermiques (notamment sous forme de mousse) [15].

I.6.5 . Propriétés électriques :

Les matières plastiques ont une résistivité très élevée (entre 10^{15} et 10^{18} $\Omega.cm$) et constituent par conséquent d'excellents isolants électriques. Cette résistivité peut varier, en surface surtout, avec la prise d'humidité [15]. Les variations du champ électrique alternatif provoquent des mouvements moléculaires et une consommation d'énergie transformée en chaleur et qui se traduit par une perte diélectrique qui dépend de la fréquence [14]. La rigidité diélectrique caractérise l'aptitude du matériau à supporter des tensions élevées sans perforation (claquage) [16].

I.6.6 . Propriétés chimiques :

Le comportement chimique des polymères dépend de leur accessibilité aux agents extérieurs. Sous la chaleur, les thermoplastiques fondent et les thermodurcissables peuvent se décomposer sans fondre mais en émettant des vapeurs ou des liquides inflammables [14]. C'est la nature chimique du polymère et sa réticulation qui prédominent pour la résistance aux agressions chimiques à la température et au gonflement par les solvants.

II. Présentation de polymère d'étude:

II.1 Introduction :

Notre projet porte sur l'étude du comportement diélectrique et mécanique du polycarbonate après vieillissement thermique. En effet, ce polymère est largement utilisé dans de nombreux domaines d'application comme l'industrie du génie électrique du fait de ses diverses propriétés telles que sa transparence, sa stabilité thermique et sa résistance à l'impact.

Les principales applications de ce polymère sont données par le tableau II.1.

Le choix de ce polymère est dicté par le fait qu'il commence à être largement utilisé dans l'industrie du génie électrique telle que la nanotechnologie et un peu de travaux lui sont consacrés.

Polymère	Application
PC	<ul style="list-style-type: none">- Electricité : fiches, prises, compteurs, sécurité, sûreté.- Eclairage : globes, diffuseurs, feux de signalisation, plaques alvéolaires.- Electroménager : bols mélangeurs, portes de fours à micro-ondes.- Médical : boîtiers de dialyseurs et Médias optiques.- Automobile : phares, vitres de sécurité.-Appareillage électrique et électronique.-Carte de protection, Protection des machines.-Bâtiment et construction.-Électromécanique : capot de relais, cadrans téléphoniques.-Sécurité : lunettes, casques, masques de protection.

Tableau II.1. Principales applications du polycarbonate [23].

II.2. Présentation du polycarbonate :

Le polycarbonate (PC) a reçu ce nom parce qu'il fait parti de la famille des polymères ayant des groupes fonctionnels liés entre eux par groupes de carbonate dans une longue chaîne moléculaire [22].

Ce matériau difficilement inflammable découvert en 1953 par trois chercheurs travaillant pour Bayer AG, Schnell, Bottenbruch et Krimm. Sa première mise sur le marché en 1958. Il est commercialisé sous plusieurs noms : Makrolon de Bayer SA, Lexan de Sabic, Xantar de DSM ou Durolon d'Unige.

II.2.1. Synthèse de polycarbonate :

Le PC est un thermoplastique linéaire amorphe dont le monomère est le carbonate. Il est obtenu par synthèse du bisphénol A et du phosgène [20]. Il y a deux méthodes sont possibles pour fabriquer le PC.

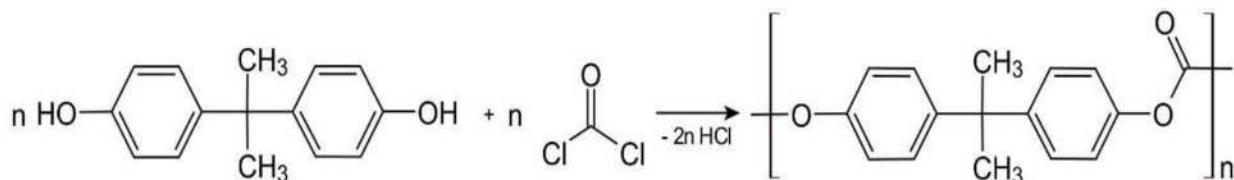


Figure II.1. Synthèse de polycarbonate de bisphénol A

A. La polycondensation :

C'est la méthode la plus répandue et 95% des polycarbonates sont produits par cette chimie de polymérisation. Une solution aqueuse de bisphénol A et de soude réagit avec du phosgène. L'usage du phosgène doit être contrôlé pour limiter le coût de la production du PC [20].

B. La transesterification :

C'est une méthode qui fait intervenir le bisphénol A avec du carbonate de diphenyle, en présence d'un catalyseur et à chaud (150° à 350°) [20].

II.2.2. Formule moléculaire :

La formule moléculaire du PC est comme suit [21].

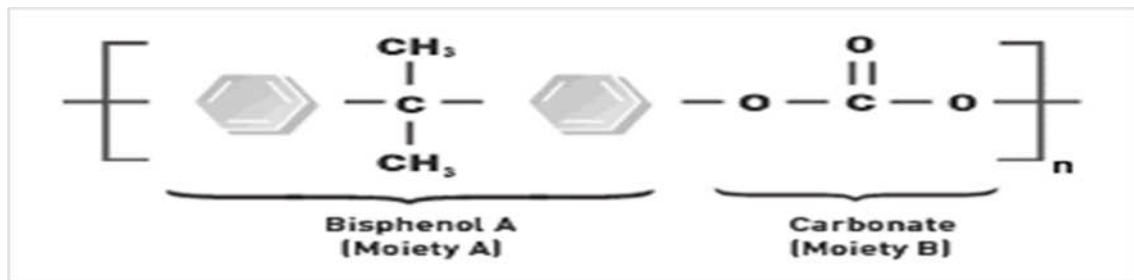


Figure II.2. Représentation de la molécule de polycarbonate.

II.3. Propriétés de polycarbonate :

Les polycarbonates sont des matières plastiques amorphes et transparentes, très résistantes à la chaleur. Dans l'intervalle des masses moléculaires comprises entre 20 000 et 35 000, les polycarbonates se prêtent à la mise en œuvre par injection et extrusion.

La viscosité du polymère fondu augmente avec la masse moléculaire. Cette dernière détermine les propriétés rhéologiques à l'état fondu, donc le comportement au cours de la mise en œuvre, et également les propriétés mécaniques et physiques dont vont dépendre les qualités d'usage de l'objet fini. La classification des différents types de polycarbonates a donc été fondée sur la masse moléculaire [19].

II.3.1. Propriétés électriques :

Les propriétés diélectriques des polycarbonates sont indiquées dans le tableau II.2.

Tableau II.2. Propriétés diélectriques des polycarbonates

Propriété	Unité	sans fibres de verre	Polycarbonate + 30 % de fibres courtes	+ 20 % de fibres longues	Norme (1)
Rigidité diélectrique à sec (2)	kV/m	30	30	30	CEI 243 DIN VDE 0303/section 2
Résistance superficielle à sec	Ω	10^{15}	10^{14}	10^{14}	CEI 93 I DIN VDE 0303/section 3
Résistivité transversale à sec	$\Omega \cdot \text{cm}$	10^{16}	10^{16}	10^{16}	I CEI 93 I DIN VDE
Permittivité relative à sec (3) — à 50 Hz — à 1 kHz — à 1 MHz		3,0 3,0 2,9	3,3 3,3 3,3	3,2 3,2 3,2	CEI 250 DIN VDE 0303/section 4
Facteur de dissipation diélectrique (tan δ) (3) — à 50 Hz — à 1 kHz — à 1 MHz		9×10^{-4} 10^{-3} 10^{-2}	9×10^{-4} 10^{-3} 9×10^{-3}	9×10^{-4} 10^{-3} 9×10^{-3}	CEI 250 DIN VDE 0303/section 4
Indice de résistance au cheminement : — méthode A — méthode B	(3)	100 M (4) 275	100 M (4) 175	100M(4) 175	CEI 112 1 DIN VDE 0303/section 1
Effet de corrosion électrolytique	(3)	A 1	A 1	A 1	CEI 426 DIN VDE 0303/section 6

(1) CEI : Commission Électrotechnique Internationale

DIN : Deutsches Institut für Normung

VDE : Verband Deutscher Electrotechniker

Pour les normes équivalentes AFNOR et ISO, se reporter, dans ce traité, à l'article *Plastiques*.

Essais normalisés. Essais électriques [AM 3 530].

(2) Mesurée sous 50 Hz et 0,5 kV/s dans de l'huile de transformateur sur des éprouvettes de 1 mm d'épaisseur.

(3) Classification par tranches.

(4) C'est-à-dire mesure effectuée dans la solution B à $0,1 \pm 0,02$ % en masse de chlorure d'ammonium + $0,5 \pm 0,02$ % en masse de sulfonates alkyl naphthalène de sodium dans de l'eau distillée ou dés ionisée.

II.3.2. Propriétés mécanique : Les propriétés mécaniques des polycarbonates sont indiquées dans le tableau II.3

Tableau II.3. Caractéristiques mécaniques (valeurs moyennes) des polycarbonates

Propriété	Unité	sans fibres de verre(1)	Polycarbonate + 30 % de fibres	+ 20 % de fibres longues	Norme (2)
Propriétés en traction :					
- résistance à la rupture	N/mm ²	72	60		ISO R 527
- allongement à la rupture	%	120	3,5		
- contrainte à 1 % d'allongement	N/mm ²	(3)	65	110	
- allongement au seuil d'écoulement haut.....	%	(3)	2,3	3,5	
- limite d'allongement	N/mm ²	63	(3)	90	
- allongement au seuil d'écoulement bas	%	6	(3)	3	
	N/mm ²	2 400	5 800	6 000	DIN 53 455
					DIN 53 457-t
Propriétés en compression :					
- contrainte au seuil d'écoulement	N/mm ²	75	110	125	DIN53 454
- allongement au seuil d'écoulement	%	7	4,5	5	ISO 604
Propriétés en flexion :					
- résistance à la flexion	N/mm ²	(3)	135	1 6 0	ISO 178 DIN 53 452 IDIN 53 452
- déformation superficielle	%	(3)			
- contrainte de flexion limite à 3,5 %	N/mm ²	6	5	
			
Fluage en traction :					
- module de fluage EC/1 000 h	N/mm ²	1 700	5 000	5 400	ISO 899 DIN 53 444
- résistance au fluage pour 1 000 h	N/mm ²	> 45	> 50	> 65	
Comportement au choc :					
- résistance au choc Charpy à 23°C			35	40	ISO 179.DIN 53 453 ASTM D 256
- résistance au choc Charpy à - 40°C	kJ/m ²	(4)			
- résilience Charpy à 23°C	kJ/m ²	(4)	35	40	
- résilience Izod à 23°C	kJ/m ²	> 30	6	12	
	J/m	> 800	75	125	
Dureté à l'empreinte H 30	N/mm ²	110	150	150	ISO 2039 I DIN 53 456

Type standard de masse moléculaire moyenne. (3) Ne peut pas être déterminé avec précision.

(1) ISO : International Organization for Standardization (4) Éprouvettes intactes : pas de rupture.

DIN : Deutsches Institut für Normung

ASTM : American Society for Testing and Materials

Pour les normes équivalentes AFNOR et ISO, et la description des méthodes

d'essais, se reporter à l'article *Essais thermomécaniques et rhéologiques à l'état*

solide. Actualisation [A 3 512], dans ce traité.

II.3.3. Propriété thermique :

Voici quelques propriétés thermiques du polycarbonate en conditions ambiantes [18] :

Propriété	Valeur
Températures d'utilisation	de -40°C à 150°C
Conductivité thermique (c)	0,2 W.m ⁻¹ .K ⁻¹
Capacité calorifique (Cp)	1,2 J.g ⁻¹ .K ⁻¹
Vitesse du son (Vs)	2270 m.s ⁻¹
Masse volumique (p)	1,2 g.cm ⁻³
Coefficient de dilatation thermique	65-70 × 10 ⁻⁶ K ⁻¹

Tableau II.4. Propriétés thermiques du polycarbonate (source Poretics).

II .4.Principales caractéristiques du Polycarbonate :

Voici quelque caractéristique du polycarbonate.

