

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**

**Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique**



**Université Mouloud Mammeri de Tizi Ouzou**



**Faculté de Génie Electrique et de l'Informatique**

**Département d'Electrotechnique**

# Mémoire de fin d'études

**En vue de l'obtention du Diplôme d'Ingénieur d'Etat**

**en Electrotechnique**

**Option : Réseaux Electriques**

## Thème

**Etude de la Dégradation du PMMA sous  
Décharges Electriques**

**Proposé et Dirigé par :**

**M. M.A HANDALA**

**Etudié par :**

**Melle : TILIKETE DJEDJIGA**

**Melle : ISMIGAOUA SOUHILA**

**Melle : MECHERAK SADIA**

**Promotion 2010**

## *Remerciements*

Nous tenons à exprimer notre reconnaissance à notre promoteur Monsieur M.A.HANDALA d'avoir proposé et dirigé ce Travail. Qu'il trouve ici notre profond respect, pour son aide et ses nombreux conseils sur l'ensemble du travail.

Nos remerciements vont à Monsieur AMIROUCHE en charge du microscope électronique à balayage à l'université Mouloud Mammeri.

Nous tenons à remercier vivement Monsieur S. HOCINE, Professeur à l'université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou pour l'aide précieuse qu'il nous a apportée dans la réalisation de ce travail.

Nous tenons également à remercier les membres du jury d'avoir accepté d'examiner ce modeste travail.



# Dédicaces

Avec l'aide de dieu le tout puissant est enfin achevé ce travail que

Je dédie à toutes les personnes qui me sont chères:

A mes très chers parents, je vous dis merci pour votre aide et vos encouragements depuis mon existence.

A mes frères et beau frère

A mes sœurs K , S, A

A toute la famille ISMIGAOU A

A mes binômes DJIDJI , SADI A et leurs familles

A tous mes amis (es)

SOUHILA



# Dédicaces

Avec l'aide de dieu le tout puissant est enfin achevé ce travail, que

*Je dédie à toutes les personnes qui me sont chères:*

A mes très chers parents, je vous dis merci pour votre aide et vos encouragements depuis mon existence.

A mon frère, mes sœurs et beau frère

A ma nièce AMIRA et le bijou ABDOU

A toute la famille MECHERAK

A mes binômes SOUHILA, DJIDJI et leurs familles

A mes très chères amies FERRO, OUIZA, SAMO, KARIMA, HAKIMA

SADIA



# Dédicaces

Avec l'aide de dieu le tout puissant est enfin achevé ce travail, que

*Je dédie à toutes les personnes qui me sont chères:*

A mes très chers parents, je vous dis merci pour votre aide et vos encouragements depuis mon existence.

A mes frères et beaux frères

A mes sœurs et belle sœur

A mes nièces et neveux

A toute la famille TILIK ETE

A mes binômes SOUHILA, SADI A et leurs familles

A tous mes amis (es)

DJEDJIGA



# Sommaire

## Sommaire

# Le sommaire

## *Introduction générale*

### *Chapitre I : présentation de poly méthacrylate de méthyle*

I.1 Introduction .....	1
I.2 Définition d'un isolant.....	1
I.3 Types d'isolant.....	1
I.4 Définition de polymère.....	2
I.5 Utilisation des polymères.....	2
I.6 Classe des polymères .....	3
I.6.1 Les thermodurcissables.....	3
I.6.2 Les élastomères.....	3
I.6.3 Les thermoplastiques.....	4
I.7 Description générale du PMMA.....	5
I.7.1 Procède de fabrication.....	5
I.7.1.1 Production du monomère.....	5
I.7.1.2 Production du PMMA .....	6
I.7.2 Procédés de polymérisation.....	8
I.7.2.1 Procédé en coulée.....	8
I.7.2.2 Procédé en masse .....	8
I.7.2.3 Procédé en suspension .....	8
I.7.3 Présentation commerciale.....	10
I.7.4 Caractéristiques du PMMA.....	10
I.7.4.1 Caractéristiques physiques.....	10
I.7.4.2 Caractéristiques mécaniques.....	11
I.7.4.3Caractéristiques thermiques.....	11
I.7.4.4 Caractéristiques chimiques.....	11
I.7.4.5 Caractéristiques optiques.....	12
I.7.4.6 Caractéristiques électriques .....	12
I.7.4.7 Caractéristiques acoustiques.....	13
I.7.4.8 Caractéristiques mise en ouvre.....	13
I.7.5 Utilisation du PMMA.....	14
I.7.6 Avantages.....	15
I.7.7 Inconvénients.....	15

### *Chapitre II : Les notions sur la dégradation des isolants solide*

II.1 Introduction.....	16
II.2 Définition d'une décharge.....	16
Les barrières diélectriques (DBD).....	16
Les décharges glissantes.....	16
II.2.1 Les décharges partielles.....	17
II.2.1.1 Les décharges internes.....	17
II.2.1.2 Les décharges superficielles.....	18
II.3 Vieillessement.....	18
II.3.1 Vieillessement physique.....	18
II.3.1.1 Vieillessement physique avec transfert de masse.....	19
II.3.1.2 Vieillessement physique sons transfert de masse.....	19

II.3.2 Vieillissement chimique.....	19
II.3.2.1 Vieillissement électrique.....	20
I.3.2.2 Vieillissement climatique.....	20
II.3.2.3 Vieillissement thermique en présence d'oxygène.....	20
II.3.2.4 Vieillissement par hydrolyse.....	20
II.3.2.5 Vieillissement radiochimique.....	21
II.3.2.6 Vieillissement biochimique.....	21
II.3.2.7 Vieillissement mécano chimique.....	22
II.4 Dépolymérisation.....	22
II.5 Coupure de chaînes statiques.....	22
II.6 Réticulation.....	23
II.7 Facteurs de vieillissements.....	24
II.7.1 Rayonnement ultraviolet.....	25
II.7.2 Rayonnement visible et infrarouge.....	25
II.7.3 Oxygène .....	26
II.7.4 Humidité.....	26
II.7.5 Ozone.....	26
II.7.6 Pollution atmosphérique.....	26
II.8 Les paramètres électriques.....	27
II.8.1 Résistance volumique.....	27
II.8.2 Résistance superficielle.....	28
II.8.2.1 Définition.....	28
II.8.2.2 Influence de l'humidité et du champ électrique sur la résistance superficielle .....	29
II.8.2.2.1 Influence de l'humidité.....	29
II.8.2.2.2 Influence du champ appliqué.....	30
II.8.2.2.3 Influence de la température.....	30
II.8.2.2.4 Influence de la nature des électrodes.....	30
II.8.3 Résistance d'isolement.....	31
II.8.4 Permittivité relative.....	31
II.9 La rigidité diélectrique.....	31
II.9.1 Influences des divers paramètres sur la rigidité diélectrique.....	31

***Chapitre III : technique d'étude et d'analyse de la dégradation superficielle de solide isolant***

III.1 Introduction.....	32
III.2 Les objectifs assignés à l'analyse pour résoudre les problèmes de surface.....	32
III.3 Microscopie électronique à balayage.....	32
III.3.1 Histoire.....	33
III.3.2 Principe.....	35
III.3.3 Le balayage.....	36
III.3.4 La mise en point.....	36
III.4 Préparation de l'échantillon.....	37
III.5 Différents types d'imageries.....	38
III.6 Spécifiés du MEB.....	39
III.7 La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier«FTIR».....	40
III.7.1 Généralités sur «FTIR».....	40
III.7.2 Rayonnement infrarouge.....	40
III.7.3 Source de rayonnement infrarouge.....	40
III.7.4 Principe.....	41

III.7.5 Détecteur d'infrarouge.....	41
III.7.6 Applications.....	41
III.8 La spectroscopie infrarouge de réflexion à absorption par modulation de polarisation PM-IRRAS.....	42
III.9 Angle de contact.....	43
III.9.1 Introduction.....	44
III.9.2 Principe.....	44
III.9.3 Calcul de l'énergie de surface.....	44

#### ***Chapitre IV Les normes sur les essais de dégradation superficielle solide***

IV.1 Introduction.....	47
IV.2 Définition.....	47
IV.3 Différentes types de normes.....	47
IV.4 Rôles des normes.....	48
IV.5 Organisme de normalisation.....	48
IV.6 Commissions électrotechnique international (CEI) .....	49
IV.6.1 Généralité.....	49
IV.6.2 Intérêt des normes CEI.....	49
IV.6.3 Comités d'étude CEI.....	49
IV.6.4 Etablissement des normes CEI.....	49

#### ***Chapitre V Partie expérimental***

V.1 Introduction .....	53
V.2 Préparation des films de PMMA.....	53
V.3 Description du dispositif expérimental.....	53
V.4 Appareils d'analyses.....	56
• Microscopie électronique à balayage.....	56
• Dispositif d'observation (infrarouge).....	57
V.5 Résultats expérimentaux et discussion .....	57
V.5 .1 Observation visuelle .....	57
V.5.2 Spectre FTIR .....	58
Structure du PMMA.....	61
Disparition de l'ester et formation de l'acide carboxylique .....	61
Claquage de l'échantillon sous décharges électriques .....	62
V.5.3 Topographie de la surface de l'échantillon.....	64
Conclusion générale.....	67

Introduction  
Introduction  
Générale  
Générale

# Introduction générale

Les matériaux isolants subissent des dégradations plus en moins importantes dans le temps sous l'influence de divers contraintes : électriques thermiques, etc. ...

Avec l'avènement et le développement de nouvelles techniques de production d'isolants, en particulier synthétiques, les chimistes ont créé une large palette d'isolants dont les polymères issue du pétrole

Ces matériaux possèdent des propriétés mécaniques, thermiques électriques,..... bien meilleurs a celle des isolants naturels

Les essais de vieillissements accélères, qui sont réalisés en laboratoire fournissent des indications sur la tenue des isolants et permettent d'effectuer une sélection efficace qui répond à la conjoncture actuelle : baisse des couts de fabrication et sauvegarde ou même amélioration de la fiabilité

Le présent travail porte sur la dégradation superficielle de poly méthacrylate de méthyle qui est connue sous son nom commercial de plexiglas sous décharges électriques.

Ce mémoire comporte deux grandes parties :

La première est consacrée à la recherche et nous a permis de faire le point sur l'état de la surface dans le domaine bibliographique. Cette partie comporte quatre chapitres le 1<sup>er</sup> chapitre porte sur les polymères plus particulièrement sur le PMMA : définition et caractéristiques.

Le vieillissement des isolants solides est abordé dans le second chapitre, dont on a présenté des notions de dégradation des isolants solides. Le troisième chapitre décrit quelques techniques d'analyses de surface . Le quatrième chapitre est consacré sur les normes d'essais de la dégradation superficielle

La deuxième partie est réservée à la description du dispositif expérimental, aux essais effectués , aux résultats obtenus et à leur interprétation.

En fin, l'étude est achevée par une conclusion générale sur le travail réalisé.

*Chapitre I*  
**Chapitre I**  
*Présentation du polyméthacrylate de méthyle*  
**Présentation du polyméthacrylate de méthyle**

## **I.1 Introduction**

Ce chapitre sera consacré à quelques rappels des notions fondamentales, par la suite nous étudierons les isolants solides en particulier le PMMA.

## **I.2 Définition d'un isolant**

Un isolant est une substance qui a une conductivité électrique suffisamment faible pour être utilisée afin de séparer des pièces conductrices portées à des potentiels différents.[5]

## **I.3 Types d'isolants**

On peut grouper les isolants dans deux grandes classes :

Les isolants organiques et les isolants inorganiques

En général, les isolants organiques tels que le caoutchouc, le papier l'huile, le coton, les matériaux thermoplastiques, etc.... sont composés de longues chaînes moléculaires de carbone et d'hydrogène.

Ils ne peuvent pas supporter des températures élevées sans se décomposer.

Par ailleurs, les isolants inorganiques tels que le mica, la porcelaine, l'air, peuvent tolérer des températures dépassant parfois 1000 °C.

Le nombre d'isolants disponibles est impressionnant, de sorte qu'il est difficile aujourd'hui d'en dresser une liste complète.

Cette diversité est due à l'arrivée sur le marché des isolants, synthétique (parfois appelés Plastiques) inventés et développés par les chimistes. Possédant des propriétés thermiques, électriques et mécaniques bien supérieures à celles des isolants naturels, ces isolants synthétiques ont grandement modifié la fabrication des fils, des câbles et des appareils électriques de tout sortes.

D'après leurs états, on trouve les isolants liquides, solides et gazeux.

## **Les isolants solides**

Les isolants solides sont des éléments de base des isolations à haute tension. Ils comportent en plus par rapport aux liquides et aux gaz la particularité d'assurer la rigidité mécanique des matériels électriques. Mais les propriétés des isolants solides vont parfois à l'encontre des propriétés électriques, ce qui peut présenter de graves inconvénients.

Les premiers isolants solides utilisés ont été ramassés dans la nature : bois sec, soufre, résines naturelles, ambre, caoutchouc, etc.

Parmi les isolants solides on trouve les polymères.

### **I.4 Définition d'un polymère**

Les polymères sont des matériaux constitués, de longues chaînes macromoléculaires formées par la répétition d'une ou plusieurs unités de bases appelées monomère, ils ont des matériaux synthétiques de commodité utilisée dans les applications les plus diverses de la vie quotidienne : transport d'énergie électrique, isolations d'appareils électriques, fabrication de condensateur, et certaine application de pointe dans le secteur de l'aéronautique, etc. [1]

Pour caractériser un polymère, on utilise des données statistiques : composition chimique moyenne, masse moléculaire, degré de polymérisation, structure (amorphe ou semi cristallin), indice de polydispersité.