- bonne résistance mécanique,
- bonne résistance au fluage,
- résistance aux chocs exceptionnelle,
- température de déformation sous charge élevée,
- faible reprise d'humidité,
- bonne stabilité dimensionnelle,
- transmission lumineuse élevée (jusqu'à 90 %),
- légèreté (la moitié de la densité du verre à vitres),
- bonne résistance aux intempéries,
- bonne propriété d'isolation électrique,
- bonne résistance aux rayonnements à haute énergie,
- auto-extinguible,
- facilement usinable,
- Solidité et rigidité élevées,
- Grande résistance à la déformation thermique,
- Stabilité chimique moyenne.

II.5. Conclusion :

Dans la première partie de ce chapitre nous avons donné quelques rappels sur les polymères. En effet, nous avons donné les définitions de leurs différentes structures et caractéristiques. Nous avons aussi classé les polymères selon leurs propriétés.

Dans la deuxième partie du chapitre, nous avons présenté le matériau choisis pour ce projet. En effet, la structure, les caractéristiques et quelques exemples de leurs applications dans l'industrie du génie électrique sont donnés.

A decorative border resembling a scroll, with a vertical strip on the left and rounded corners on the right. The scroll is outlined in black and has a light gray shaded area on the left side.

CHAPITRE II :

EFFET DU VIEILLISSEMENT SUR LES PROPRIETES DES POLYMERES

II.1.Introduction :

Le vieillissement est défini comme étant une dégradation provoquant un processus irréversible qui entraîne un changement significatif dans la structure du matériau. Le changement est classiquement caractérisé par une perte des propriétés initiales (Poids moléculaire, structure moléculaire, résistance à la traction). Les différents mécanismes responsables de la dégradation des polymères peuvent être classés en deux grandes catégories : le vieillissement physique et le vieillissement chimique.

II.2. Vieillissement physique :

Ce type de vieillissement correspond à tout processus conduisant à une modification des propriétés d'utilisation du matériau sans qu'il y ait modification de la structure chimique de ce dernier. Il englobe les phénomènes de vieillissement sous contrainte mécanique, les phénomènes de relaxations, les phénomènes liés au transfert de masse (pénétration de solvants, migration d'adjuvants) et les phénomènes de surface. [23]

II.2.1.Le fluage :

Le fluage est un phénomène physique caractérisant l'évolution de la déformation d'un matériau soumis à une contrainte constante au cours du temps. Pour un matériau donné, la déformation est fonction de niveau de la contrainte, la durée d'application et de la température [24].

II.2.2.La relaxation :

Elle peut être définie comme la disparition progressive spontanée de l'état de la contrainte d'un corps auquel on a imposé et maintenu une déformation limitée.

II.2.3.Modification de la morphologie

Le vieillissement physique interne est uniquement lié à des causes internes au matériau (mobilité moléculaire), c'est à dire au fait que le matériau est au terme de sa

mise en œuvre, dans un état thermo dynamique instable. Le vieillissement résulte alors d'une évolution plus ou moins lente vers un état plus stable. Le vieillissement physique est donc lié à la mobilité moléculaire et sera d'autant plus rapide que la température est élevée, et d'autant plus faible que l'histoire thermique en fin de mise en œuvre aura permis au matériau d'atteindre l'état de stabilité [25].

II .2.4.Avec transfert de masse :

Consistant en une absorption/désorption de matière par le matériau (pénétration de solvants, migration d'adjuvants, etc.) [26].

❖ Pénétration d'un solvant :

Elle conduit généralement à une plastification du polymère. La plastification apparaît lorsque les molécules de solvant s'introduisent dans le réseau macromoléculaire. Ceci produit des désordres qui affaiblissent, voire même détruisent les liaisons secondaires entre chaînes responsables de la cohésion du matériau. Ainsi, en détruisant les liaisons secondaires du polymère, l'eau diminue la cohésion mécanique et augmente la mobilité moléculaire. [30].

La pénétration de solvant se fait selon une loi de diffusion. Cette pénétration est facilitée lorsque le taux de réticulation est faible. Elle a pour conséquences, 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 [27] .

❖ La disparition d'adjuvants :

Les adjuvants permettent d'abaisser la température de transition vitreuse des matières plastiques. Au cours du temps, ces adjuvants peuvent migrer ou s'évaporer, ce qui modifie les propriétés du matériau. Plus le poids moléculaire des adjuvants est faible (petites molécules mobiles), plus leur migration est rapide. La migration et l'élimination des adjuvants peuvent se produire soit par leur évaporation, soit par leur extraction ou par l'exsudation [31].

II.2.5. Sans transfert de masse :

Pour lequel il n'y a pas d'échange de matière. Il s'agit en particulier du vieillissement sous contrainte mécanique et du phénomène de relaxation de contraintes. Dans ce cas, le vieillissement physique résulte d'une réorganisation des chaînes macromoléculaires vers une configuration plus stable [26].

II.3. Influence de vieillissement physique sur les propriétés du polymère :

Le vieillissement physique affecte toutes les propriétés dépendant du volume libre et de la mobilité moléculaire. La masse volumique augmente, le coefficient de délitation diminue, le facteur de perte diélectrique diminue, la diffusion des gaz et des liquides diminue. Dans certains cas, les optiques peuvent également être modifiées [29].

II.4. Vieillissement chimique :

Le vieillissement chimique concerne tout phénomène impliquant une modification chimique de manière irréversible du matériau : des liaisons covalentes rompues, d'autres nouvelles liaisons formées, etc... [28].

En général, les réactions chimiques induites par des dégradations thermiques sont les suivantes:

- réaction de coupure statistique du squelette macromoléculaire,
- réaction de dépolymérisation,
- réaction de réticulation,
- réaction au niveau des groupements latéraux,
- réaction d'oxydation.

II.4.1. Réaction d'oxydation :

L'oxydation est la principale cause de dégradation de la plupart des polymères. Les mécanismes d'oxydation mettent en jeu des radicaux libres qui se forment sous l'action de facteurs mécaniques ou chimique.

Cette réaction est plus facile dans le cas des polymères que des hydrocarbures en raison de la présence d'impuretés et de sous-produit de dégradation provenant du processus du processus de mise en œuvre (résidus catalytique, hydro peroxydes, etc.) [26].

Lorsque toute la qualité d'antioxydant disponible a été épuisée, la réaction d'oxydation se propage alors très rapidement. Cette réaction étant très exothermique, le déclenchement du phénomène peut être décelé au moyen d'une analyse enthalpique différentielle par détermination de la vitesse de démarrage de la réaction d'oxydation [32].

II.4.2 réaction de réticulation :

Le processus de réticulation est caractérisé par la formation de ponts covalents entre les segments de chaînes voisines, qui réduit la souplesse de l'isolant et son aptitude à l'allongement, ce qui a pour effet de le rendre cassant [25]. Il consiste à créer des liaisons entre les chaînes linéaires des polymères, par exemple avec du soufre dans le caoutchouc naturel [33].

On peut également créer ces liaisons par chauffage ou par action des radiations. L'effet de ces liaisons de réticulation est de diminuer les mouvements des chaînes de polymères et donc d'abaisser les fréquences des maximums de pertes [33].

II.4.3. Réaction de dépolymérisation :

La dépolymérisation intervient de façon plus ou moins importante dans les divers types de dégradation. Les phénomènes mis en jeu et les relations qui les régissent présentent une grande analogie avec ceux relatifs aux polymérisations [34]. La dépolymérisation est un cas particulier de la réaction des coupures de chaînes. Elle

conduit à l'élimination d'un fragment moléculaire (monomère) et à l'émanation très faible de la masse moléculaire moyenne. La coupure de la chaîne crée un site actif qui déstabilise la liaison monomère-monomère voisine et entraîne l'élimination séquentielle de molécules de monomère. La dépolymérisation est donc l'inverse de polymérisation, elle est d'autant plus facile que l'énergie de liaison monomère-monomère est faible [29].

La dépolymérisation est en compétition avec divers processus tels que les terminaisons et les réarrangements de macro radicaux [35].

II.4.4. Réaction de coupure de chaînes statiques :

Les coupures de chaînes statiques se produisent sur des sites distribués de manière aléatoire dans le réseau macromoléculaire. Elle provoque une diminution de la longueur de chaîne, donc une diminution de la masse moléculaire moyenne dans le cas des polymères linéaire, et une diminution du taux de réticulation et donc une augmentation de la masse moléculaire dans les cas des polymères tridimensionnels.

Les propriétés physique, optique et thermique sont très peu influencées par les coupures de chaînes statiques. Les seules propriétés qui pourraient éventuellement être affectées sont celles qui sont liées à des interactions polymère-solvant. La solubilité, la diffusion et la perméabilité augmentent avec le taux de dégradation [36].

Le vieillissement chimique comprend :

➤ **Le vieillissement thermochimie :**

Qui correspond à tout vieillissement chimique en atmosphère inerte (thermolyse) ou dans l'air (thermo oxydation),

➤ **Le vieillissement photochimique :** c'est-à-dire le vieillissement résultant de l'exposition directe au rayonnement solaire.

➤ **Le vieillissement hydrolytique,** s'accompagnant d'une hydrolyse, entraîne des coupures statistiques des chaînes macromoléculaires du polymère, d'où une altération, à terme, des propriétés mécaniques. La réaction est généralement très lente à température ambiante, la vitesse de l'action chimique élémentaire étant elle-même

faible et le processus étant le plus souvent contrôlée par la diffusion (également lente) de l'eau dans le matériau [23].

- **Le vieillissement radiochimique** par des radiations ionisantes de forte énergie (X , α , β , γ , neutrons) [23].

II.5. Vieillissement électrique :

Le vieillissement électrique est caractérisé par une dégradation des propriétés diélectriques du matériau, sous l'action prolongée d'une contrainte électrique (champ électrique) relativement élevée. Il est caractérisé par l'augmentation des pertes diélectriques et une diminution de la résistivité transversale du matériau.

La dégradation est particulièrement accentuée par la présence d'impuretés de différentes natures, plus particulièrement des vacuoles de gaz au sein du diélectrique. Ces impuretés sont en général le siège de décharges partielles qui peuvent engendrer après un temps relativement long l'érosion du matériau et finalement la rupture diélectrique.

II.6. Vieillissement thermique :

Dépend de la structure du diélectrique. La dégradation du matériau est activée par la présence d'oxygène. D'après J.Fabre, les principaux processus de vieillissement thermique sont:

- la rupture des chaînes multimoléculaires, accompagnée par une dégradation des propriétés électriques et mécaniques,
- le dégagement de gaz à faible poids moléculaire,
- l'oxydation conduisant à l'apparition d'acides carboxyliques.

II.7. Vieillissement mécanique :

Un apport d'énergie d'origine mécanique peut affecter le système, plus exactement ; une destruction chimique apparaît sous une contrainte mécanique. Il est très difficile de cerner cette dégradation car des contraintes existent toujours comme lors de l'extrusion du polymère ou ce sont des causes mal définies L'analyse est d'autant plus difficile lorsqu'elle se déroule sur un temps plus long [37].

II.8. Influence du vieillissement thermique sur les propriétés électriques des polymères :

1. Résistivité transversale :

La résistivité ou la conductivité polymères, la résistivité d'un polymère diminue avec la température [38] (figure II.3).

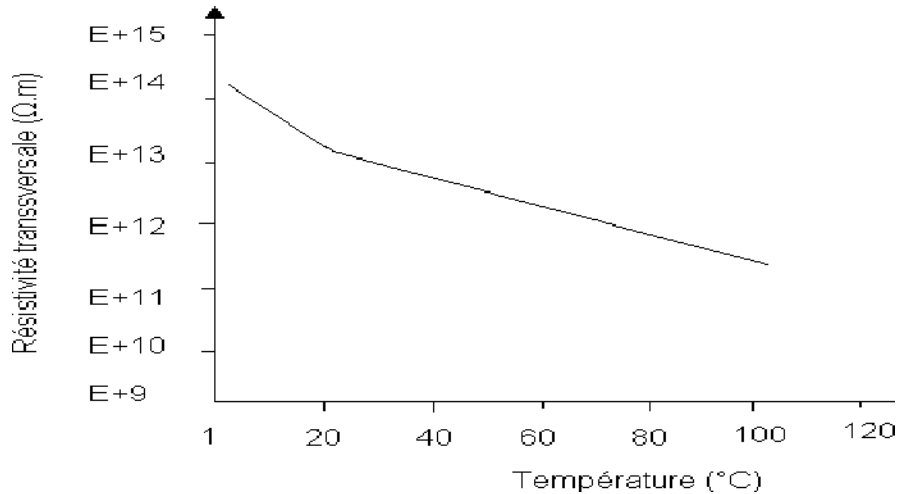


Figure II.3. Variation de la résistivité transversale en fonction de la température [38].

1. Permittivité relative :

La permittivité relative diminue très sensiblement avec la température (Figure II.4).

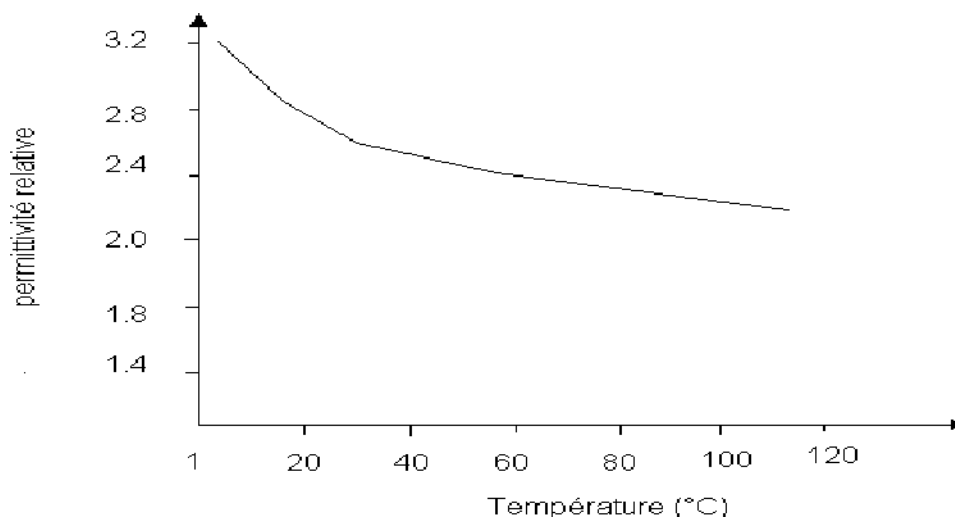


Figure II.4. Variation de la permittivité relative en fonction de la température [37]

2. Le facteur de dissipation:

Le facteur de pertes diélectriques croit avec la température (Figure II.5).

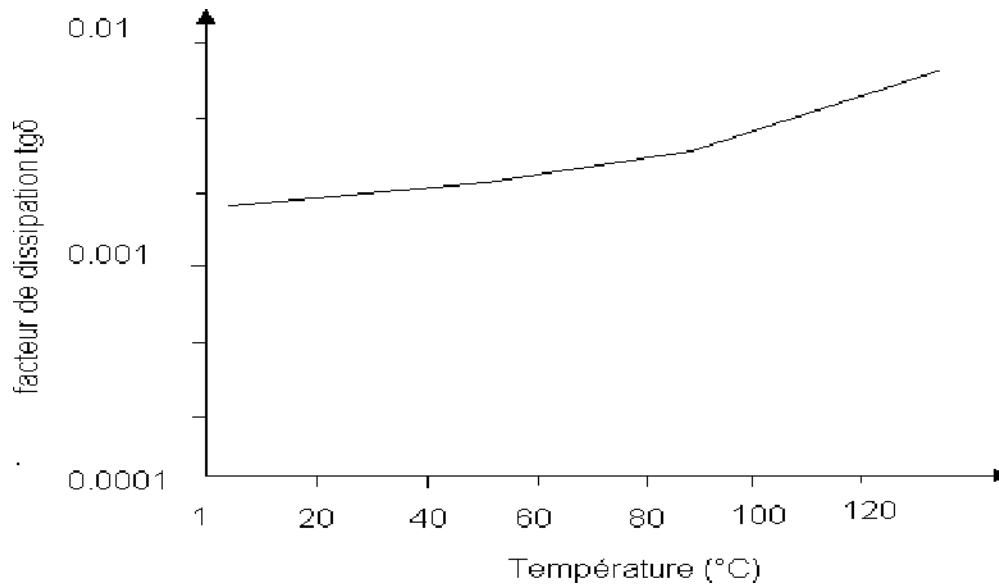


Figure II.5. Variation du facteur de dissipation en fonction de la température [37].

II.9.Conclusion :

Dans ce chapitre nous avons rappelés sur les différents types de vieillissement. Le vieillissement physique et le vieillissement chimique et leur influence sur les propriétés des polymères tell que sur la résistivité transversale, la permittivité relative et le facteur de dissipation.



CHAPITRE III :
TECHNIQUES
EXPERIMENTALES

III.1 Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons les différents dispositifs expérimentaux utilisés lors des essais réalisés concernant l'influence de vieillissement thermique sur un isolateur polycarbonate. Des essais électriques et mécaniques sont réalisés au laboratoire l'entreprise Electro-Industries d'AZAZGA (Tizi-Ouzou) spécialisée dans la fabrication des transformateurs et des moteurs électriques afin de suivre l'évolution de la rigidité diélectrique E_d , la résistance à la traction R_T et l'allongement à la rupture A exprimé en pourcent, en fonction du temps de vieillissement. Nous avons aussi fait des mesures électriques au laboratoire de l'université UMMTO à l'aide de LCR mètre (résistance d'isolement, capacité, facteur de pertes diélectrique), en fonction de fréquence et le temps de vieillissement.

III.2. PREPARATION DES ECHANTILLONS :

III.2.1. Découpage des éprouvettes :

Pour nos essais, nous avons utilisé le polycarbonate en forme des plaques transparent de 0,5 mm d'épaisseur. On a découpé des éprouvettes circulaires de 7.8 cm de diamètre pour les caractérisations diélectriques, et d'autres sous formes d'haltères pour les essais mécaniques

(Figure III.1) conformément à la norme CEI60811.1.1.

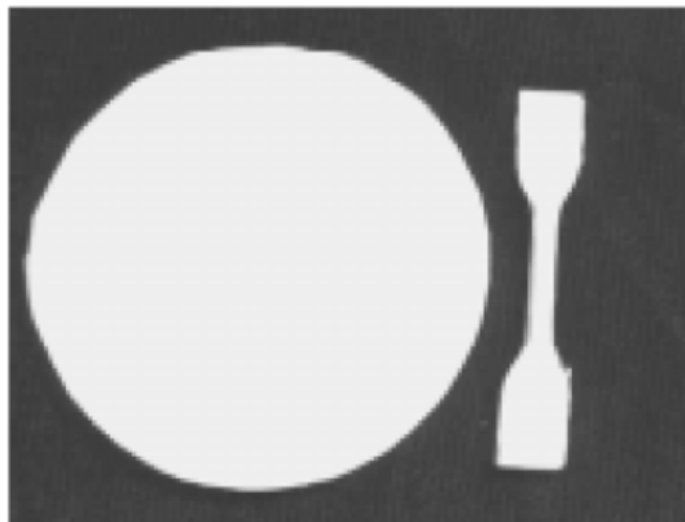


Figure III.1. Eprouvette circulaire et sous forme d'haltère.

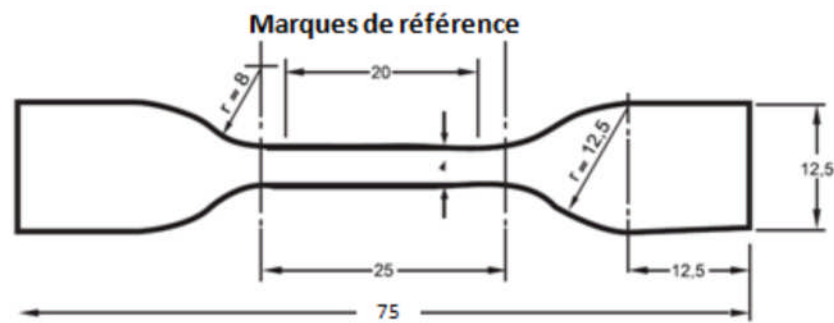


Figure III.2. Dimensions d'une éprouvette sous forme d'haltère

III.3. DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX :

III.3.1. Vieillessement thermique :

Le vieillissement thermique des échantillons se fait dans une étuve thermo-ventilée à des températures constantes, nous avons utilisé 4 étuve et pour chaque étuve nous avons réglé la température à 90°C, 100°C, 110°C, et à 120°C, et à des périodes différentes allant de 10 jours à 70 jours (figure III.3). Tous les 10 jours on retire les échantillons pour faire des essais électriques et les essais mécaniques.



Figure III.3 Etuve thermo ventilée

III.3.2. Conditionnement des éprouvettes :

Les éprouvettes sont conditionnées pendant 24 h dans un dessiccateur (figure III-4) avant chaque essai afin de diminuer le taux d'humidité, conformément aux recommandations de la norme CEI 60 858-1



Figure III.4. Dessiccateur.

III.3.3. Dispositifs des essais électriques :

A- Le LCR mètre

Le LCR mètre nous permet d'effectuer des mesures directes de la résistance, de la capacité, de l'inductance ainsi que du facteur de pertes diélectriques. Les deux bornes du LCR sont branchées aux deux électrodes, l'échantillon est inséré entre ces dernières. Le facteur des pertes diélectriques sera obtenu par une lecture directe sur le LCR mètre, tandis que la permittivité à partir de la valeur de la capacité lu sur même appareil (Figure III.5).



Figure III.5. LCR mètre

B. Le Spintermètre :

Pour la détermination de la rigidité diélectrique du matériau, nous avons utilisé un Spintermètre automatique de 1 kV/s de type DTA100 fabriquant BAUR, Allemagne. Le système d'électrode utilisé est un système plan-plan.

Un couvercle permet en première lieu, de protéger le manipulateur des risques des chocs électriques lors de la mise sous tension de l'appareil et en deuxième lieu de lui permettre d'observer le système d'électrodes et le diélectrique.

Afin d'éviter les contournements des éprouvette, nous avons plongé l'ensemble (isolant et électrode) dans de l'huile isolante qui se trouve dans un bac transparent en verre. Les électrodes sont nettoyées avant chaque essai avec du papier.

III.3.4. Dispositif pour les essais mécaniques :

L'appareil utilisé pour les essais mécaniques est une machine pour essai de traction. Elle est conçue pour étendre une éprouvette de dimensions normalisées à une vitesse constante et appropriée d'application de la charge et pour mesurer la force de rupture par traction ainsi que l'allongement à la rupture. L'appareil comprend un dynamomètre muni de mâchoires exerçant un effort de traction croissant. L'une des mâchoires est fixe, l'autre se déplace à une vitesse constante (Figure III.6)

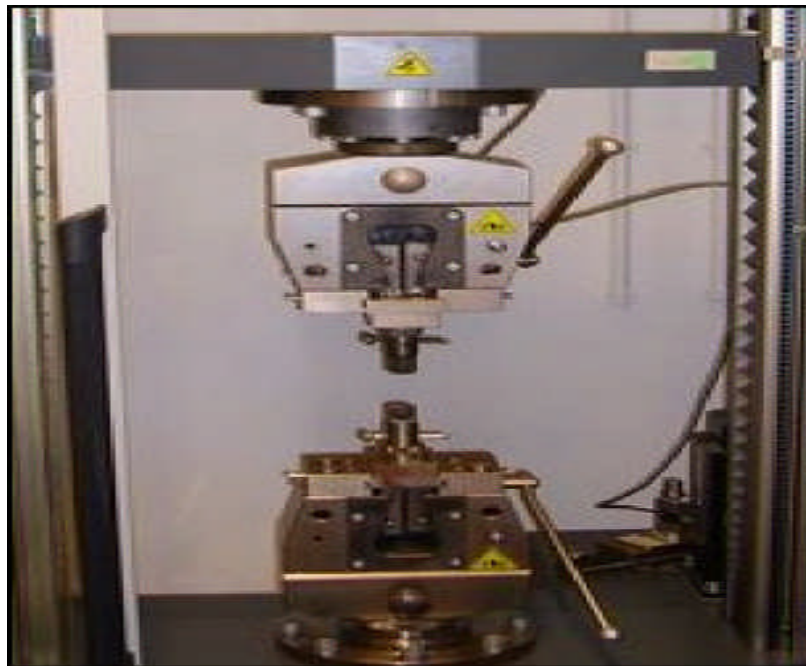


Figure III.6. Machine de la traction

III.4.MESURE DES PROPRIETES DE POLYCARBONATE :**III.4.1. Mesure des propriétés électriques :****III.4.1.1. Mesure de la permittivité relative ε' , facteur de pertes diélectrique $tg\delta$ et la résistance d'isolement :**

A l'aide de LCR mètre, nous avons mesuré capacité de l'éprouvette, ensuite nous avons déterminé la permittivité relative l'aide de la relation suivante (III.1).

$$\varepsilon' = \frac{C.e}{\varepsilon_0.S}$$

C : La capacité.

e : Epaisseur de l'isolant en cm.