### **I.5 Utilisation des polymères**

Les polymères sont utilisés pour couvrir les fils conducteurs servant à construire des bobines de moteur, transformateur, électro-aimant, relais etc. ainsi que pour isoler les fils servant à la distribution de l'électricité dans les bâtiments .Parfois on combine ces isolants avec des matériaux tels que la fibre de verre pour créer des feuilles et des plaques isolantes possédant une grande dureté mécanique, une excellente résistance à la haute température et des propriétés électriques supérieures [5].

Les polymères doivent avoir une résistivité supérieure à  $10^9 \Omega \cdot \text{cm}$  pour être utilisés comme isolant [10] .

## **I.6 Classe des polymères**

Les polymères sont souvent classés d'après leurs propriétés thermomécaniques.

Citons notamment :

### **I.6.1 Les thermodurcissables**

Les thermodurcissables sont des plastiques qui prennent une forme définitive au premier refroidissement. La réversibilité de forme est impossible car ils ne ramollissent plus une fois moulés.

Sous de très fortes températures, ils se dégradent et brûlent (carbonisation). Les molécules de ces polymères sont organisées en de longues chaînes dans lesquelles un grand nombre de liaisons chimiques solides et tridimensionnelles ne peuvent pas être rompues et se renforcent. Quand le plastique est chauffé, la matière garde toujours sa forme en raison de ces liaisons croisées et des pontages très résistants qui empêchent tout glissement entre les chaînes.

### **I.6.2 Les élastomères**

Les polymères présentent les mêmes qualités élastiques que le caoutchouc.

Un élastomère au repos est constitué de longues chaînes moléculaires repliées sur elles-mêmes.

Sous l'action d'une contrainte, les molécules peuvent glisser les unes par rapport aux autres et se déformer.

Les élastomères sont employés dans la fabrication des coussins, de certains isolants, semelles de chaussures ou de pneus.

### I.6.3 Les thermoplastiques

Les thermoplastiques ramollissent sous l'effet de la chaleur. Ils deviennent souples malléables ,et durcissent à nouveaux quand on les refroidit.

Comme cette transformation est réversible, ces matériaux conservent leurs propriétés et ils sont facilement recyclables.

Leurs polymères de base sont constituées par des macromolécules linéaires, reliées par des liaisons faibles qui peuvent être rompues sous l'effet de la chaleur ou d'une forte contrainte. La température d'utilisation est inférieure à 100 °C.

Les macromolécules peuvent alors glisser les unes par rapport aux autres pour prendre une forme différente et quand la matière refroidit, les liaisons se reforment et les thermoplastiques gardent leur nouvelle forme.

Il existe une très grande gamme de polymères, dans l'industrie de plasturgie:

- Le polystyrène(PS) : il est utilisé sous forme de feuilles étirées à chaud dans la fabrication de condensateur à diélectrique enroulé. L'inconvénient du polystyrène est son prix relativement élevé.

Le polyéthylène(PE) : le polyéthylène réticulé chimiquement (PRC) est utilisé comme isolant dans les câbles à haute tension jusqu'à 220 kV. Il possède une grande rigidité diélectrique et une bonne résistance au cheminement des décharges superficielles

- Le polypropylène(PP) : il présente de bonnes propriétés électriques et mécaniques .Il est utilisé dans la fabrication de manchons de raccordement de câbles et aussi en combinaison avec le papier dans les condensateurs de puissance permettant ainsi de compenser la composante réactive du courant. La rigidité diélectrique de feuilles minces peut atteindre 300kV.

- Le poly méthacrylate de méthyle (PMMA) que l'on étudiera dans ce qui suit.

## I.7 Description générale du PMMA

Le PMMA à été inventé par BRADEL à la fin du XVIIIème siècle.

Le poly méthacrylate de méthyle est un thermoplastique transparent à structure amorphe, ce polymère est plus connu sous son nom commercial de plexiglas, mais aussi sous les noms de plastique : acrylique, vitroflex, limacryle ...etc.

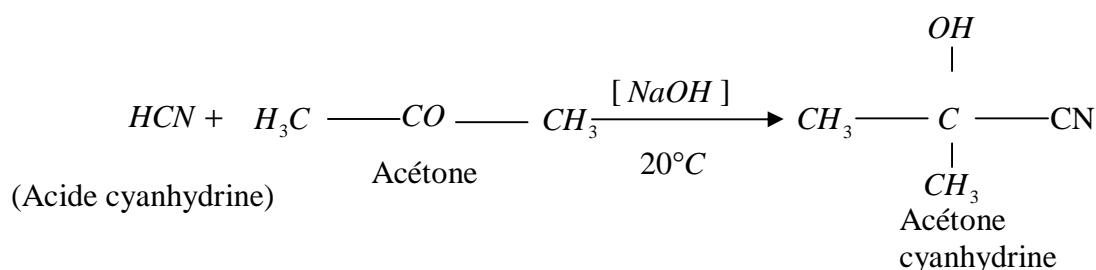
### I.7.1 Procédé de fabrication [6]

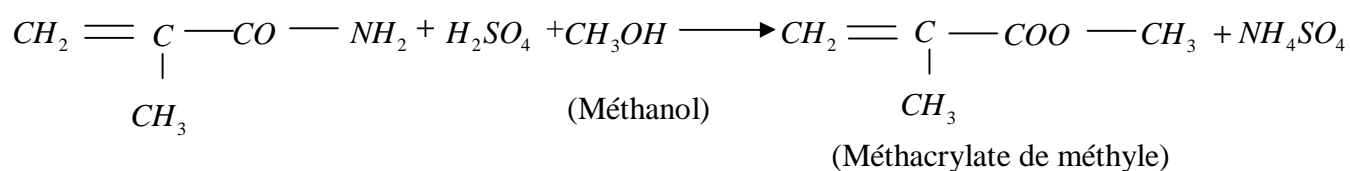
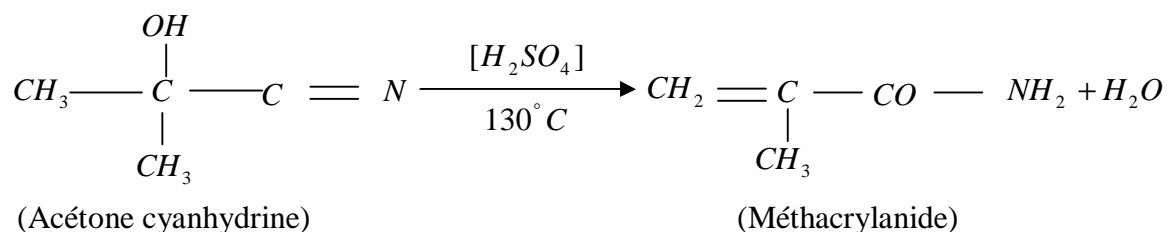
Le poly méthacrylate de méthyle est le produit de polymérisation du méthacrylate de méthyle.[6]

#### I.7.1.1 Production du monomère

Le méthacrylate de méthyle, ou MAM, est un liquide à température ordinaire qui bout au voisinage de 100 °C. C'est un produit peu toxique, les vapeurs peuvent être irritantes pour les yeux et les voies respiratoires et tout contact avec la peau doit être évité. [6]

Le principe du procédé de production de (MAM) méthacrylate de méthyle repose sur les réactions suivantes :





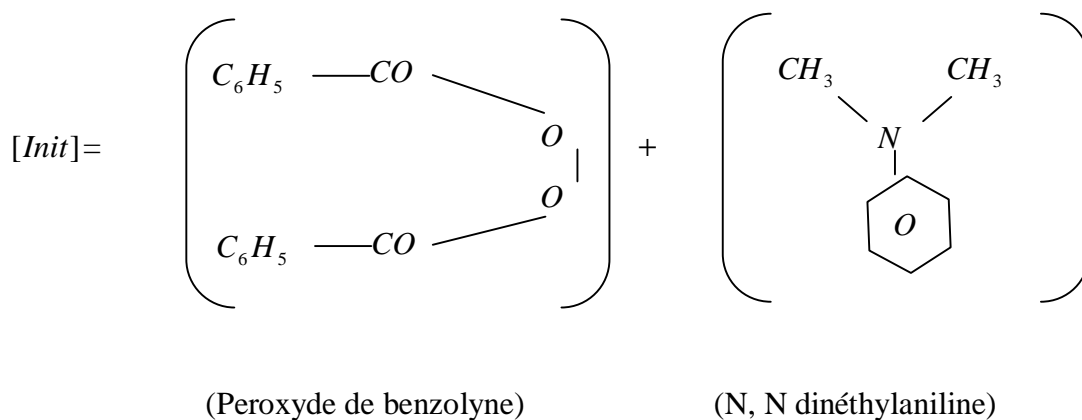
### I.7.1.2 Production du PMMA

Le poly méthacrylate de méthyle est essentiellement produit par réactions de polymérisation.

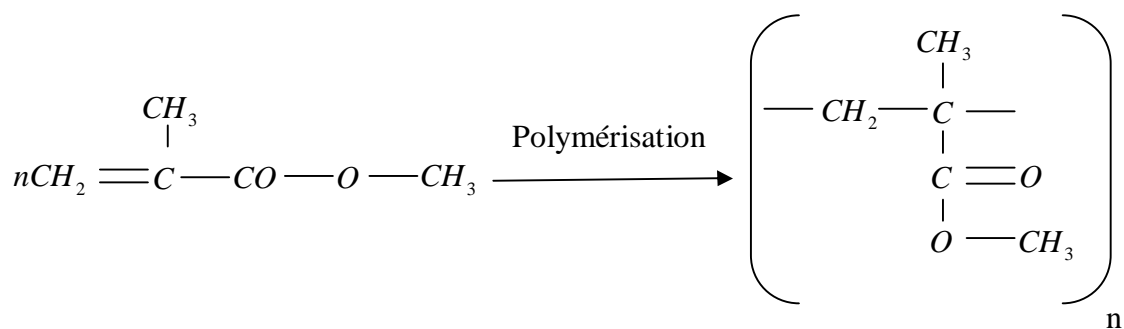
La réaction de polymérisation est une polymérisation radicalaire amorcée par radicaux libres formés dans le milieu à partir de composés tel que le peroxyde de benzoyle dont la décomposition peut être accélérée par la présence de certains réducteurs tels que le (N, N dinéthylaniline) [6]

On a donc la réaction suivante :

a – Initiation :



b – Propagation :



Poly méthacrylate de méthyle (C<sub>5</sub>O<sub>2</sub>H<sub>8</sub>)<sub>n</sub>

## **I.7.2 Procédés de polymérisation**

Cette polymérisation se fait selon trois procédés classiques [6] :

### **I.7.2.1 Procédé en coulée**

Entre deux plaques de verre servant de moule on polymérise le monomère avec catalyseur en étuve.

On obtient ainsi des plaques (2m x 3m) de 1mm à 20mm d'épaisseur, d'excellentes qualités de surface (celle du verre), sous orientation (isotrope) et de qualités optiques parfaites.

### **I.7.2.2 Procédé en masse**

La polymérisation se fait généralement en masse pour obtenir des tubes, des blocs, des plaques, à partir d'un sirop déjà pré polymérisé à 60° - 70 °C en présence de peroxyde. Ces plaques sont polymérisées dans un moule à parois lisses, constitué de deux plaques de verre trempé qui leur donne un aspect de surface brillante.

### **I.7.2.3 Procédé en suspension**

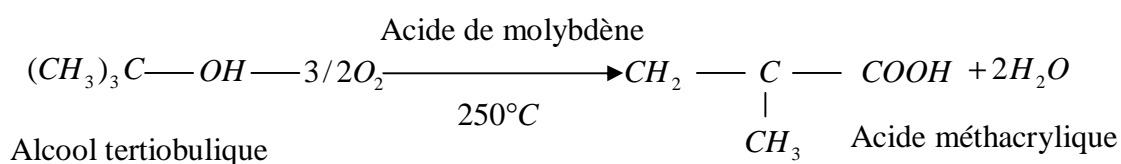
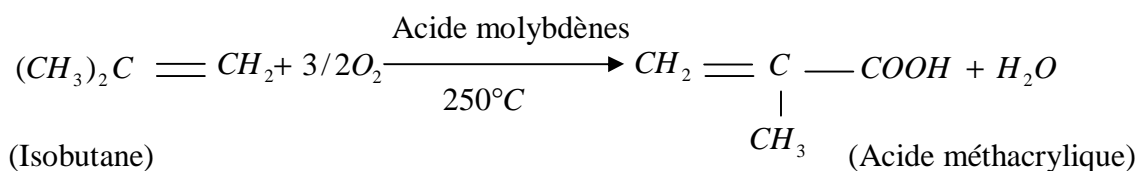
On utilise des amorceurs (tels que les peroxydés) générant des radicaux .On obtient une poudre blanche (particules des 300 à 800µm) de faible masse molaire (40 à 80 g.mol) prête à être moulée.

## **Autre procédé de production :**

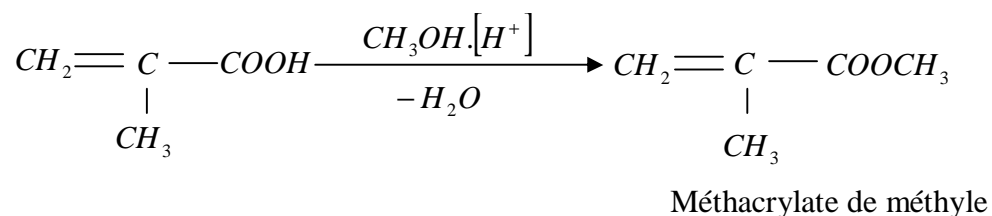
### **Procédé concurrent**

Un procédé concurrent de production du méthacrylate du méthyle à été mis au point et est exploité au Japon par différentes firmes.

La matière première de départ c'est l'isobutane, l'alcool tertio butylique et en présence de acide molybdène



L'acide méthacrylique est transformé en méthacrylate de méthyle par estérification par le méthanol en présence de l'acide sulfurique suivant la réaction :



Le méthacrylate de méthyle se polymérise pour obtenir le plexiglas (PMMA).

### I.7.3 Présentation commerciale

Le PMMA se présente sous forme de :

- Plaque coulée : le PMMA coulé est obtenu par polymérisation en masse. Il est livré habituellement en plaque d'épaisseurs de 1,5 à 80 mm.

La présentation la plus courante est incolore, mais il existe également du PMMA coloré, transparent, diffusant de couleur, opaque blanc et de couleur.

- PMMA granulé: c'est le PMMA polymérisé en suspension, le matériau est fourni sous forme de poudre ou de granulés destinés à l'injection ou à l'extrusion.

- PMMA extrudé : les plaques extrudées sont moins chères que les plaques coulées, bien que leur aspect de surface soit moins bon.

### I.7.4 Caractéristiques du PMMA

#### I.7.4.1 Caractéristiques physiques

- Le PMMA est surtout connu par ses propriétés optiques exceptionnelles. Ce polymère amorphe est d'une transparence remarquable, dans le visible 380 à 780 $\mu$ m, l'absorption de la lumière n'atteint que 50 % pour une épaisseur de 3mm [2]

- Le PMMA peut aisément se colorer y compris dans des teintes fumées pour vitrage [2]

- Le PMMA est hygroscopique : l'absorption d'eau en 24h atteint 0,25% [2]

- Le PMMA a une densité de [11] :

1,195 g/cm<sup>3</sup> à 0 °C

1,190 g/cm<sup>3</sup> à 20 °C

1,188 g/cm<sup>3</sup> à 25 °C

- Le PMMA a d'excellentes résistances aux agents atmosphériques.

- Il peut être facilement formé en l'échauffant à 100 °C [12]

- L'angle de réflexion est de 41° à 42° [12] .

### I.7.4.2 Caractéristiques mécaniques

- Le PMMA est un polymère amorphe dont la température de transition vitreuse varie de 110 à 135 °C selon les produits, c.à.d qu'à température ambiante il sera dur, rigide, cassant avec faible allongement [2]
- Son module d'élasticité en traction est de 3140 N/mm<sup>2</sup> [12]
- De faible dureté, le PMMA se raye et se polit facilement et s'entaille sensiblement [13]
- Facilité de tout opération ultérieure, accepte les traitements mécaniques à froid et à chaud [12]
- Grande résistance aux vieillissements [12]
- Sa contrainte de rupture en traction est de 65 à 77 MPa [6]
- Son module de flexion est de 2,28 à 3,32 G Pa [6]
- Sa contrainte de rupture en flexion est 84 à 110 MPa [6].

### I.7.4.3 Caractéristiques thermiques

- Le PMMA est combustible et brûle lentement sans fumée excessive [2]
- La température maximale d'utilisation est faible  $\leq 80$  °C [2]
- La température de fusion est de 210 à 240 °C [2]
- La température d'utilisation en continue est de 85°C [2]
- La température de transition vitreuse est de 110 à 135 °C [2]
- La température de déformation sous charge à 1,85N/mm<sup>2</sup> est 105 °C [12]
- Conductivité thermique de l'ordre de 0,18 W/Cm [6]
- Le coefficient de dilatation thermique est de  $0,7 \cdot 10^{-4}$  à  $0,8 \cdot 10^{-4} \text{K}^{-1}$  [2]
- Point de fusion est de 210 °C [2].

### I.7.4.4 Caractéristiques chimiques

- Le PMMA est sans odeur, inchangé par [12]  
les solutions alcalines diluées mais il est attaqué par
  - L'acétone, l'alcool, l'alcool éthylique ;
  - Le chlore liquide, le phénol ;
  - L'ammoniaque ;

-L'eau oxygénée à plus de 40% l'essence térébenthine, les hydrocarbures, le méthanol à 3%

Si dans la structure du PMMA les groupes de méthyle (CH<sub>3</sub>) attaché aux atomes de C sont remplacés par les atomes simples d'hydrogène on obtient l'acrylate de poly méthyle un matériel caoutchouteux non blanc

- Pour produire 1kg de PMMA, il faut 2kg de pétrole. En présence de l'air, le PMMA se met en feu à 460 °C, il brûle complètement à l'anhydride carbonique [12]
- La résistance aux intempéries et très bonne [14]
- Le PMMA peut être exposé à l'extérieure sans problèmes [14].

#### **I.7.4.5 Caractéristiques optiques**

- Transition légère, minimum 92 % pour l'épaisseur de 3mm [12]
- Indice de réfraction 1,48 à 1, 50 (pour  $\lambda = 587,7\text{nm}$  hélium) ce qui en fait un matériau adapté à la fabrication optique [12].

#### **I.7.4.6 Caractéristiques électriques**

Les propriétés électriques sont sensibles à l'humidité que reprend le PMMA ;

- La résistance à l'arc est excellente [14]
  - Il est électrostatique, par conséquent, il attire la poussière [2]
- On peut remédier à cet inconvénient, en chargeant le PMMA par des produits antistatiques qui migrent en surface et le recouvre d'une couche conductrice pour les utilisations dans d'autres domaines qu'électrique [2]
- La résistance transversale est de  $10^{15} \Omega \cdot \text{Cm}$  et peut aller jusqu'à  $10^{19} \Omega \cdot \text{Cm}$  [14]
  - Le facteur de dissipation diélectrique ( $\text{tg } \delta$ ) à 50 Hz : 0,04 à 0,05 [15]
  - La rigidité diélectrique 15 à 20 kV /mm [12]
  - Permittivité relative  $\epsilon_r$  pour une fréquence de [12]
- |                 |             |
|-----------------|-------------|
| 50 Hz à 60 Hz : | 3,0 à 4,0   |
| 1KHz            | : 3 à 3,5   |
| 1MHz            | : 2,7 à 3,2 |
- La résistance superficielle :  $10^{15}$  à  $10^{16} \Omega \cdot \text{Cm}$  [12].

### **I.7.4.7 Caractéristiques acoustiques :**

La vitesse de propagation du son dans le PMMA est  $2,85 \cdot 10^5$  cm/s [6]

### **I.7.4.8 Caractéristiques mise en œuvre**

- Coulée : la polymérisation se fait entre des plaques de 3m x 2m au plus.

On obtient des plaques d'épaisseurs comprises entre 1mm et 20 mm [14]

- Injection: Compte tenu de la viscosité élevée du PMMA, les températures sont de l'ordre de 250 à 300°C. Les pressions atteignent 1500 bars. L'injection multi colore par transfert dont plusieurs moules est aisée [14]

- Extrusion : Elle permet d'obtenir des plaques, des feuilles, des joncs [15]

- Thermoformage : Après réchauffe préalable (140°C à 160°C) de plaques coulées ou extrudées, le PMMA se thermoforme aisément au dessus de la température de transition vitreuse [14]

Le PMMA une fois transformé, se façonne facilement.

- Soudage : Le PMMA se soude par soudage haute fréquence, gaz chaud et ultrasons. [14]

- Collage : Il s'effectue soit avec des solvants, soit avec des colles polymérisable. [14]

- Usinage : L'usinage du PMMA est facile à condition d'éviter les chocs . [2]

## Recyclage

Le recyclage est un procédé de traitement des matériaux qui permet de réintroduire, dans le cycle de production d'un produit, des matériaux qui le composent. La problématique quant au recyclage des polymères provient essentiellement du fait que ces derniers sont rarement utilisés seuls. Pour faciliter la mise en forme, les procédés industriels ont souvent recours à des plastifiants et des charges. Cependant, des nouveaux procédés permettent de recycler les polymères en fin de vie.

### Principe du recyclage

Les matières thermoplastiques, à la différence des matières thermodurcissables ou des élastomères, peuvent être récupérées, broyées et transformées pour être réutilisées.

#### I.7.5 Utilisation du PMMA

Ses principales utilisations sont les suivantes [6] [12]:

- Les applications industrielles : cadrans, hublots et capots de machine à laver, portes de fours à micro-onde, les écrans de contrôle industriel
- L'ameublement et décoration : salons, tables, escaliers, mobiliers hospitaliers
- Le sanitaire : baignoire bac à douche, lavabo
- Le bâtiment concernant toute particule

Les parties transparentes des immeubles modernes (garde corps de balcon pore soleil, brise vent)

- Les pièces industrielles, accessoires de sécurité
- Prothèses dentaires
- L'électronique et l'optique : les fibres optiques (l'automobile, aviation, l'informatique, les connections industrielles)

En optique, le PMMA est utilisé pour les lentilles, les épiscopes

L'électrotechnique : pour des applications telles que les condensateurs, enrobages de composants, supports divers

- La médecine : il a une bonne compatibilité avec le tissu humain :

Chirurgie cosmétique pour réduire de manière permanente des rides

- Le PMMA est plus qu'un simple plastique car avec un peu de PMMA dissout dans les huiles lubrifiantes et fluides hydrauliques, ces dernières ne deviennent pas visqueuses au froid et on peut faire fonctionner des machines jusqu'à -100°C, du moins si le reste de la machine résiste à de telles températures !

Malgré tout, le PMMA est assez fragile et brûle facilement.

### **I.7.6 Avantages**

- Transparence exceptionnelle
- Bonne tenue aux ultra-violets
- Surface brillante
- Thermoformage aisé
- Possibilité de coulée
- Facile à coller
- Faible absorption d'humidité
- Bonne résistance aux chocs.

### **I.7.7 Inconvénients**

- Cassant, fragile, rayable
- Faible tenue en température (limitée à 80 °C)
- Résistance chimique très moyenne
- Fendillement sous charge possible
- Faible résistance aux hydrocarbures et aux solvants
- Inflammabilité
- Attraction de poussières.

*Chapitre II*  
**Chapitre II**  
*Notions sur la dégradation des solides isolants*

## II.1 Introduction

Les décharges électriques, souvent inévitables dans un grand nombre de dispositifs du génie électrique, sont aussi des sources de particules chargées. Il existe des configurations dans lesquelles la surface libre d'isolant se trouve en contact avec des décharges, ce qui conduit à une sévère dégradation [7]

## II.2 Définition d'une décharge

Le terme de décharge électrique s'applique à tout mécanisme de passage de courant dans un gaz. Il doit son origine au fait que la première méthode d'obtention de ces courants à été la décharge de condensateur à air. [9]

Lorsqu'on applique à un diélectrique un champ électrique suffisamment élevé, il apparaît un courant dont la valeur dépend de celle du milieu. On parle alors de décharge électrique. Ce phénomène prend une multitude de formes différentes. [4]

L'application de la tension fait apparaître un certain nombre de phénomènes parasites qui provoquent une détérioration des isolants susceptible de mettre ceux-ci rapidement hors usage.

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

Ø **Les barrières diélectriques (DBD)** : où les isolants gazeux et solides sont généralement en série entre les deux électrodes et avant de se propager sur la surface du solide, la décharge se développe dans le volume de gaz.

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

Le plus important et le plus nocif de ces phénomènes est celui des décharges partielles.

## II.2.1 Les décharges partielles

Lorsqu'une isolation composite est soumise à un champ électrique, la partie la plus faible peut claquer sans que l'isolation entière ne subisse une rupture diélectrique.

Ces claquages, qui n'affectent qu'une partie de l'épaisseur de l'isolation, sont appelés décharges partielles (DP). [18]

On distingue deux types de décharges partielles :

### II.2.1.1 Les décharges internes

Les décharges partielles internes se développent dans les cavités remplies d'air dues aux défauts de fabrication du diélectrique, ou bien créés par une fatigue électromécanique, aux points de concentration du champ.

La mise en court circuit par une décharge d'une vacuole dans une isolation donne naissance à des phénomènes physiques dus à la transformation de l'énergie électrique fournie en énergie thermique, lumineuse, contribuant surtout à la détérioration plus ou moins lente de l'isolant.

Les décharges internes s'amorcent à la tension alternative  $V_i$  telle que :

$$V_i = E_c \left( d + \frac{d_0 - d}{e_r} \right)$$

$E_c$  est le champ correspondant à la tension de claquage du gaz de la cavité d'épaisseur « d » supposée faible devant son diamètre et l'épaisseur de l'isolant ( $d_0 - d$ )

$e_r$  : Permittivité du diélectrique

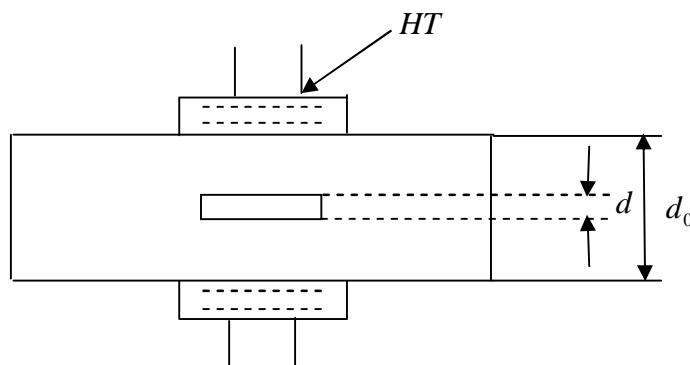


Fig. II.1. Dispositif d'étude des décharges internes

### II.2.1.2 Décharges superficielles

Les décharges superficielles sont des décharges électriques qui apparaissent à la surface d'un solide placé dans un milieu isolant gazeux ou liquide. Le champ électrique donnant lieu à cette décharge a sa composante principale tangente à la surface du matériau.

Le courant de ces décharges est généralement un courant de déplacement qui résulte de la variation du champ électrique.

$$I_d = \left( e \cdot \frac{dE}{dt} \right)$$

### II.2.2 Décharge disruptive (claquage)

Le claquage est l'annihilation au moins temporaire subite des propriétés isolantes du milieu. Le développement de la décharge disruptive est lié à un ou une association des phénomènes suivants:

- Décharge intrinsèque
- Décharge thermique
- Décharge partielle

## II.3 Vieillessement

On appelle vieillissement tout phénomène qui se traduit par une évolution lente et irréversible des propriétés du matériau.