S : Surface de l'électrode en cm^2 .

Le facteur des pertes diélectriques sera obtenu par une lecture directe sur le LCR mètre.

La résistance d'isolement elle aussi obtenu par une lecture directe sur le LCR mètre.

III.4.1.2.Mesure de la rigidité diélectrique :

Après avoir introduit l'éprouvette dans la cellule de mesure de Spintermètre, on applique une tension croissante jusqu'au claquage. Le rapport de la tension de claquage sur l'épaisseur de l'éprouvette au point de perforation représente la rigidité diélectrique de l'isolant.

La rigidité diélectrique est donnée par la relation suivante :

$$E_d = \frac{U_d}{e} \quad (III-2)$$

Avec :

U_d : Tension de claquage en kV.

e : épaisseur de l'éprouvette au point de claquage en mm

III.4.2. Essais mécaniques :

Avant l'essai, nous avons mesuré la section droite de l'éprouvette. Ensuite nous avons tracé deux repères distants de 10 mm sur la partie étroite de l'éprouvette. En effet, c'est sur cette partie que se produit la rupture.

L'essai consiste à soumettre l'éprouvette à la traction à une vitesse constante jusqu'à sa rupture. On mesure simultanément l'allongement à la rupture et la résistance à la traction sur une même éprouvette.

III.4.2.1. Mesure de la résistance à la traction :

La résistance à la traction est le rapport de la charge à la rupture par la section droite de l'éprouvette.

$$R_T = \frac{F}{S} \quad (\text{III-3})$$

avec :

R_T : résistance à la traction en N/mm^2 .

F : force de traction en N.

S : section droite de l'éprouvette en mm^2 .

III.4.2.2. Mesure de l'allongement à la rupture :

$$A(\%) = \frac{(L-L_0)}{L_0} \times 100 \quad (\text{III-4})$$

Avec:

L_0 : Longueur mesurée entre les deux repères avant la rupture de l'éprouvette ($L_0 = 10 \text{ mm}$).

L : longueur mesurée entre les deux repères après la rupture de l'éprouvette.

III.5. Microscopie électronique à balayage (MEB)

Le microscope électronique à balayage MEB ou SEM (Scanning Electron Microscopie) est basé sur le principe de l'interaction électrons avec la matière. Il permet d'obtenir des images de la surface des échantillons avec une grande résolution et de fournir rapidement des informations sur la morphologie et la composition chimique d'un objet solide.

III.5.1.Préparation des échantillons :

Afin d'assurer la reproductibilité et la précision des résultats, on usine des échantillons de même dimensions appartenant à une même plaque commerciale. Avant de procéder aux essais, chaque échantillon est bien nettoyé à l'éthanol puis séché dans le but de réduire les poussières et les impuretés fixées sur la surface.

III.6. CONCLUSION :

Dans ce chapitre nous avons décrit les échantillons utilisés, les dispositifs expérimentaux ainsi que les méthodes de mesure des propriétés de Polycarbonate : propriétés électriques (permittivité relative, facteur des pertes diélectrique, résistance d'isolement et rigidité diélectrique), propriétés mécaniques (résistance à la traction et allongement à la rupture). Par la suite, quelques méthodes d'analyse physico-chimique(MEB).



**CHAPITRE IV :
RESULTATS ET
DISCUSSIONS**

IV. Résultats et discussions :

Dans ce chapitre, nous présentons les résultats expérimentaux obtenus lors des essais de vieillissement thermique sur le polycarbonate .Ces résultats portent sur l'évolution des propriétés diélectrique du PC (rigidité diélectrique, permittivité relative, résistance d'isolement et facture de pertes diélectriques) en fonction de temps de vieillissement et de la fréquence, et sur les propriétés mécaniques (résistance à la traction et allongement à la rupture).

IV.1.Influence du vieillissement thermique sur les propriétés diélectrique :

IV.1.1.Rigidité diélectrique

La variation de la rigidité diélectrique de PC en fonction du temps de vieillissement est présentée à la figure IV.1.

Durant la période de vieillissement, la rigidité diélectrique à des différentes températures présente une augmentation légèrement à certaine valeur puis diminué. Le graphe présente deux étapes le conditionnement et le vieillissement.

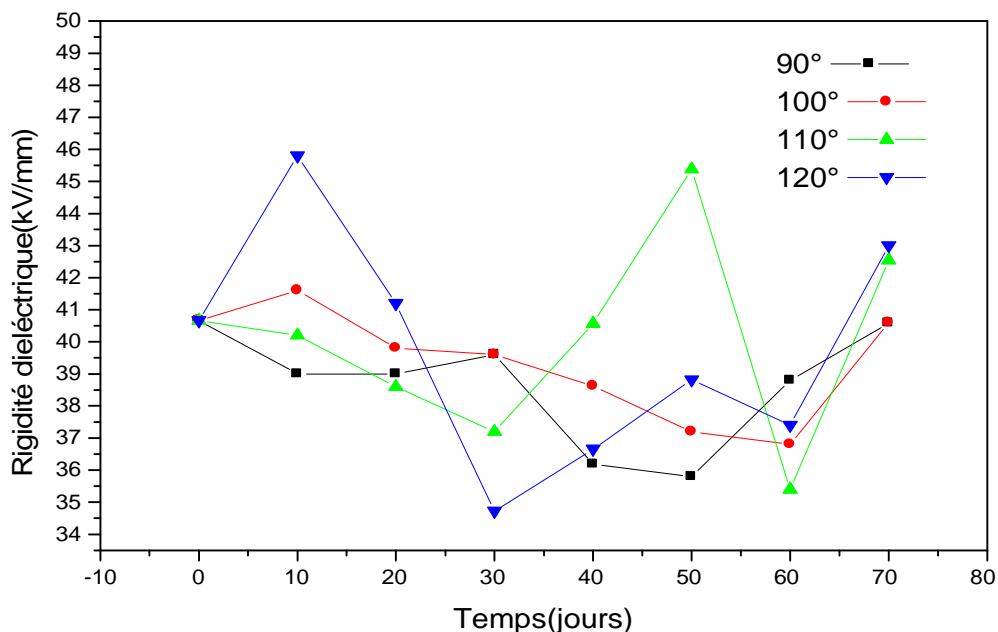


Figure IV.1 .Variation de la rigidité diélectrique en fonction de temps de vieillissement.

IV.1.2. Permittivité relative :

IV.1.2.1. Variation de permittivité relative en fonction de temps de vieillissement :

La variation de la permittivité relative en fonction de temps de vieillissement pour les différentes températures de vieillissement (90°C, 100°C, 110°C, 120°C) à des fréquences constantes (1kHz, 5kHz, 10kHz) est illustrée sur les figures IV.2.1.a, IV.2.1.b, et IV.2.1.c.

Dans les quatre graphes la permittivité relative diminue avec l'augmentation de la période de vieillissement de valeurs 1.3 (vierge) jusqu'à un 0.3 pendant 10 jours puis elle continue de diminuer jusqu'à une valeur de 0,1 pour les 70 jours. Cette diminution s'explique par l'effet de vieillissement.

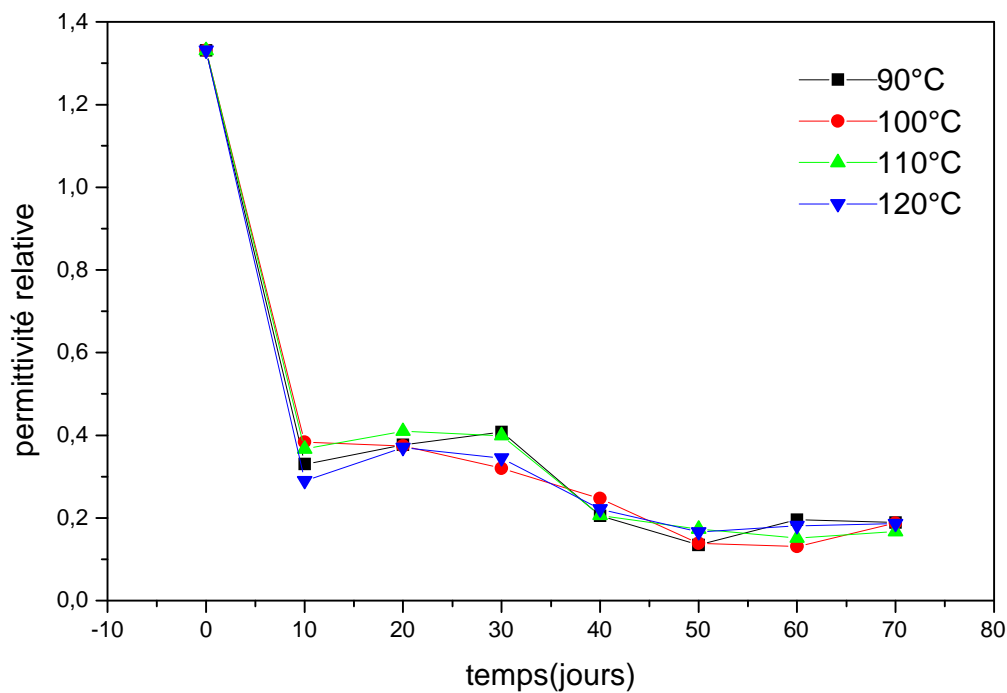


Figure IV.2.1.a. Permittivité relative à $f=1\text{kHz}$

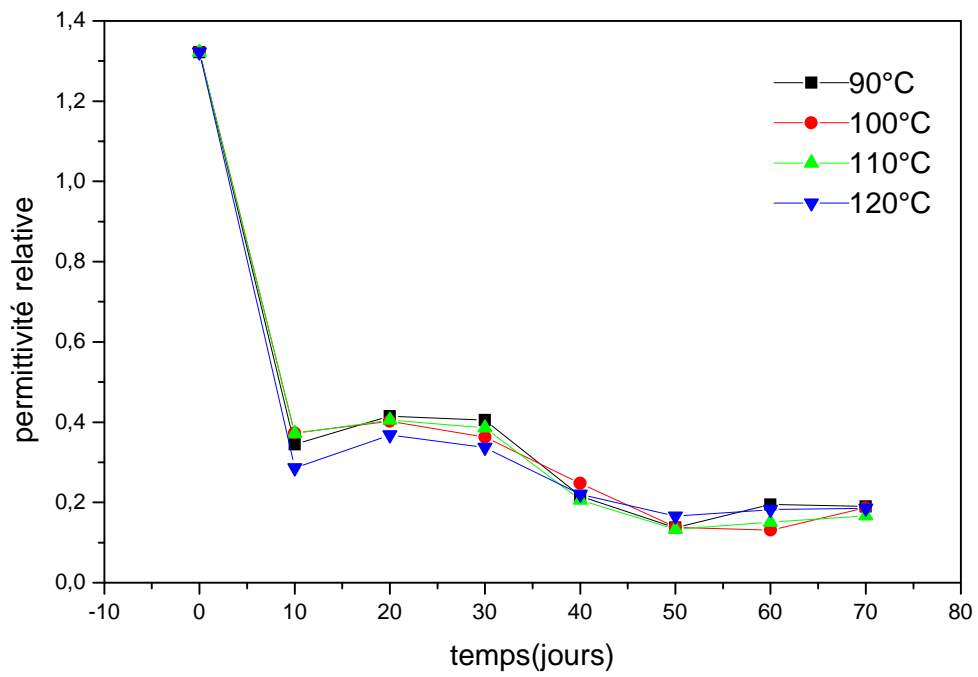


Figure IV.2.1.b. Permittivité relative à f=5kHz

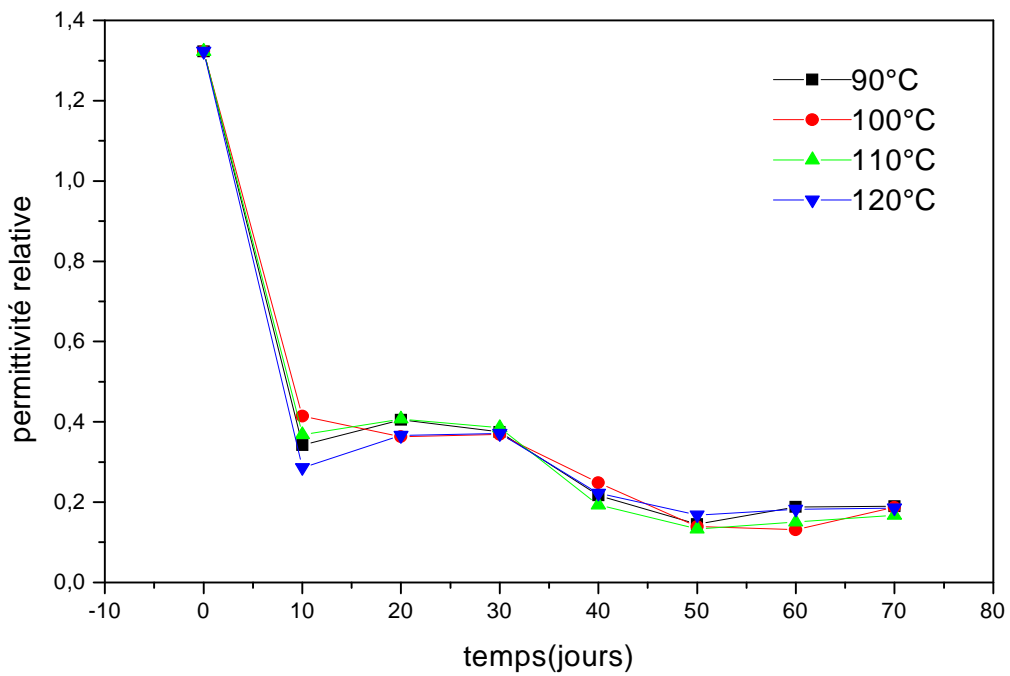


Figure IV.2.1.c. Permittivité relative à 10Khz

IV.1.2.2. Variation de permittivité relative en fonction de la fréquence :