Le terme vieillissement n'implique pas un mécanisme précis, on est même souvent en présence de phénomènes complexes faisant intervenir simultanément plusieurs mécanismes comme l'oxydation à température modérée, l'hydrolyse, etc.

Parmi les plus sévères contraintes en service nous pouvons citer la contrainte thermique qui peut conduire à la réduction de la durée de vie suite au vieillissement du matériau.

Le vieillissement thermique peut provoquer aussi la modification de sa structure, de ses propriétés diélectriques et mécaniques.

On distingue deux types de vieillissement

### **II.3.1 Vieillissement physique**

Le vieillissement physique peut se produire avec ou sans transfert de masse ;

#### **II.3.1.1 Vieillissement physique avec transfert de masse**

Un solvant peut pénétrer dans le matériau : dans les polymères, il peut y avoir plastification accompagnée d'un gonflement ou également perte d'adjuvant par extraction ou évaporation. Lorsque le matériau est soumis à des contraintes (mécanique, électrique, etc.), le solvant peut provoquer une craquelure. Si la déformation du polymère se poursuit, il se développe un phénomène de fissuration ou cracking.

Avec l'eau il peut exister des gradients de concentration dus à la diffusion, à 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 la diminution de la résistance d'isolement ; elle se produit généralement lorsque les matériels, par exemple des moteurs, sont à l'arrêt.

#### **II.3.1.2 Vieillissement physique sans transfert de masse**

Un matériau peut se fissurer sous contraintes en présence d'un composé tensio-actif. Si le matériau est dans un état thermodynamique instable après sa mise en œuvre, il peut en résulter un vieillissement physique interne.

### **Influence du vieillissement physique sur les propriétés du polymère**

Le vieillissement physique affecte toutes les propriétés dépend de la mobilité moléculaire et du volume libre. Le coefficient de dilatation diminue, la masse volumique augmente, le facteur de pertes diélectriques diminue, la diffusion des gaz et des liquides diminue.

### **II.3.2 Vieillissement chimique**

Ils provoquent une modification du matériau sous l'influence de l'environnement. En pratique, il se superpose à un vieillissement physique. Les isolants peuvent être soumis à différents types de vieillissement chimique.

### II.3.2.1 Vieillessement électrique

Si le matériau est soumis à des décharges partielles dont les effets se traduisent par la formation de radicaux libres, ces composés réagissent rapidement avec l'oxygène. Il en suit une dégradation généralisée ou localisée (arborescence électriques) des isolants en présence d'humidité, d'impuretés ioniques sous l'influence de la température. Des réactions électrochimiques peuvent conduire à une dégradation des propriétés du matériau.

### II.3.2.2 Vieillessement climatique

Le vieillissement climatique résulte de l'exposition directe des matériaux aux rayonnements solaires, aux intempéries et à diverses pollutions. La lumière solaire, accélèrent le vieillissement des plastiques et des élastomères. La température joue également un rôle important

Ce vieillissement climatique peut dégrader les caractéristiques électriques de la surface d'un isolant et provoquer la formation de cheminement.

### II.3.2.3 Vieillessement thermique en présence d'oxygène

L'oxydation se produit à des températures modérées (généralement inférieures à 300°C) ; la présence de l'oxygène dans le matériau a pour effet :

- d'entraîner une prédominance des coupures de chaînes des polymères par apport aux réticulations,
- d'abaisser le seuil de température au-delà duquel un vieillissement thermo-chimique anaérobie démarre,
- de provoquer une plus forte exothermicité.

L'utilisation d'anti oxygénés ou de noir de carbone peut inhiber (empêcher ou ralentir) le phénomène d'oxydation.

On distingue par l'oxydation un ensemble de réactions chimiques complexes et lentes au cours desquelles les hydrocarbures réagissent avec l'oxygène dissous, il se forme tout d'abord des produits des réactions solubles (composés carbonylés, carboxyles) puis, par polymérisation, des produits qui sont plus ou moins solubles, les dépôts étant appelés boues d'oxydation. [18]

La présence d'acidité soluble augmente la dégradation thermique de la cellulose. [19]

### II.3.2.4 Vieillessement par hydrolyse

Sous l'influence de l'humidité (  $\geq 95\%$  ) et de la température (au moins de  $100^{\circ}\text{C}$ ), certains polymères (polyesters ...etc.) peuvent se dégrader. Ce vieillissement climatique peut dégrader les caractéristiques électriques à la surface d'un isolant et provoquer la formation de cheminement.

La réaction hydrolyse s'effectue en présence d'eau  $\text{H}_2\text{O}$ .

Les phénomènes d'hydrolyse ont un certain nombre de caractéristiques communes suivantes;

- Très lents à la température ambiante,
- Les effets d'hydrolyse se superposent aux effets physiques de l'absorption d'eau ,
- Ce sont des réactions activées par des agents chimiques divers : ions  $\text{H}^+$ ,  $\text{OH}^-$ , métaux de transition...etc.

### II.3.2.5 Vieillessement radiochimique

Dans les applications nucléaires, spatiales, médicales, etc., les matériaux sont soumis à des radiations ( $\alpha, \beta, \gamma, \text{X}, \text{neutrons}$ ) de forte énergie ; il s'ensuit des coupures de chaînes et des réticulations ; l'oxygène réagit avec les radicaux libres formés avec un rendement qui décroît avec le débit de dose. Le vieillissement radiochimique décroît avec le débit de dose. L'oxygène est en effet consommé si rapidement qu'il ne peut se renouveler par diffusion dans le matériau. Le vieillissement radiochimique décroît donc avec le débit de dose et est influencé par la température ; l'oxygène, l'humidité jouent un rôle important.

### II.3.2.6 Vieillessement biochimique

Certains micro-organismes (moisissures, champignons, insectes, rongeurs, etc.) peuvent dégrader les polymères ; plusieurs mécanismes de vieillissement sont connus : dégradation biochimique du matériau, consommation des adjuvants, attaque mécanique par les rongeurs.

La biodégradation est favorisée par des milieux humides, à des températures supérieures à l'ambiante. Pour limiter les phénomènes de biodégradation on peut utiliser les additifs suivants : phénols, dérivée organométalliques (Hg, Sb, As, Sn, Zn).

### II.3.2.7 Vieillessement mécano chimique

Les contraintes mécaniques, s'exerçant sur les isolants d'une machine, sont des facteurs de vieillissement significatifs ; un vieillissement mécano chimique peut apparaître sous l'influence d'une contrainte mécanique telle que le broyage, le fluage.

Dans ce cas, les radicaux libres produits sous l'action des contraintes mécaniques réagissent avec l'oxygène.

## II.4 Dépolymérisation

C'est la réaction inverse de polymérisation, un cas particulier de la réaction de coupure de chaîne. Elle crée un site actif qui déstabilise la liaison monomère voisine et entraîne l'élimination séquentielle de molécules de monomère.

## II.5 Coupure de chaînes statiques

Les longues chaînes des polymères peuvent être coupées suite à l'augmentation de la température ce qui provoque une diminution de la masse moléculaire moyenne (polymères linéaires), diminution du taux de réticulation et donne une augmentation de la masse moléculaire dans le cas des polymères tridimensionnels.

Les propriétés affectées par ces coupures sont celles liées à des interactions polymère-solvant. La solubilité, la diffusion et la perméabilité augmentent avec le taux de dégradation.

## II.6 Réticulation

C'est la réaction formant des ponts covalents entre les segments voisins des chaînes. Elle provoque une diminution de la mobilité moléculaire des segments de chaînes.

## Phénomènes de dégradation

Sous l'effet des contraintes électriques, climatiques et de la pollution, plusieurs phénomènes de dégradation peuvent apparaître au cours du vieillissement des matériels. Décrivons-les brièvement : [9]

- **Farinage** [9]

Apparition à la surface du matériau synthétique des particules de charge formant une surface rugueuse ou poudreuse.

- **Faïençage**

Micro fractures superficielles peu profondes (de 0,01 à 0,1  $\mu\text{m}$ )

- **Craquelure**

Fractures superficielles de profondeur supérieure à 0,1mm

- **Erosion**

Dégradation irréversible et non conductrice, qui peut se produire, à la surface de l'extrémité ou de l'isolateur, par perte de matière. Elle peut être uniforme, localisée ou arborescente.

A partir des amorçages partiels, il peut se produire sur les extrémités ou les isolateurs composites des traces superficielles, en général arborescentes, comme sur les pièces en porcelaine. Tant qu'elles ne sont pas conductrices, ces traces, ne sont pas préjudiciables. Quand elles sont conductrices, elles se classent dans le phénomène «cheminement».

### **Arborescences**

Dégradation irréversible, consistant en la formation de micro-canaux à l'intérieur du matériau, lesquels peuvent être conducteurs ou non conducteurs. Ces micro-canaux peuvent s'étendre progressivement en profondeur dans le matériau jusqu'à sa perforation électrique.

- **Cheminement**

Dégradation irréversible, par formation de chemins qui apparaissent et se développent à la surface d'un matériau isolant. Les chemins sont conducteurs même à sec. Les cheminements peuvent se produire sur des surfaces au contact de l'air et aussi aux interfaces entre matériaux isolants différents. Il est en général matérialisé par l'apparition d'une trace de matériau carbonisé.

- **Perforation**

Décharge disruptive à travers la matière isolante solide.

- **Contournement**

Décharge disruptive extérieure de l'isolateur se produisant entre les parties soumises à la tension, le long de la surface isolante ou dans l'air.

## II.7 Facteurs de vieillissement :

Les facteurs de vieillissement ont des effets complexes en raison des phénomènes de synergie : par exemple, une contrainte mécanique peut initier une dégradation qui évaluera rapidement sous l'action d'un élément chimique présent (oxygène, eau). [9]

Dans ces conditions, il est évident que le vieillissement naturel d'un matériau est difficile à prévoir ; il dépend :

- De la zone climatique,
- De l'environnement (présence de pollution) ,
- Des contraintes qui lui sont appliquées (contraintes mécanique, électrique, thermique).

Il ne peut y avoir une station climatique unique pour faire vieillir les matériaux ; il convient de choisir quelques sites dont les climats sont bien différenciés. En Europe continentale, on admet que le climat méditerranéen fournit, du fait de sa sévérité (rayonnement solaire et température), une contrainte satisfaisante pour porter un jugement sur la qualité des matériaux.

### II.7.1 Rayonnement ultraviolet

A la surface de la terre, la partie active du rayonnement ultraviolet est comprise entre 290 et 400 nm, elle équivaut à environ 5% de l'énergie solaire totale reçue. Les photons de cette zone spectrale ont des énergies qui correspondent à celle de certaines liaisons chimiques et peuvent ainsi provoquer les réactions suivantes :

- Réaction d'ionisation et réaction d'excitation, mais aussi perforation de radicaux libres.

Dans le cas de certaines liaisons chimiques de forte énergie (  $-C \equiv C-$ ,  $-C \equiv N-$  ), des réarrangements électriques peuvent avoir lieu et se traduire par une coloration.

L'énergie d'un rayonnement de longueur d'onde donnée peut être calculée selon la formule de Planck :

$$E = h\nu = \frac{hc}{\lambda}$$

$E$  : énergie

$\nu$  : fréquence

$c$  : vitesse de la lumière

$\lambda$  : longueur d'onde

$h$  : constante de Planck

### II.7.2 Rayonnement visible et infrarouge [9]

Ces rayonnements ont principalement un effet thermique (plus important pour l'infrarouge) et provoquent une accélération de la cinétique des réactions de dégradation, oxydation, scission de chaîne, hydrolyse.

### II.7.3 Oxygène

L'oxygène peut intervenir et induire des réactions secondaires à partir de radicaux formés sous l'action du rayonnement UV.[9]

### II.7.4 Humidité

L'absorption d'eau est fonction de l'épaisseur du matériau, de la qualité des charges. La présence d'eau peut conduire à des réactions secondaires qui accentuent les effets de la dégradation sous rayonnement ultraviolet, en particulier pour les polyuréthanes. L'humidité peut avoir une action chimique, par hydrolyse, mais également une action physique :

- absorption d'eau dans les charges entraînant une décohésion,
- action du gel provoquant une décohésion et une fissuration

Notons que les pluies peuvent avoir

- une action néfaste par le lavage ou l'érosion de la surface et l'élimination d'un farinage qui la protège du rayonnement,
- une action bénéfique en éliminant des pollutions de surface.

### II.7.5 Ozone

L'ozone est un oxydant très actif qui aggrave l'effet du rayonnement ultraviolet ; il est particulièrement dangereux pour les élastomères placés dans une contrainte mécanique. [9]

### II.7.6 Pollution atmosphérique

Le principal agent de pollution des atmosphères industrielles est le dioxyde de soufre  $SO_2$ . Son action sous forme de gaz n'a pas été mise en évidence ; il serait surtout actif en présence d'ozone. Sa combinaison avec l'humidité de l'air et l'oxygène conduit à des solutions diluées d'acide qui peuvent se concentrer fortement par évaporation d'eau.

D'autres types de pollution ont un effet sur les isolateurs synthétiques soumis à une tension électrique, par exemple, toutes les particules solides solubles dans l'eau ainsi que la pollution marine forment un électrolyte avec l'humidité déposée sur la surface des isolants. Elles conduisent à des dégradations telles que le cheminement.

## II.8 Les paramètres électriques

### II.8.1 Résistance volumique

La résistance transversale  $R_t$  mesurée entre deux électrodes appliquées sur deux faces d'un échantillon est le quotient de la tension continue appliquée aux électrodes par la partie du courant que traverse l'isolant entre ces électrodes.

On note que la résistance volumique détermine le courant à travers l'isolant et elle varie beaucoup suivant le degré d'humidité de l'isolant, elle diminue fortement avec une élévation de la température.

La résistivité transversale d'un matériau  $r_{cct}$  est le quotient du gradient de potentiel par la densité de courant qui le traverse, ce qui donne :

$$r_{cct} = S_t \cdot \frac{R}{g} \quad \text{où ;} \quad S_t = p \cdot \frac{D0^2}{4}$$

$$D0 = \frac{D1 + D2}{2}$$

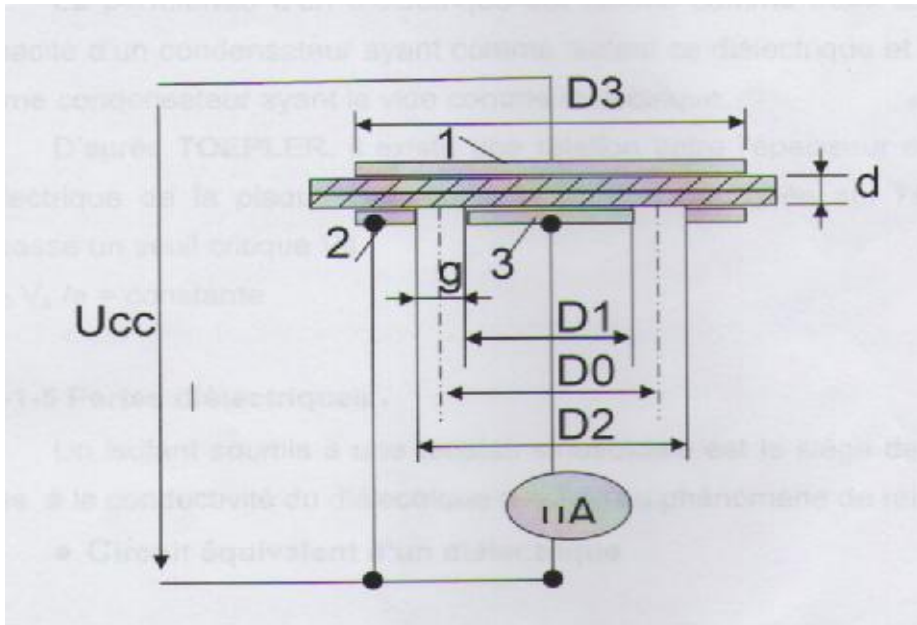


Fig. II. 2. Mesure de la résistance volumique

1 : électrode ; 2 : anneau de garde servant à éliminer de la mesure des courants des surfaces ; 3 : contre-électrode.

## II.8.2 Résistance superficielle

### II.8.2.1 Définition

La résistance superficielle  $R_s$  est définie comme la résistance électrique de la surface d'un matériau isolant. [17]

La résistance superficielle est l'un des paramètres qui nous permet d'évaluer le degré de dégradation de la surface d'un isolant solide soumis à des décharges, elle est définie suivant la norme CEI 93 comme étant le quotient de la tension continue «V» appliquée aux électrodes par la partie du courant «I» à travers la mince couche d'humidité (pollution) qui pourrait exister à la surface de l'isolant et dans les couches superficielles de ce dernier .

$$R_s = \frac{V}{I} (\Omega)$$

A partir de la résistance superficielle mesurée, nous pouvons calculer la résistivité superficielle en utilisant la formule suivante :

$r_{ccs} = p \cdot \frac{R_s}{g}$  où ;  $P = p \cdot D_0$  ; est le périmètre moyen entre l'électrode et le contre électrode,

avec

$$D_0 = \frac{(D_1 + D_2)}{2}$$

$$g = \frac{(D_2 - D_1)}{2}$$

Avec :

D3: longueur de l'électrode

d : distance inter électrode

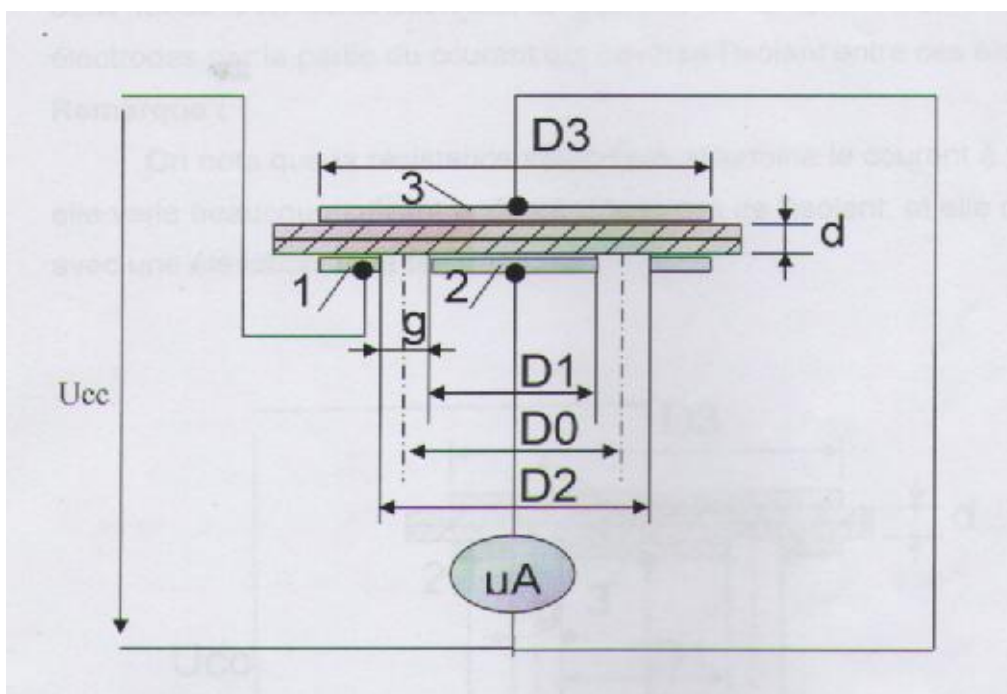


Fig. II.3. Mesure de la résistance superficielle

1 : électrode ; 2 : contre électrode ; 3 : anneau de garde servant à éliminer de la mesure des courants transversaux.

### II.8.2.2 Influence de l'humidité et du champ électrique sur la résistance superficielle

De manière générale, la résistance superficielle dépend de la température, de l'humidité, du champ appliqué et du temps d'application de la tension.

#### II.8.2.2.1 Influence de l'humidité

L'humidité c'est l'une des paramètres quia la plus forte influence sur la résistance superficielle des matériaux isolants.

La résistivité superficielle dépend surtout de l'humidité relative de l'air ambiant, et cela à une teneur en eau donnée.

#### II.8.2.2.2 Influence du champ appliqué

Lorsqu'on applique un champ faible, les matériaux isolants suivent en générale la loi d'Ohm, et cela veut dire que leur résistivité est indépendante du champ appliquée.

Par contre, si on applique un champ fort, on constate qu'il ya une décroissance de la résistance lorsque le champ appliqué augmente.

#### II.8.2.2.3 Influence de la température

Dans un intervalle de température donné, la résistivité dépend de la température selon la loi suivante :

$$r = r_0 \exp \frac{E_A}{KT}$$

T : Température absolue (K)

K : Constante de Boltzmann ( $K = 1,38.10^{-23} JK^{-1}$ )

$E_A$  : Energie d'activation (J)

$E_A$  est donné par la pente de la droite  $\ln r = f(1/T)$

$$\ln r = \frac{E_A}{K} \cdot \frac{1}{T} + \ln r_0$$

La linéarité est en générale vérifiée dans un domaine de température assez étendu lorsque l'on sort de l'intervalle de linéarité, on constate une rupture de pente qui traduit un changement dans le mécanisme de conduction. [1]

#### **II.8.2.2.4 Influence de la nature des électrodes**

Les électrodes doivent se coller parfaitement à la surface du matériau, car toute lame d'air incluse entre l'électrode et la surface modifie le résultat à cause de la résistivité de l'air qui est très élevée.

#### **II.8.3 Résistance d'isolement [8]**

C'est le quotient de la tension continue appliquée entre deux électrodes en contact avec l'échantillon, par le courant total qui le traverse à un moment donnée après l'application de cette tension.

Ce rapport dépend à la fois de la résistance superficielle et de la résistance transversale de l'éprouvette.

La résistance d'isolement ce n'est pas une caractéristique intrinsèque du matériau, mais elle présente un intérêt pratique pour la comparaison de différents matériaux isolants. [7]

#### **II .8.4 Permittivité relative**

La permittivité d'un diélectrique est définie comme étant le rapport entre la capacité d'un condensateur ayant comme isolant ce diélectrique et la capacité de ce même condensateur ayant le vide comme diélectrique.

#### **II.9 La rigidité diélectrique**

La rigidité diélectrique est la valeur maximum du champ électrique que l'on peut appliquer à une substance sans que se produise une dégradation irréversible nommée claquage.

## **II .9.1 Influence des divers paramètres sur la rigidité diélectrique**

- 1- La rigidité en tension continue est proche de celle en tension alternative (valeur efficace) ;
- 2- L'augmentation de l'épaisseur de l'éprouvette réduit la valeur de la rigidité diélectrique ;
- 3- La tension de claquage est proportionnelle à l'épaisseur ;
- 4- L'augmentation de la température réduit la rigidité diélectrique ;
- 5- Une augmentation de la permittivité (ou une diminution de la résistivité) augmente la tension de claquage de l'éprouvette ;
- 6- La présence d'impuretés, d'humidité, d'air ou de gaz dans l'isolant diminue fortement la rigidité diélectrique.

*Chapitre III*

***Chapitre III***

***Téchniques d'étude et d'analyse  
de la dégradation superficielle  
des solides isolants***

### **III.1 Introduction**

Les surfaces des matériaux isolants solides subissent des modifications de leurs propriétés physico-chimiques sous les décharges surfaciques. Pour une meilleure précision on utilise différentes techniques d'analyse grâce à la microscopie et à la spectroscopie qui nous permettent d'avoir des informations en particulier sur :

- La topographie de la surface (MEB)
- La nature des liaisons, le degré d'oxydation, les groupements fonctionnels (IRTF)
- La constitution élémentaire et quantitative des couches superficielles du nanomètre à quelques dizaines de micromètres (EDS analyse spectroscopique à énergie dispersive).

### **III.2 Les objectifs assignés à l'analyse pour résoudre les problèmes de surface**

- Analyse élémentaire et analyse des fonctionnalités chimiques et moléculaires,
- Analyse quantitative,
- Analyse structurale, cristallographie,
- Répartition spatiale tri dimensionnelle et microscopie,
- Profil de distribution en profondeur et imagerie dimensionnelle,
- Energie, forces de surface, propriétés thermodynamiques et viscoélastiques,
- Une caractérisation de tout type d'échantillon solide, poudres et isolants compris.

### **III.3 Microscopie électronique à balayage**

L'électronique à balayage (MEB ou SEM pour scanning electron microscopy en anglais) est une technique de microscopie basée sur le principe des interactions électrons-matière. Un faisceau d'électrons balaie la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, réémet certaines particules.

Différents détecteurs permettent d'analyser ces particules et de reconstruire une image de la surface.

### **III.3.1 Histoire**

Les premiers travaux décrivant le principe du microscope électronique à balayage remontent à 1935 et sont dus à l'ingénieur allemand Max Knoll (1897-1969). Par la suite, le scientifique allemand Manfred Von Ardenne construisit en 1938 la première microscopie électronique à balayage par transmission en ajoutant des bobines de balayage au microscope électronique en transmission.

En 1942 le physicien et ingénieur russe Vladimir Zworykin a utilisé le premier microscope électronique à balayage pour examiner la surface de l'échantillon.

Au début de l'histoire du MEB, le canon à électrons se situait en bas du microscope pour que la chambre d'analyse puisse se trouver à la bonne hauteur pour le manipulateur. Mais ceci avait une mauvaise conséquence car l'échantillon risquait ainsi de tomber dans la colonne du microscope.

A cette époque, le microscope électronique en transmission se développait assez rapidement et en comparaison des performances de ce dernier, le MEB suscitait beaucoup moins de passion et son développement fut donc ralenti.

A la fin des années 40, Sir Charles Oatley alors maître de conférences dans le département d'ingénieur de l'université de Cambridge au Royaume-Uni s'intéressa au domaine de l'optique électronique et décida de relancer des études sur le MEB, en complétant des travaux effectués sur le TEM par Ellis Cosslett, et il a construit le premier MEB appelé SEM1 en 1952, cet instrument avait atteint une résolution de 50 nm mais ce qui était le plus important était qu'il rendait enfin ce stupéfiant effet 3 dimensions, caractéristique de MEB modernes.