La variation de la permittivité relative en fonction de fréquence et à température constante pour différents temps de vieillissement (10j, 20j, 30j, 40j, 50j, 60j, 70j). Il est illustré sur les figures IV.2.2.a, IV.2.2.b, IV.2.2.c et IV.2.2.d.

On remarque que les valeurs de la permittivité diminuent de 1,3 à l'état vierge jusqu'à des valeurs entre 0,4 et 0,1 durant le vieillissement, Mais ces valeurs restent constantes en fonction de fréquence.

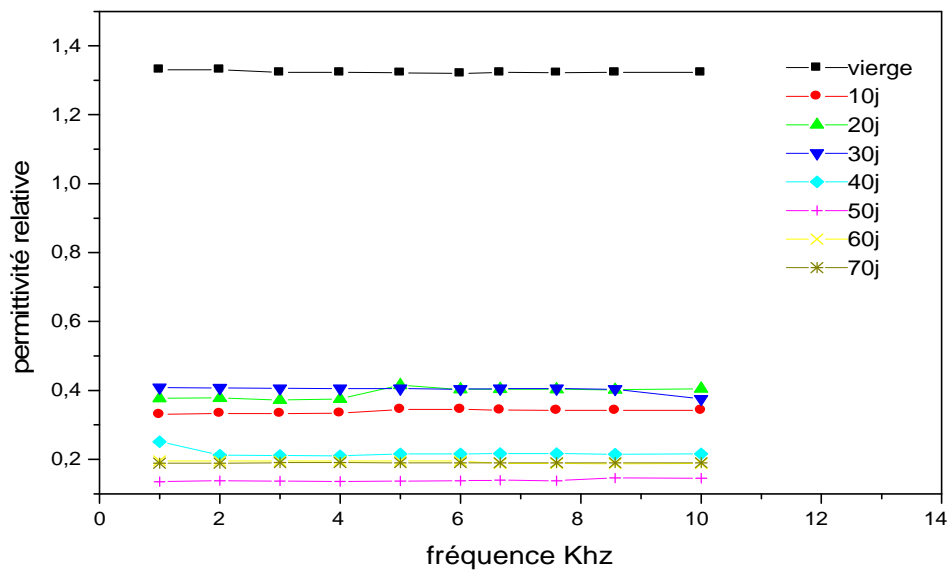


Figure IV.2.2.a. Permittivité relative de 90°C

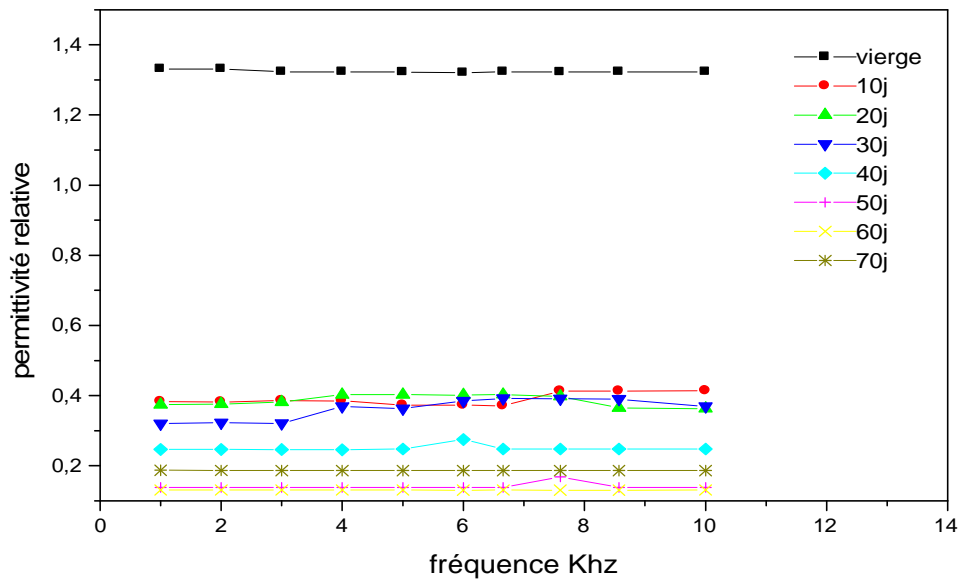


Figure IV.2.2.b. Permittivité relative de 100°C

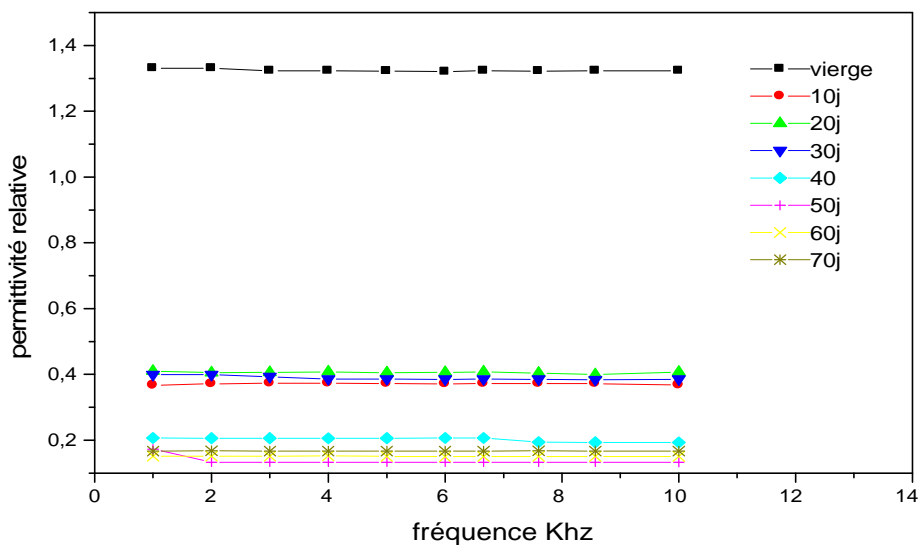


Figure IV.2.2.c. Permittivité relative de 110°C

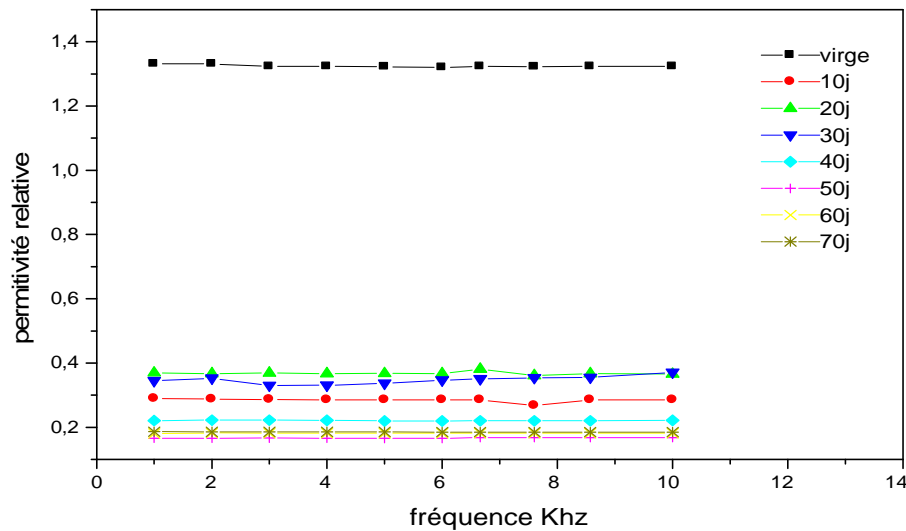


Figure IV.2.2.d. Permittivité relative de 120°C

IV.1.3. Résistance d'isolement :

IV.1.3.1. Variation de la résistance d'isolement en fonction de temps de vieillissement:

La variation de la résistance d'isolement en fonction de temps de vieillissement à fréquence constante, pour différentes températures de vieillissement (90°C, 100°C, 110°C, 120°C). Il est présenté dans les figures IV.3.1.a, IV.3.1.b et IV.3.1.c.

On remarque que la résistance d'isolement augmente à une valeur max pour les températures de 90°C et 120°C au début de vieillissement, après il continue à ce diminuer jusqu'à la fin de vieillissement et pour les températures de 100°C et 110°C on remarque au début de vieillissement une diminution de valeur après une augmentation puis elle continue de diminuer jusqu'à la fin de vieillissement. On explique cette augmentation par le conditionnement et la diminution par l'effet de vieillissement.