## Description

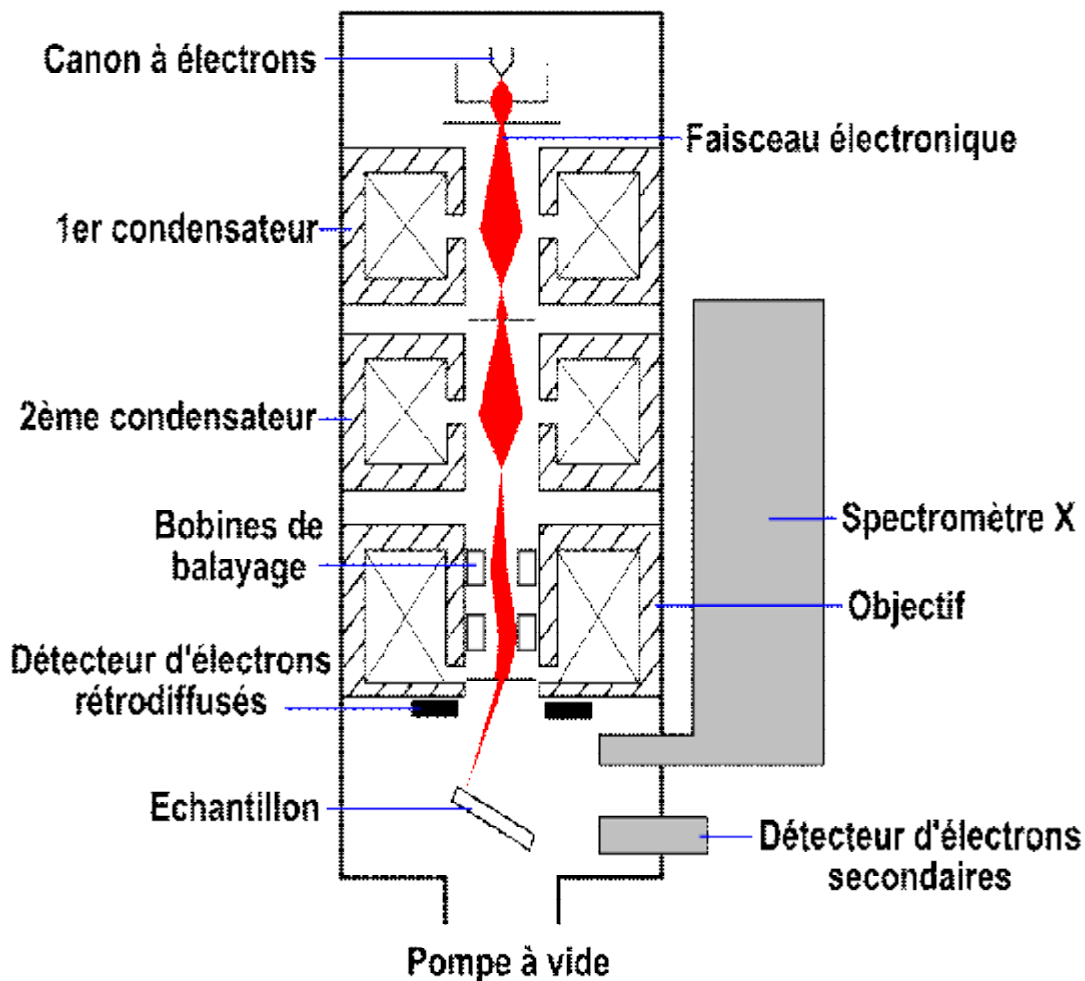


Fig. . III.1. Microscope électronique à balayage

Un microscope électronique à balayage est composé :

- d'un système de pompe à vide.
- d'un système de refroidissement.
- d'un canon à électrons composé d'une source d'électrons, d'un système de focalisation et d'un accélérateur d'électrons.
- d'une colonne optique électronique contenant :
  - Les lentilles magnétiques ;

- Les diaphragmes;
  - Les bobines de balayage ;
- d'un platine porte-objet permettant de déplacer l'échantillon dans les trois directions.
- de détecteurs :
- d'électrons secondaires ;
  - d'électrons rétrodiffusés ;
  - d'électrons Auger ;
  - de rayon X ;

Eventuellement d'autres éléments électroniques de mesure.

### **III.3.2 Principe**

Un canon à électrons envoie un faisceau d'électrons sur l'échantillon. En contact avec la matière, ces électrons interagissent de différentes façons.

Elles peuvent se produire par effet thermoélectronique à partir d'un filament à une forme d'épingle à cheveux pour localiser l'émission par effet de pointe afin d'obtenir une source plus ponctuelle et plus brillante.

Les terres rares, et en particulier l'hexa borure de Lanthane ( $\text{LaB}_6$ ) remplace souvent les filaments de Tungstène, car il possède des caractéristiques thermoélectroniques assez bonnes et une pression de vapeur suffisamment faible.

Dans les instruments les plus récents, les électrons sont émis par effet de champ : on utilise une pointe métallique très aigüe, dont l'extrémité ne comporte qu'un ou quelques atomes.

Le champ électrique local extrêmement intense car lié à l'inverse du rayon de courbure, est suffisant pour extraire les électrons avec fort rendement (brillance) à partir d'une surface très faible.

Les électrons qui sont produits par les deux méthodes (par le filament de tungstène ou la pointe métallique), sont accélérés par une différence de potentiel produite par une source haute tension continue, constituée d'un transformateur et d'un redresseur

Les tensions d'accélération classique (10 à 50 kV) fixent l'énergie des électrons qui forment un faisceau presque monocinétique.

Pour dévier la trajectoire d'un électron en mouvement on utilise habituellement dans le microscope électronique, des bobines magnétiques qui introduisent moins d'accélération.

### III.3.3 Le balayage

Le contrôle du balayage de la surface de l'échantillon est assuré par des bobines de déflexion, alimentées par une source électrique délivrant un courant en dents de scie (déviation en x) et un courant en escalier (déviation en y).

Un oscilloscope cathodique est synchronisé avec ce balayage : on applique un courant provenant de la même source aux bobines de déflexion de la colonne et de l'oscilloscope. Le grossissement obtenu peut atteindre 400000 sur les instruments récents.

### III.3.4 La mise au point

Une bobine finale permet de contrôler la conicité du faisceau d'électrons afin de la focaliser exactement sur la surface de l'échantillon, et pour corriger l'astigmatisme ou les aberrations, on trouve des bobines supplémentaires.

Le faisceau d'électrons qui vient du canon à électrons est appelé faisceau d'électrons primaires.

Suivant le mode de fonctionnements du microscope différents détecteurs sont utilisés et différents types de particules sont analysés (Fig. III.2)

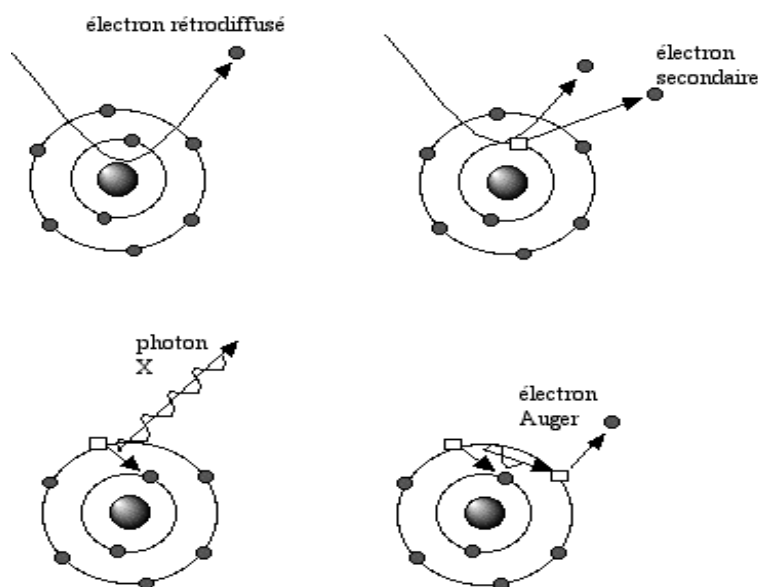


Fig. III .2. Rayonnements produits par les atomes sous l'action du faisceau d'électrons

- **Electrons secondaires**

Certains électrons primaires pendant l'interaction cèdent une partie de leur énergie cinétique aux atomes qui sont alors ionisés par éjection d'un électron dit «secondaire». Ces électrons ont une très faible énergie (quelques dizaines d'év) 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.

- **Electrons rétrodiffusés** (ou back-scattered en anglais),

Ce sont les électrons primaires qui sont entrés en interaction avec le noyau d'atome de l'échantillon, cette interaction est 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.

- **Electrons Auger**

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

### **III.3.4 Préparation de l'échantillon**

L'interaction électron-matière conduit à des effets d'accumulation de charges à la surface. Ces charges sont évacuées vers la masse dans le cas d'un échantillon conducteur. Par contre dans le cas d'un isolant, leur accumulation déforme le faisceau d'électron et modifie son énergie effective. Il faut donc déposer une couche mince de métallisation à la surface (or, orparalladium, carbone).

Les MEB environnementaux ne nécessitent pas de métallisation.

### III.5 Différents types d'imageries

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

- **Imagerie en électrons secondaires**

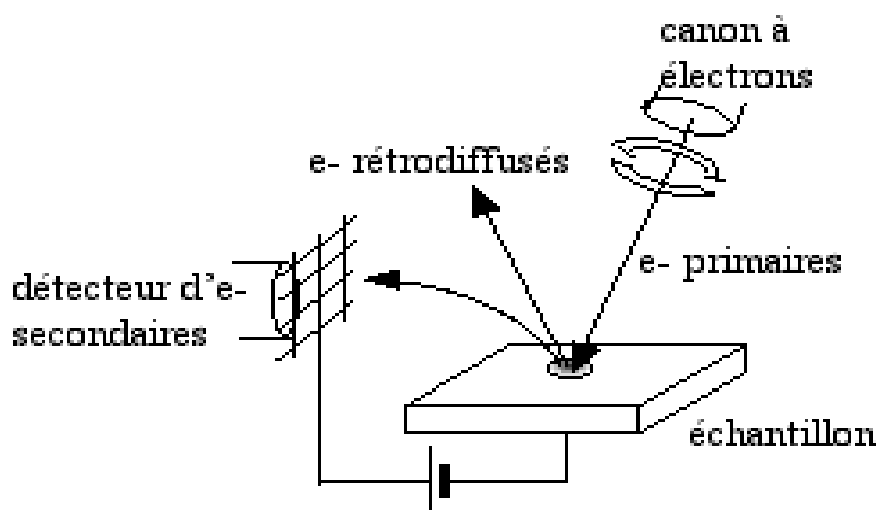


Fig. III. 3. Détecteur d'électrons secondaires

La détection des électrons secondaires (d'énergie d'environ quelques dizaines d'eV) 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 détectés de cette manière.

La quantité d'électrons secondaires produite ne dépend pas de la nature chimique de l'échantillon, mais de l'angle d'incidence du faisceau primaire avec la surface.

- **Imagerie en électrons rétrodiffusés**

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

La qualité d'électrons capturés par les atomes rencontrés et donc la qualité d'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.



Fig.III.4. Détecteur d'électrons rétrodiffusés

### **III.6 Spécificités du MEB**

- Utilisation simple, peu de contraintes pour la préparation de l'échantillon ;
- Grande profondeur de champ en comparaison avec le microscope optique (dans la gamme des grossissements où une telle comparaison peut être faite),
- Très efficace pour la détection de défauts tels que trous, fissures, amas,
- Donne accès à la microanalyse.

Toutes les méthodes d'analyse sont utilisées pour apprécier une mise en œuvre correcte, ou l'état de dégradation. Signalons, notamment le spectromètre d'absorption infrarouge qui révèle les modifications de structure chimique.

## **III.7 La spectroscopie infrarouge à transformée de fourier «FTIR»**

### **III.7.1 Généralités sur la spectroscopie FTIR**

FTIR : fourrier transformed infrared

L'infrarouge a été découvert par l'astronome anglais William HERSHEL en 1800 à partir de l'échauffement produit par le soleil.

### **III.7.2 Rayonnement infrarouge**

Le rayonnement infrarouge est une onde électromagnétique, il recouvre le domaine de longueur d'onde de 0,76  $\mu\text{m}$  à 1 mm.

Les rayons infrarouges sont classés en trois régions ; infrarouge proche, moyen et lointain.

Le nom d'infrarouge : infra est un mot latin signifiant «en dessous» par rapport à la fréquence.

### **III.7.3 Source de rayonnement infrarouge**

Tous les corps émettent de l'infrarouge, dans des proportions plus ou moins importantes suivant leur température.

On cite : le soleil, la terre, le corps humain, les sources d'éclairage et les sources de signaux (les diodes émettrices d'infrarouge).

La spectroscopie infrarouge à transformées de fourier est une technique d'analyse physico-chimique qui sonde les liaisons entre noyaux atomiques et leur arrangement Cette technique d'analyse nous permet d'accéder directement à la formation moléculaire, à la nature chimique et à l'organisation.

### **III.7.4 Principe**

La spectrométrie IRTF est basée sur l'obtention dans le domaine temporel d'un interférogramme à l'aide d'un interféromètre du Michelson. Et on obtient le spectre désiré par transformer de Fourier de cet interférogramme.

L'interférogramme est la somme de toutes les fréquences du faisceau.

Sous l'effet de rayonnement IR, les molécules de l'échantillon analysé vont subir des changements d'état vibrationnel, à des fréquences de vibration caractéristiques de chaque groupement moléculaire, et cette méthode d'analyse vibrationnelle est non destructive, qualitative et peut être quantitative. Les spectromètres mesurent les nombres d'onde ( $\text{cm}^{-1}$ ) et la diminution de l'énergie de la radiation que l'échantillon absorbe. Ils nous donnent les caractérisations de tout type d'échantillon, quel que soit leur état physique en surface.

### **III.7.5 Détecteur d'infrarouge**

La sensibilité de l'œil humain à l'infrarouge est nulle. L'homme peut détecter seulement l'infrarouge lointain, grâce à la sensation de chaleur sur la peau. Pour détecter l'infrarouge proche il utilise,

- La pellicule photographique ;
- Détecteur thermique ;
- Détecteur de signal ;
- Matrice de détecteur : pour pouvoir constituer des images thermiques en deux dimensions.

### **III.7.6 Applications**

Les infrarouges sont utilisés dans de nombreux domaines,

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

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.