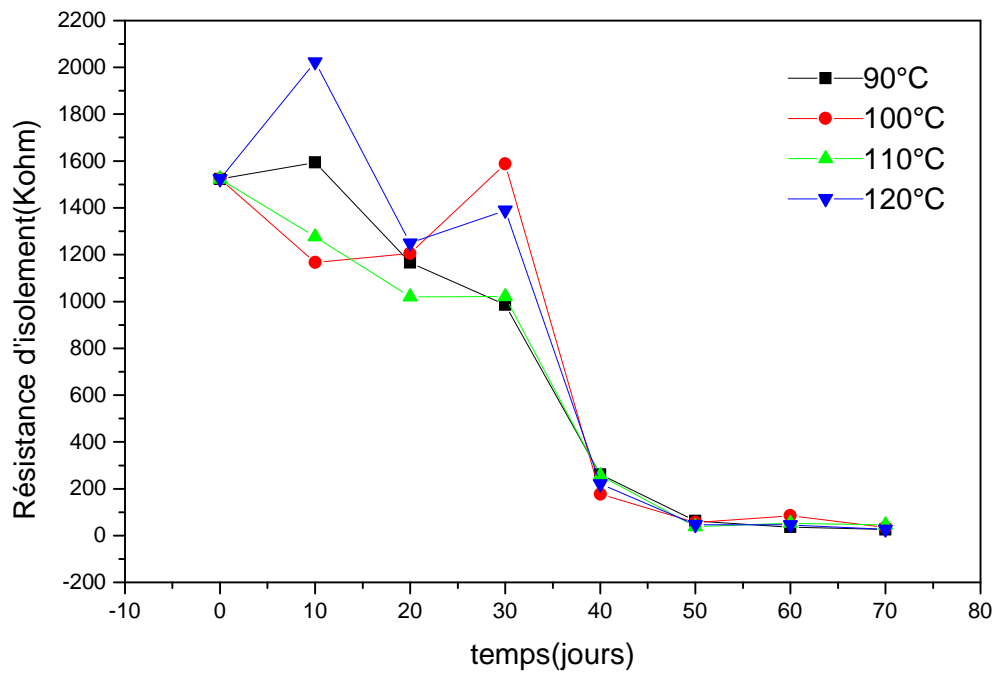


Figure IV.3.1.a. Résistance d'isolement à f=1kHz

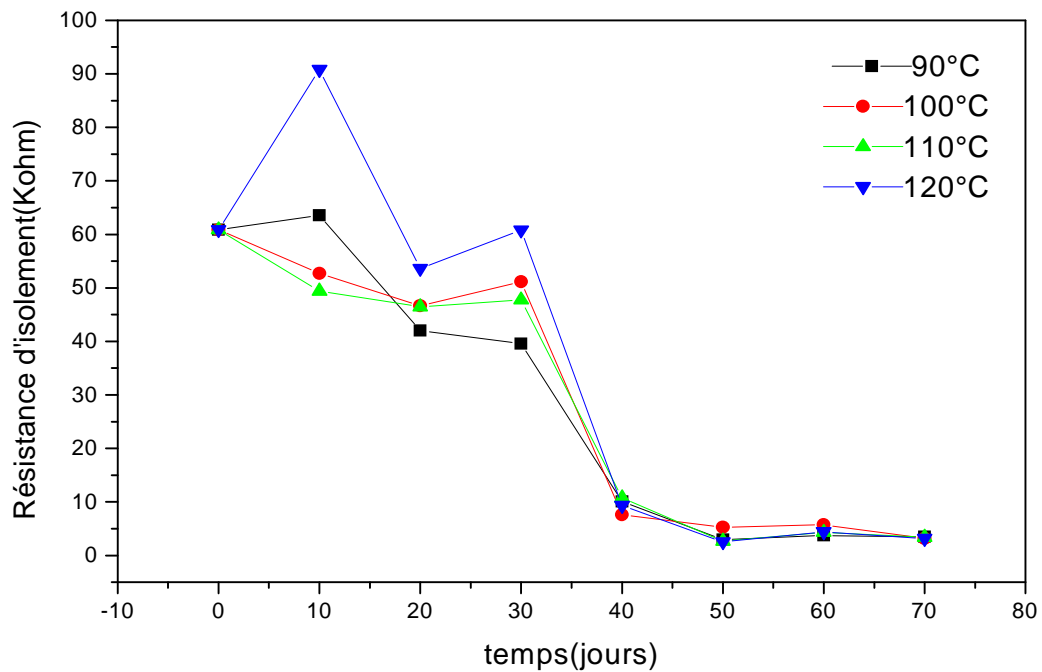


Figure IV.3.1.b. Résistance d'isolement à f=5kHz

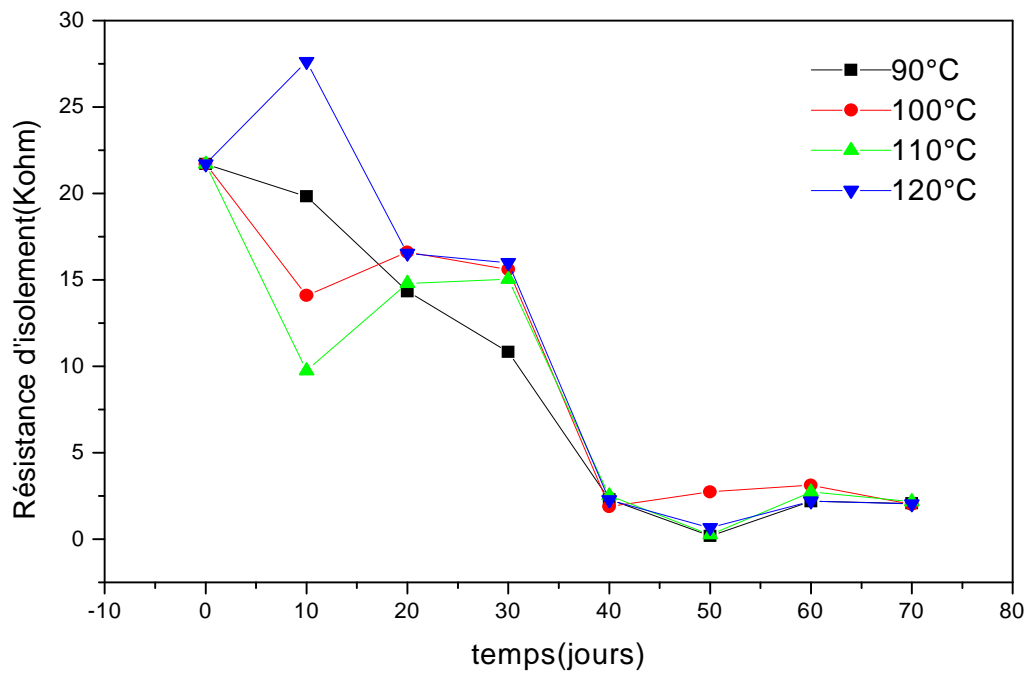


Figure IV.3.1.c. Résistance d'isolement à $f=10\text{kHz}$

IV.1.3.2. Variation de la résistance d'isolement en fonction de fréquence :

La variation de la résistance d'isolement en fonction de fréquence à température constante (90°C , 100°C , 110°C , 120°C), pour des temps de vieillissement différents (10j, 20j, 30j, 40j, 50j, 60j, 70j) illustré dans les figures IV.3.2.a, IV.3.2.1.b, IV.3.2.c et IV.3.2.d.

Dans les quatre graphes on remarque que la résistance d'isolement diminue avec l'augmentation de la fréquence et de temps de vieillissement.

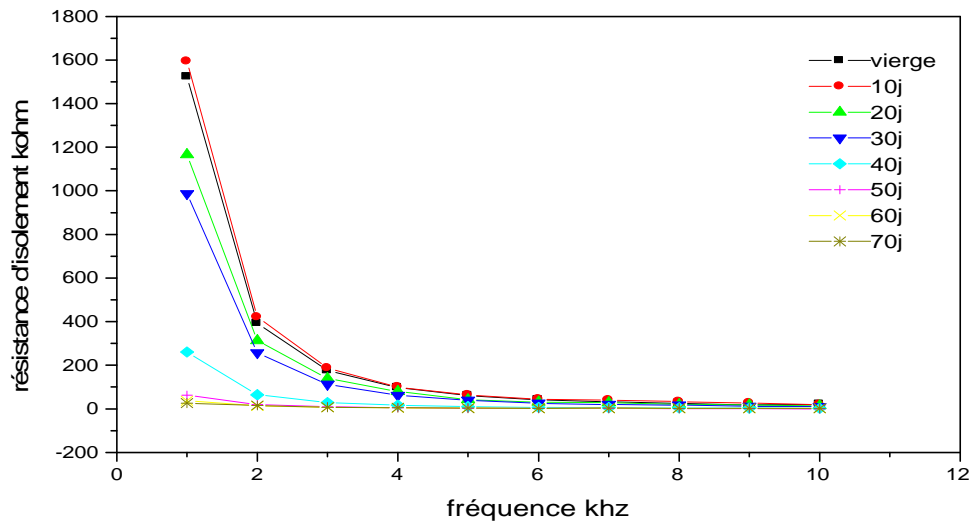


Figure IV.3.2.a. Résistance d'isolement à 90°C

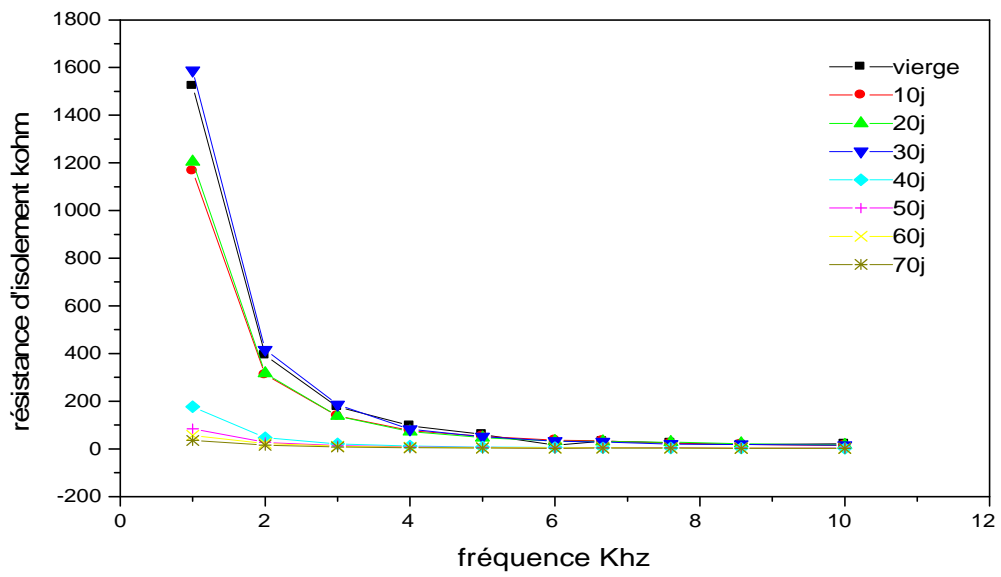


Figure IV.3.2.b. Résistance d'isolement à 100°C

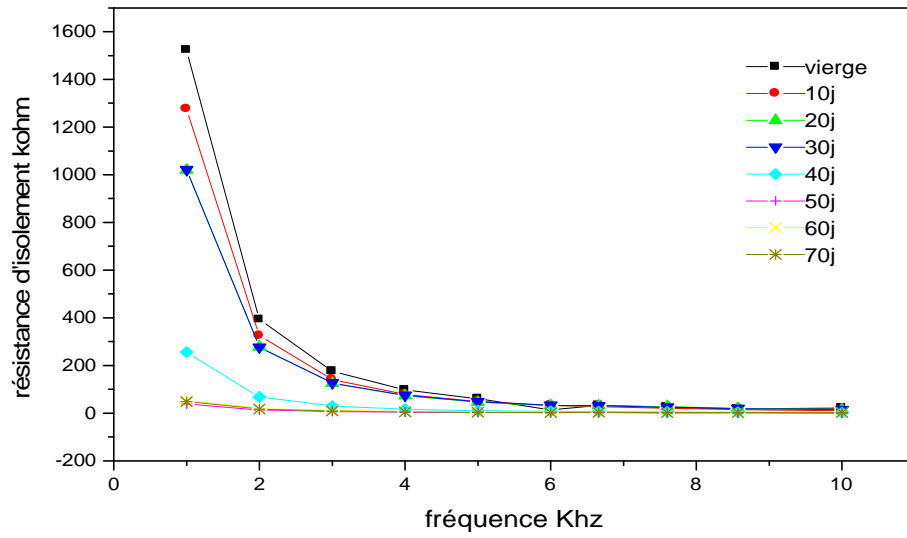


Figure IV.3.2.c. Résistance d'isolement à 110°

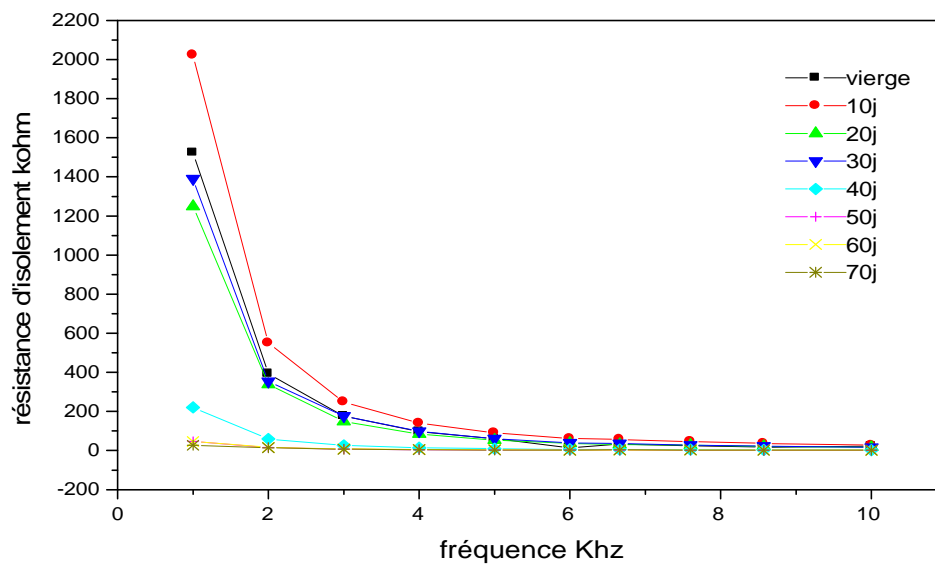


Figure IV.3.2.d. Résistance d'isolement à 120°

IV.2. Influence du vieillissement thermique sur les propriétés mécanique :

Pour étudier le comportement mécanique de polycarbonates subis à un vieillissement thermique. On prend des éprouvettes sous forme d'haltère chaque des jours pour mesurer les propriétés mécanique du PC à savoir la résistance à la traction et l'allongement à la rupture.