### III.8 La spectroscopie infrarouge de réflexion à absorption par modulation de polarisation PM-IRRAS

Le dispositif expérimental de la technique PM-IRRAS, est constitué d'un spectromètre IRTF Nicolet / 850 et du montage optique de modulation de polarisation implanté à l'extérieur du spectromètre (figure III 4)

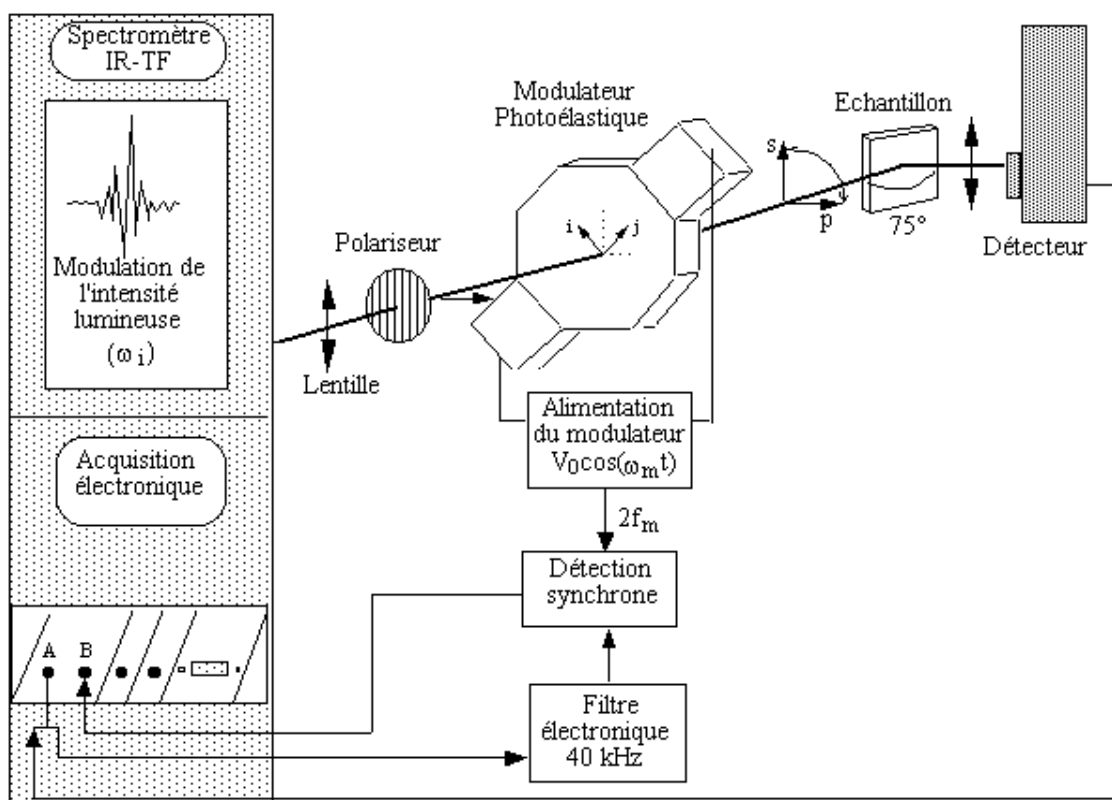


Fig.III .5 Schéma du montage optique en PM-IRRAS

## **Application**

La PM-IRRAS peut être utilisée dans de nombreux secteurs :

- La micro électronique,
- Optique,
- La macro informatique,
- Les bâtiments,
- La métallurgie,
- L'aéronautique,
- L'automobile,
- Les biotechnologies.

Cette méthode peut être appliquée sur les substrats suivants :

Couches mince organique ou inorganique déposées sur des substrats diélectriques, semi conducteurs ou métalliques : polymères (cristaux, liquide, oxydes).

## **III.9 Angle de contact**

### **III.9.1 Introduction**

L'hydrophobicité de la surface d'un isolant solide est évaluée à l'aide de la mesure de l'angle de contact.

Lorsqu'une goutte de liquide est déposée sur une surface solide plane, l'angle entre la tangente à la goutte au point de contact et la surface solide est appelée angle de contact  $\theta$ . La mesure de cet angle nous donne une bonne indication sur l'état de l'hydrophobicité de la surface du solide.

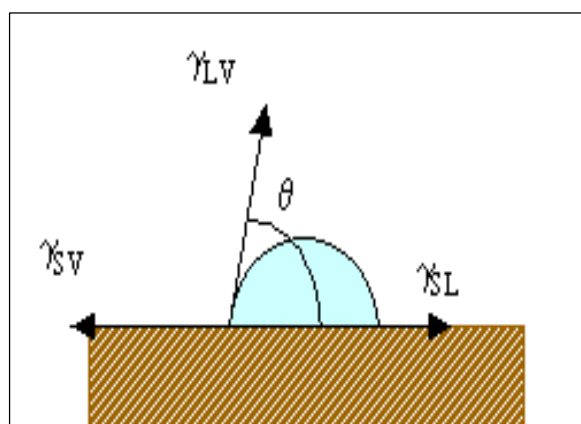
L'hydrophobicité est l'une des propriétés les plus importantes en présence de l'humidité et de pollution.

### III.9.2 Principe

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

- Si on utilise l'eau comme liquide, on peut déduire deux caractères : hydrophobe (faible énergie de surface), hydrophile (grande énergie de surface) ;
- La mesure de l'hystérésis entre l'angle de l'avancée de la goutte et au retrait de la goutte renseigne sur la non homogénéité physique (rugosité) 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.

### III.9.3 Calcul de l'énergie de surface



Soit

$g_{sl}$  : La tension inter faciale solide-liquide

$g_{sv}$  : La tension inter faciale solide-vapeur

$g_{lv}$  : La tension inter faciale liquide-vapeur

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

$$-g_{SV} + g_{SL} + g_{LV} \cos q = 0$$

Tel que:

$g_{LV}$  et  $q$  sont mesurable et pour déterminer les autres inconnues on utilise les modèles suivants :

- Modèle de Neumann :

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

$$\cos q g_{sl} = \frac{(0,015g_s - 2) \cdot \sqrt{g_s g_l} + g_l}{g_l (0,015\sqrt{g_s g_l} - 1)}$$

- Modèle d'Owens et Wendt :

L'énergie de surface s'exprime sous la forme suivante :

$$g_s = g_s^d + g_s^{nd}$$

$g_s^d$  : Composante dispersive ;

$g_s^p$  : Composante non dispersive.

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

$$g_l(1 + \cos q) = 2\sqrt{g_s^d} \sqrt{g_l^d} + 2\sqrt{g_s^p} \sqrt{g_l^p}$$

- Modèle de good Van Oss :

L'énergie de surface s'écrit comme suit :

$$g_s = g_s^d + 2\sqrt{g_s^+ g_s^-}$$

Telle que :

$g_s^+, g_s^-$  : Composantes polaires.

La relation qui relie tout les composantes de l'énergie de surface du solide, du liquide et l'angle de contact s'écrit alors :

$$g_l(1 + \cos\theta) = 2(\sqrt{g_s^d g_l^d} + \sqrt{g_s^+ g_L^-} + \sqrt{g_L^+ g_s^-})$$

## *Chapitre IV*

# *Normes sur les essais de dégradation superficielle des solides isolants*

## **IV.1 Introduction**

Le besoin de normalisation est apparu dans le monde de l'électricité au début de XX<sup>ème</sup> siècle.

La nécessité de sécuriser l'utilisation de l'électricité et de rendre compatible des systèmes électriques entre eux (tension, intensités, système de transport d'énergie, équipements,) imposaient de fait un accord entre fournisseurs et utilisateur. [19]

## **IV.2 Définition**

Une norme est un texte définissant des paramètres de nature technique aux quels se réfèrent :

- les industriels pour concevoir et fabriquer des produits ;
- les utilisateurs pour les acheter et les réceptionner ;
- les réglementeurs pour imposer des règles de sécurité et de construction dans le cadre des directives et des textes juridiques.

Une norme est un document qui s'appuie sur les acquis de la science, de la technique et de l'expérience, elle doit prendre les exigences essentielles des lois, directives, réglementation, etc., applicable et appropriées. [19]

## **IV.3 Différents types de normes**

On distingue quatre types de normes

- Ø **Les normes fondamentales** : elles donnent les règles en matière de terminologie, sigles, symboles, métrologie (ISO3, grandeur et unités).
- Ø **Les normes de spécification** : elles indiquent les caractéristiques, les seuils de performance d'un produit ou d'un service (exemple : EN2076-2 .Serio aérospatiale-lingots et pièces moulée en alliage d'aluminium et de magnésium.
- Ø **Les normes d'organisation** : elles décrivent les fonctions et les relations organisationnelle à l'intérieur d'une entité.

Ø **Les normes d'analyse et d'essai** : elles indiquent les méthodes et moyenne pour la réalisation d'un essai sur un produit. [20]

#### **IV.4 Rôles des normes**

Les normes jouent plusieurs rôles, parfois contradictoires :

- elles rationalisent pour ramener à quelques catégories discrètes, les nombreux paramètres physiques majeurs (section électrique des câbles, diamètres des alésages, puissances des appareils et appareillages, tension assignées, etc.) ;
- elles représentent l'état des règles de l'art à un stade donné de l'évolution technologique, mais elles doivent être suffisamment ouverts pour permettre une évolution ;
- elles permettent des fabrications en séries, des économies d'échelles, des simplifications d'emploi et de maintenance ;
- elles canalisent l'imagination et la créativité (pour mettre sur le marché un produit hors norme il faut dépenser beaucoup d'énergie et d'argent ;  
Ce produit pourra ultérieurement faire le marché) ;
- elles favorisent les marchés construits sur une série de norme, mais entravent l'accès à d'autres marchés bâtis sur d'autres séries de normes non compatibles (appartenant généralement à un autre pays). [19]

#### **IV.5 Organismes de normalisation**

Deux organismes se sont développés sur le plan mondial, ils se partagent pratiquement l'ensemble de la normalisation :

- L'un ayant un caractère sectoriel élargi : la commission électrotechnique internationale (CEI) créée en 1926 et dont le premier président a été LORD KELVIN ;
- L'autre ayant un caractère pluri disciplinaire (hors électrotechnique) : l'organisation internationale de normalisation (ISO), créée en 1946 (à la suite de la

défunte ISA créée en 1926 et qui regroupait des associations nationales de normalisation).

## **IV.6 Commission Électrotechnique Internationale (CEI)**

### **IV.6.1 Généralités**

CEI est une association privée de droit suisse qui regroupe soixante-trois pays représentés pour nationaux, créée spécialement pour la plupart afin de participer aux activités de la CEI.

### **IV.6.2 Intérêt des normes CEI**

L'établissement de normes CEI a pour but de :

- Faciliter les échanges dans le monde en supprimant les barrières techniques.
- Assurer la qualité des produits.
- Contribuer à la sécurité dans l'utilisation des produits.
- Garantir l'interopérabilité des produits et systèmes.
- Contribuer à la protection de l'environnement et à la qualité de vie, à travers notamment l'efficacité énergétique et la réduction des émissions de CO/CO<sub>2</sub>.

### **IV.6.3 Comités d'étude CEI**

Le domaine couvert par la CEI est très vaste car il va des gros matériels (alternateurs, transformateurs turbines) ou matériels audio-vidéo, lampe, . . . , ou passant par les machines à laver et le matériel médical. Par suite, les travaux de normalisation sont effectués par plus de 110 comités d'études (CE spécialisé pour chaque application).

Le CE14 s'occupe des transformateurs, CE17 de l'appareillage électrique, la CE28 de coordination d'isolement, le CE36 des isolateurs.

### **IV.6.4 Etablissement des normes CEI**

Les normes sont établies par des experts regroupées dans des groupes de travaux internationaux et qui représentent les constructeurs, utilisateurs de matériels, ainsi que les représentants de laboratoire d'essai des consultants et domaine considéré.

Quelques exemples des normes sur les essais de dégradation des isolants :

Titre de la norme	AFNOR	Correspondance CEI	Date de parution
Isolants solides produits à base de mica en rouleaux spécification	NFC26-122	CEI	Mai 71
Matériaux combinés souple destinés à l'isolement électrique.	NF EN 60626	CEI 60626	Jan 96-97-99
Méthode d'essai des matières isolante, conditions normale à observer avant et après les essais de matériau isolant électrique solide.	NF C26-200	CEI60212	Juin 73
Méthode d'essai des matières isolantes. Analyse statique et données d'essais de vieillissement.	NF C26-202	CEI6093-1	Décembre 75
Principaux aspects de l'évolution fonctionnelle des systèmes d'isolation électrique, mécanisme de vieillissement et procédure de diagnostic.	C26-208	CEI60610	Juin 85

Méthode d'essai des matières isolantes, mesure de la résistance totale d'isolement.	NFC26-210	CEI60167	Avril 65
Méthode d'essai des matières isolantes, méthode pour la mesure de la résistivité transversale et de la résistivité superficielle de matériaux isolants électrique solide.	NFC26-215	CEI 60093	Mars 82
Méthode pour déterminer les indices de résistance et de tenue au cheminement des matériaux isolants solide.	NFEN 60112	CEI 606112	Août 03
Méthode d'essai des matières isolantes, méthodes d'essai pour évaluer la résistance au cheminement à l'érosion des matériaux isolants électrique utilisés dans des conditions ambiantes sévères.	NFC26-221	CEI 60587	Juin 86
Rigidité diélectrique des matériaux isolants, méthode d'essai –partie2 : exigences complémentaires pour les essais à tension continue.	NF EN 60243-1	CEI 60243	Août 2001

Méthodes d'essai recommandées pour la détermination de la résistance relative des matériaux isolant au claquage par des décharges superficielles.	NFEN60343	CEI 60343	Janvier 93
Méthode d'essai de matières isolantes, mesure du degré de polymérisation moyen viscosinétique de papier neuf et vieillis à usage électrique.	NFC26-270	CEI 60450	Mars 75
Méthode d'essai pour évaluer la résistance des matériaux isolants à la formation d'arborescences électriques.	NFC26-292	CEI 61072	Juin 94
Principaux aspects de l'évaluation fonctionnelle des systèmes d'isolation électrique, mécanismes de vieillissement et procédures de diagnostic.	AFNOR	CEI 610	1978

*Chapitre V*  
**Chapitre V**  
*Etude expérimentale*  
**Etude expérimentale**

## V.1. Introduction

Ce chapitre est consacré aux travaux expérimentaux effectués sur le PMMA au niveau du laboratoire haute tension et aux analyses par MEB (Microscope à balayage électronique) et FTIR réalisés respectivement aux laboratoires de physique et de chimie de l'université Mouloud Mammeri de Tizi -ouzou

L'objectif est d'étudier l'influence du vieillissement électrique par décharges couronne sur les propriétés physico-chimique du PMMA.