IV.2.1. La résistance à la traction :

Avant le vieillissement, la valeur de la résistance à la traction était de 65.41 N/mm². Ce résultat est conforme à la valeur théorique donnée dans le premier chapitre.

La variation de la résistance à la traction en fonction de temps de vieillissement à différent température de vieillissement (90°C, 100°C, 110°C, 120°C) est donnée dans la figure IV.5.

Au début du vieillissement nous avons obtenus une augmentation des valeurs de la résistance à la traction jusqu'un 20jours puis une diminution des valeurs jusqu'à la fin de vieillissement (70jours) mais toujours reste supérieure à la valeur de l'état vierge.

Nous pouvons interpréter l'augmentation de la résistance par conditionnement, et la diminution par l'effet de vieillissement de PC.

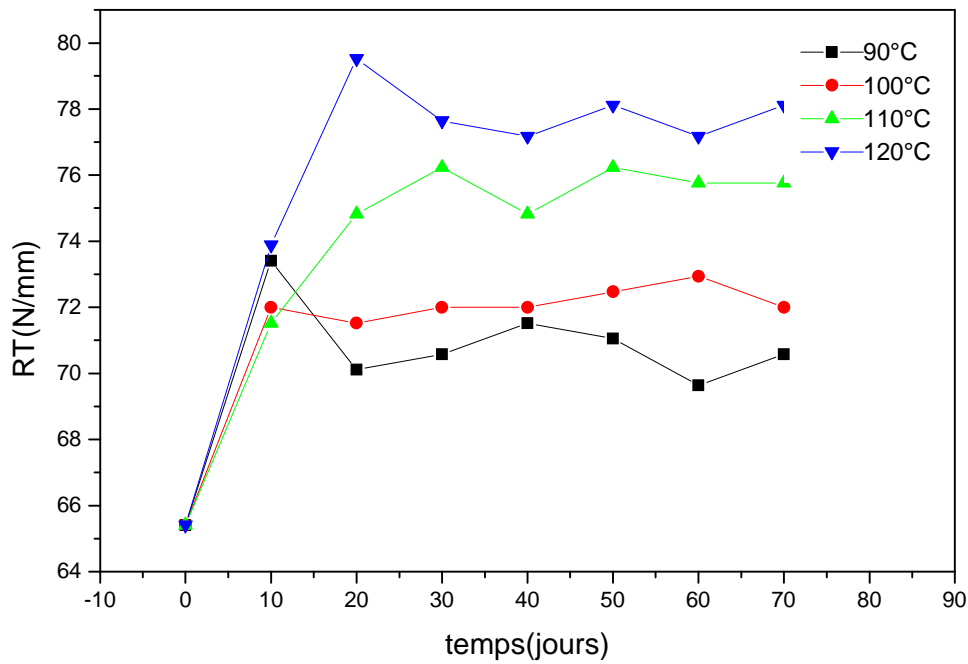


Figure IV.5. Résistance à la traction en fonction de temps de vieillissement.

IV.2.2. Allongement à la rupture (A %) :

Avant le vieillissement, la valeur de l'allongement à la rupture égale à 120%. Cette résultat correspond à la valeur donnée dans le chapitre I.

La figure IV.6. Représente la variation de l'allongement à la rupture en fonction de temps du vieillissement.

Le graphe de l'allongement présent le même forme que le graphe de la résistance à la traction.

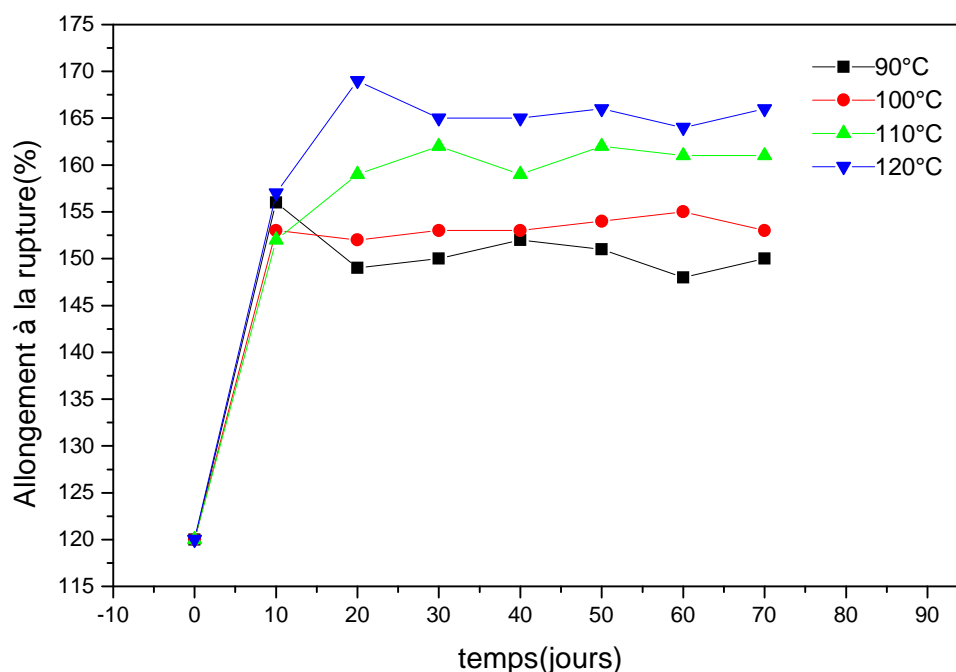
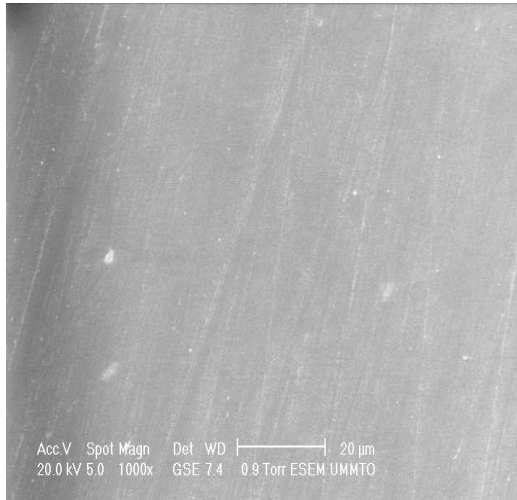


Figure IV.5. L'allongement à la rupture en fonction de temps de vieillissement.

III.3. Analyse au MEB :

La figure IV. 6.1, montre la micrographie SEM de la surface d'un échantillon du PC vierge. La figure IV.6.2, montrent les micrographies d'une surface d'un échantillon du PC vieilli thermiquement à 90° pendant 50jours. La figure IV.6.3, montrent les micrographies d'un échantillon du PC vieilli thermiquement à 100° pendant 50jours.. La figure IV.6.4, montrent les micrographies d'une surface d'un échantillon du PC vieilli thermiquement à 120° pendant 50jours. Les grossissements utilisés sont de 250x à 1000x.

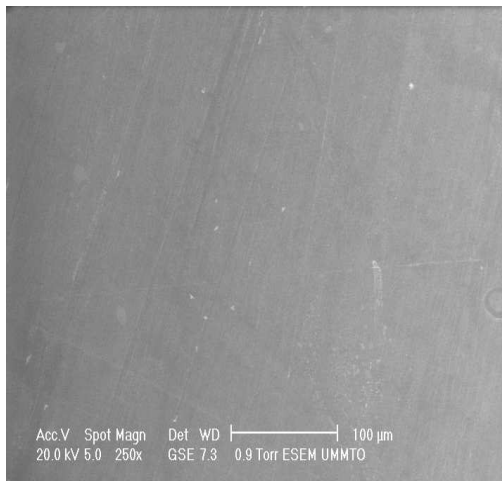
Une grande différence est constatée entre la surface de l'échantillon vierge et celle de l'échantillon vieilli. La surface de l'échantillon vierge est lisse et homogène. Par contre, la surface de l'échantillon vieilli est rugueuse et présence des signes de dégradations sur toute la surface avec l'augmentation de la température de vieillissement.



a-1-PC vierge

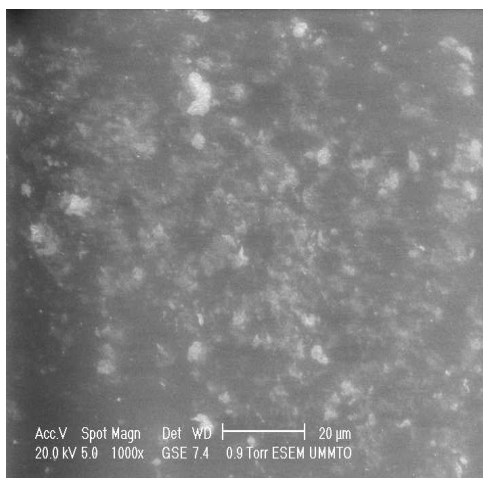


b-1- PC vierge

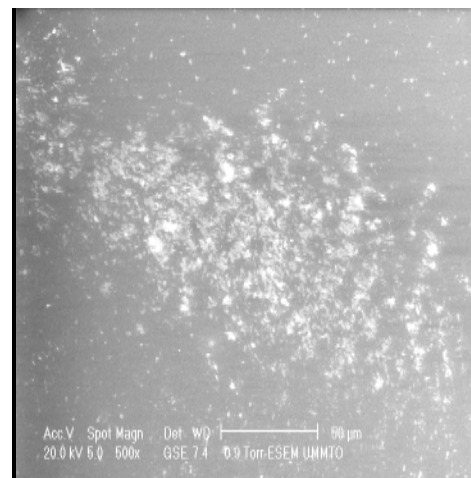


c-1- PC vierge

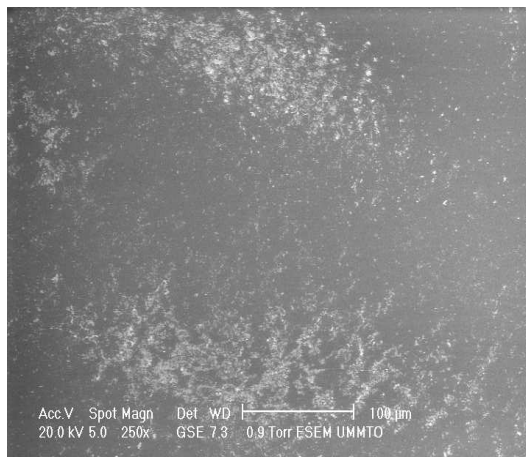
Figure IV.6.1. Micrographies SEM du PC vierge



a-2-vieilli à 90°

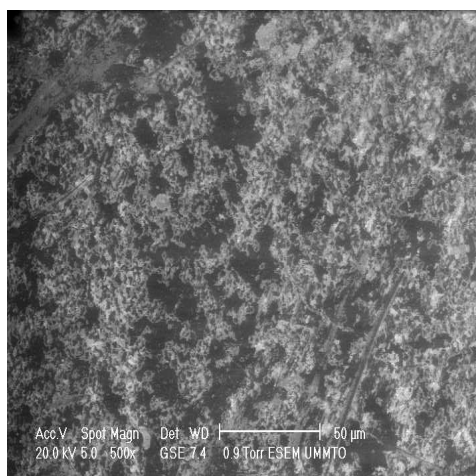


b-2-vieilli à 90°

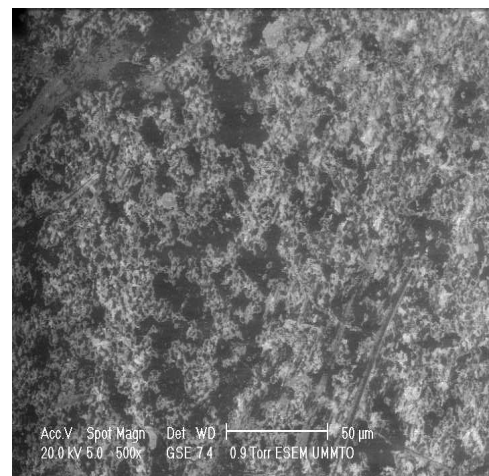


c-2- vieilli à 90

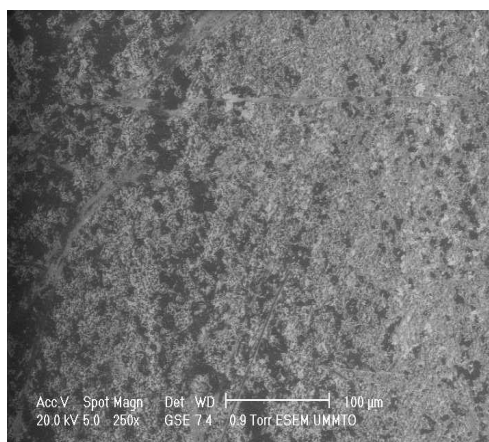
Figure IV.6.2. Micrographies SEM du PC vieilli à 90° thermiquement pendant 50 jours.



a-3- vieilli à 100°

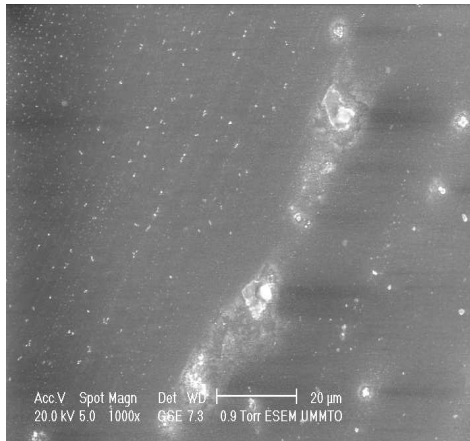


b-3- vieilli à 100°

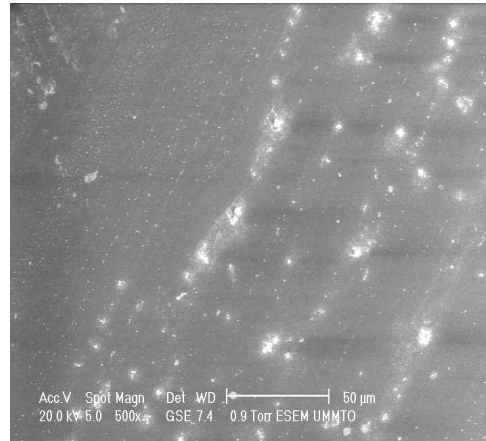


c-3- vieilli à 100°

Figure IV.6.3. Micrographies SEM du PC vieilli à 100° thermiquement pendant 50 jours.



a-4- vieilli à 120°



c-4- vieilli à 120°



c-4- vieilli à 120°

Figure IV.6.4. Micrographies SEM du PC vieilli à 120° thermiquement pendant 50 jours.

III.4. Conclusion :

Dans ce chapitre nous nous sommes intéressés à l'étude de l'évolution des propriétés mécaniques (résistance à la traction et l'allongement à la rupture), des propriétés diélectriques (permittivité relative, résistance d'isolement et la rigidité diélectrique) en fonction du temps de vieillissement thermique et en fonction de fréquence.

Les résultats obtenus montrent que le vieillissement thermique influe sur les propriétés diélectriques et mécaniques de polycarbonate. Nous avons obtenu une variation des caractéristiques électriques, la permittivité diminue en fonction du temps de vieillissement. La résistance d'isolement et le facteur diminue en fonction de temps de

vieillissement et en fonction de fréquence. La rigidité diélectrique augmente en fonction du temps de vieillissement.

L'étude du comportement mécanique de PC nous montre que la résistance à la traction et l'allongement à la rupture ils ont le même comportement augmente en fonction du temps de vieillissement.



CONCLUSION

CONCLUSION GENERALE

Ce mémoire consiste en l'étude de l'effet du vieillissement thermique du polycarbonate sur ses caractéristiques diélectriques et mécaniques du polycarbonate (PC) qui est un polymère isolant utilisé dans l'industrie du génie électrique. Nous nous sommes intéressés à l'évolution en fonction du temps de vieillissement pour des températures différentes (90°C, 100°C, 110°C et 120°C) des caractéristiques diélectriques (rigidité diélectrique, résistance d'isolement et permittivité relatives) et des caractéristiques mécaniques (la résistance à la traction, à l'allongement et à la rupture). Des micrographies MEB sont utilisées pour montrer l'ampleur de du changement de la structure après vieillissement.

Au début du vieillissement nous avons obtenu une amélioration de la qualité de l'isolant. Cette amélioration est caractérisée par l'augmentation de la résistance d'isolement et la rigidité diélectrique. Cette amélioration des performances est dite conditionnement. Par la suite, et avec l'augmentation du temps de vieillissement, les caractéristiques du PC se dégradent. Cette dégradation est d'autant plus importante que le temps de vieillissement ainsi que la température de vieillissement augmentent.

Quant à les résistances à la traction, l'allongement ainsi qu'à la rupture, on constate qu'elles augmentent rapidement avec le temps de vieillissement avant 20 jours puis diminuent lentement.

La dégradation des performances diélectriques et mécaniques du polycarbonate seraient dues au changement de la structure du matériau comme le montrent les micrographies MEB.

Comme perspectives et afin de compléter cette étude, il est souhaitable d'augmenter le temps de vieillissement et à des températures proche de la température de transition vitreuse T_g . Pour une meilleure interprétation des résultats expérimentaux des analyses EDX et FT-IR sont nécessaires.



BIBLIOGRAPHIE

BIBLIOGRAPHIE

- [1] N.Vandercasteele « Etude du rôle des espèces constitutives d'un plasma pour la fonctionnalisation de surfaces polymériques » Thèse de doctorat université libre de Bruxelles (UBL) 2008.
- [2] Serge Etienne et Laurent David « Introduction a la physique des polymères » Dunod, Paris, 2002, 2012.
- [3] G. Teyssedre, L. Boudou, «*Polymères et composites pour l'électrotechnique*», Techniques de l'Ingénieur, rubrique *Matériaux isolants en électrotechnique*, D 2335, mai 2010.
- [4] « Physique des polymères, I. Structure, Fabrication », Emploi Patrick Combette, Isabelle Ernoult, 2005, Hermann Editeurs.
- [5] « Encyclopédie des sciences industrielles quillet mécanique, généralités, application » librairie Aristide quillet, Paris, 1979.
- [6] H. Ben Romdhane « Introduction à la chimie, Synthèse des polymères »
- [7] E. Maréchal « Polycondensation et polyaddition » Techniques de l'ingénieur, traité Plastiques et composites ; A M 3 042
- [8] J. Botrel, « Les polymère chimie et réglementation des emballages ». MASSON 1982
- [9] P. Robert, « Matériaux de l'électrotechnique » Edition Géorgie, Traité d'électricité, 1979
- [10] J.P.Mercier et E. Maréchal, « Traité des matériaux », 13 chimie des polymères, synthèse, réaction, dégradation ,presses polytechnique et universitaires ROMANDES.
- [11] Matériaux pour l'ingénieur. A-F. Groupes-Lorenzo et J-M.Haudin.2006.
- [12] Jean-Claude Martin « Incendies et explosions d'atmosphère ; traité de sécurité intérieure » Presses polytechniques et universitaires romandes, 2008.
- [13] A. le Hir, J.-C.Chaumeil, D. Brossard « Pharmacie galénique, bonne pratique de fabrication des médicaments » 9e édition. 2009- Elsevier Masson SAS.
- [14] M .Carrega et Coll, « Matériaux industriels », DUNOD, Paris, 2000.
- [15] Jean-Paul Bilon, Jean-Marie Dorlot « Des matériaux » , troisième édition.. Ecole Polytechnique de Montréal, 2000. Sciences Exactes, Département de Chimie, 2009.
- [16] J. P. Trotignon, J. Verdu, M.P ipraud, A.Dobraczyrski, « Précis de matières plastiques, structure, propriétés, mise en œuvre et normalisations », AFNOR Edition.
- [17] M .Carrega, « Les polymères de la molécule à l'objet », nomographe de matériauologie,4, Edp sciences,1999.

- [18] Cédric FRANTZ, «Synthèse électrochimique de nanofils de Bi_2Te_3 dans des matrices poreuses en polycarbonate », These doctora, Université PAUL VERLAINE – METZ, 2011
- [19] Donald A. FOLATJAR et Dr. Klaus HORN, « Polycarbonate, traité Plastiques et Composites », Techniques de l'Ingénieur. A3381,
- [20] J.A. Brydson, «Plastics Materials Seventh», Edition Butterworth-Heinemann , 1999, ISBN 0-7506-4132-0.
- [21] LG-DOW (n .d.), « Molecular structure of polycarbonate».
- [22] Oswln.C.R, DSC, MA, F.P.I., F.Inst.Pkg, «Plastic Films&Packaging», Applied Science Publisher's Ltd London, (1975)
- [23] EL-AIDANI Rachid, « Effet du vieillissement sur les propriétés de la membrane Humidifuge en-PTFE/NOMEX® utilisée dans les vêtements de protection contre les incendies », Thèse de doctorat en Génie ph-D, Montréal, 2012.
- [24] F. LOUNIS et S. RABEHI, «Etude des propriétés de l'EPDM (Ethylène Propylène Diène Monomère) sous la contrainte thermique», Mémoire de fin d'étude de Master Professionnel, 2014.
- [25] D. BOUGUEDAD, « Influence du vieillissement thermique sur les propriétés de EPDM », Thèse de doctorat en électrotechnique, UMMTO, 2010.
- [26] BEN HASSEINE « Modélisation du vieillissement thermique et mécanique d'une protection externe en EPDM de jonctions rétractables à froid », Thèse de doctorat en Mécanique Matériaux, Paris, 2013.
- [27]D. BOUGUEDAD« Influence du vieillissement thermique sur les propriétés de EPDM », Thèse de Magister en électrotechnique, UMMTO, 2002.
- [28] M.LE- MAGDA « Influence du vieillissement sur le comportement des matériaux et des interfaces des systèmes mécatroniques », Thèse doctorat en physique, Rouen, 2011.
- [29]D. LABBACI, N SAIDOUN, « influence du vieillissement thermique cyclique sur les propriété du PRC utilisé dans des câbles MT », mémoire de fin d'étude d'ingénieur, UMMTO, 2002.
- [30] F. AMGHAR, M. AINDER « caractérisation mécanique et physico-chimique du polyéthylène à haute densité après vieillissement thermique », Mémoire de fin d'étude, Ingénieur d'état en génie mécanique, UMMTO, 2011.
- [31] J.M.DORLOT, J .P.BAILON ET J.MASOUNAVE, « Les matériaux », Edition de l'école polytechnique de Montréal, 1980-1986
- [32] R.FOURNIE «Essais mécaniques de dégradation : applications industrielles », Edition

Eryolles, pp. 1-16 ,1990.

[33] J.C.DUBOIS, « propriétés diélectrique des plastiques », Techniques de l'ingénieur AM 3140, 2001.

[34] J.P MERCIER, E.MARECHAL, « chimie des polymères », Presses polytechniques et universitaires romandes, 1993

[35] J.C DUBOIS, « vieillissement chimique des polymères –cinétique de dégradation », techniques de l'ingénieur AM 3152, 2011.

[36] J. VERDU « Vieillissement chimique », Technique de l'ingénieur, A3151, 1980.

[37] MAOU Samira « Etude des propriétés thermiques de mélanges à base de PVC et PVCPEHD et les phénomènes de dégradation », Thèse de doctorat en Chimie des matériaux, Ouargla, 2012.

[38]CHAIBI Saliha « Contribution à la modélisation des propriétés électrique des matériaux polymères utilisés dans l'isolation des câbles haute et moyenne tension », Projet de fin d'études , 2007.

[39] Y. AGOUAR, A.HIDEUR, K.MOKRI, «Contribution à la caractérisation des polymères soumis à des décharge couronne », mémoire d'Ingénieur en Electrotechnique, 2013

[40] M.M.Ueki, J.H.Vilckas, L.G.Albiero, M.Zanin , «DC Electrical Conductivity of Recycled PP and PS From Post Consumer Packaging» ,7 th Int. Conf. on Properties and Appl. of Diel. Materials, June 1-5, 2003, pp 771-713.

[41]M.A. Sussi, G.R. Govinda Raju «Electrical conduction current in polytetrafluoethylene»,Elect. Insul. and Diel. Phenomena, 1990, Conf. on 28-31 Oct. 1990, pp 196-2001.

[42] M.MOUDOUD «Etude de la conduction électrique dans les polymères isolants», Thèse de doctorat, 2010.