## V.2. Préparation des films de PMMA

Nous avons dissout un morceau de PMMA d'épaisseur 3mm et de dimension (3mm x 4mm) dans l'acétone ( $C_3H_6O$ ). Ensuite nous avons étalé la solution obtenue sur un disque en verre.

Après quelques heures, l'acétone s'est évaporé et nous avons obtenu un film de PMMA de ayant une épaisseur de l'ordre de micromètre.

Nous avons placé le film de PMMA sur un disque de verre d'épaisseur 5mm. Ce disque joue le rôle d'une barrière utilisée pour éviter le claquage entre les deux électrodes, l'échantillon de PMMA ayant une très faible épaisseur.

Le film de PMMA est alors soumis à des décharges couronne dans un système sphère-plan.

## V.3. Description du dispositif expérimental

Le schéma du dispositif expérimental utilisé dans cette étude est représenté sur la figureV.1.

Les décharges électriques ont été obtenues en alimentant les deux électrodes à l'aide d'une tension alternative délivrée par un transformateur d'essai dont les caractéristiques sont :

$U = 100 \text{ kV}$ ,  $f = 50 \text{ Hz}$ ,  $S = 10 \text{ kVA}$ , la variation de la tension se fait à l'aide d'un autotransformateur qui se trouve au niveau du pupitre de commande.

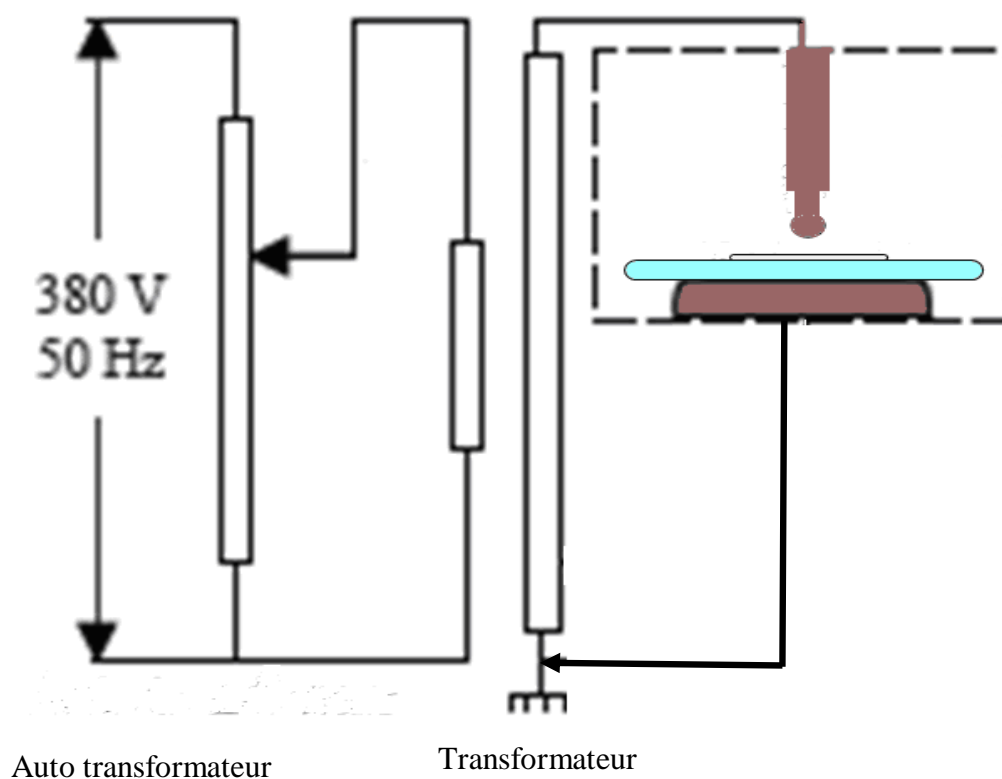


Fig.V.1 Montage expérimental

### Les électrodes

L'électrode plane en cuivre de diamètre 5 cm est reliée à la terre. L'électrode haute tension est une tige se terminant par une sphère de diamètre égal à 1,44 cm (Fig.V.3). Les deux électrodes sont portées par un support en bakélite (Fig.V.2) conçu de manière à avoir l'axe de l'électrode haute tension perpendiculaire à l'électrode plane. Un système vis-écrou permet de régler la distance inter électrodes.

L'intervalle d'air entre l'électrode haute tension et le film de PMMA est de 3mm.



Fig.V.2 Electrodes et support en bakélite

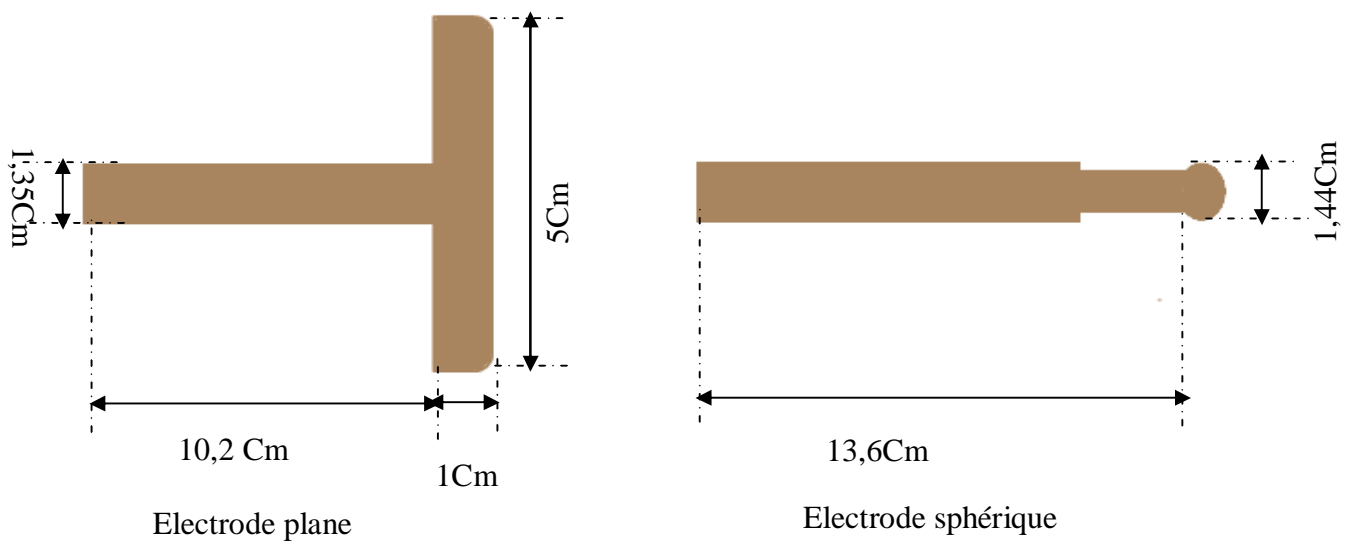


Fig.V.3. Dimensions des électrodes

## V.4. Appareils d'analyse

### Ø Microscope électronique à balayage

Nous avons analysé la topographie de la surface de l'échantillon soumis aux décharges couronne à l'aide d'un microscope à balayage électronique environnemental (ESEM) de marque Philips JOEL XL30 à filament de tungstène (figV.4).

- C'est un appareil qui peut travailler dans deux milieux différents :
  1. Mode conventionnel pour l'analyse des échantillons conducteur,
  2. Mode environnemental qui est réservé à l'analyse des échantillons isolants (céramique, polymère,...) ou biologique (vivants).
- Il fonctionne à des tensions d'accélération du faisceau électronique que nous pouvons faire varier de 0,2 à 30 kV.
- L'appareil est couplé à un système complet de micro analyse par dispersion d'énergie (EDS) qui permet de donner les éléments atomiques se trouvant à la surface de l'échantillon.
- L'agrandissement peut atteindre 3000 fois.



Fig.V.4. ESEM Philips XL30

## Ø Dispositif d'analyse aux rayons infrarouges

Les analyses par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier ont été faites à l'aide d'un appareil de type Shimadzu -8400 (Fig.V.6.) disponible au niveau du laboratoire de chimie (LCAGC) de l'université Mouloud Mammeri. Elles nous donnent les transformations chimiques subies par l'échantillon de PMMA : apparition ou disparition de groupements fonctionnels sous l'effet des décharges couronne



Fig.V.6. FTIR-Shimadzu 8400

## V.5. Résultats expérimentaux et discussion

### V.5.1. Observation visuelle

Un changement de couleur est observé sur une surface de forme circulaire. La partie soumise aux décharges couronne est devenue blanchâtre alors que la partie non traitée est transparente.

### V.5.2. Spectres FTIR

Pour interpréter les spectres infrarouges on divise généralement le spectre en deux parties :

La section de droite ( $<1500\text{ cm}^{-1}$ ) est appelée empreinte digitale parce qu'elle comporte un très grand nombre de bandes aux formes variées. Si toutes les bandes de cette région se retrouvent dans deux spectres infrarouges aux mêmes positions et même intensité relative, on peut conclure avec confiance qu'il s'agit de spectres du même composé. Le nombre important rend cependant l'analyse de cette section passablement ardue. De plus, la nature des bandes qui se retrouvent dans cette région du spectre révèle plus d'informations structurales. C'est pourquoi il est recommandé initialement d'ignorer le côté droit du spectre et concentrer l'analyse sur le côté gauche.

La section de gauche ( $>1500\text{ cm}^{-1}$ ) comporte la plupart des bandes qui sont caractéristiques des groupements fonctionnels.

La présence ou l'absence de ces bandes est généralement évidente et procure des informations structurales importantes.

Notons qu'il est souvent inutile d'analyser d'une façon très détaillée les absorptions C-H vers les nombres d'onde de  $3000\text{ cm}^{-1}$  du moment que tous les composés organiques ont pratiquement des absorptions dans cette région.

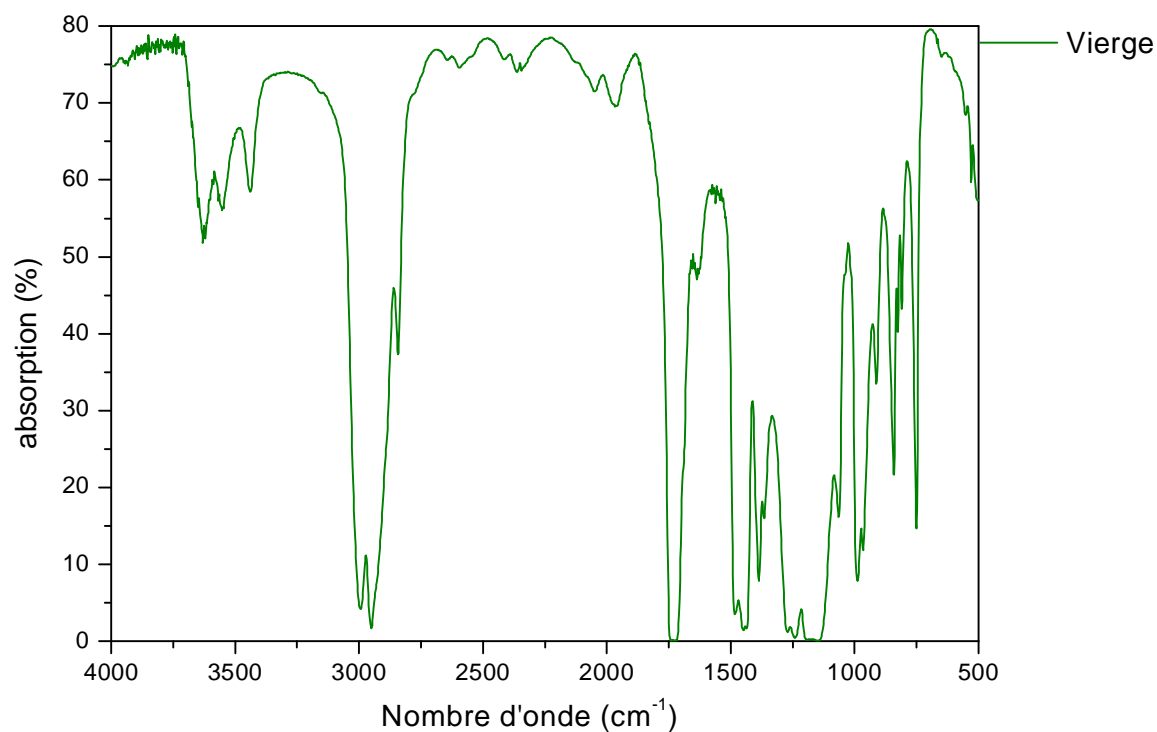


Fig.V.7. Spectre du PMMA vierge

Groupement	liaison	Nombre d'onde	vibration	intensité
Acides	O-H	3550-3500	élongation	intense et très large
-CH <sub>2</sub> -	C-H	2925	élongation asymétrique	forte
Esters	C=O	1750-1730	élongation	forte
Esters	C-O	1300-1050	élongation deux bandes	

Tableau 1. Bandes d'absorptions des fonctions caractéristiques du PMMA

Les spectres FTIR de l'échantillon vierge de PMMA en forme de film que nous avons fabriqué est donné dans la figure V.7. Dans le tableau 1, nous donnons les bandes d'absorption de l'échantillon et les groupements fonctionnels caractéristiques du matériau.

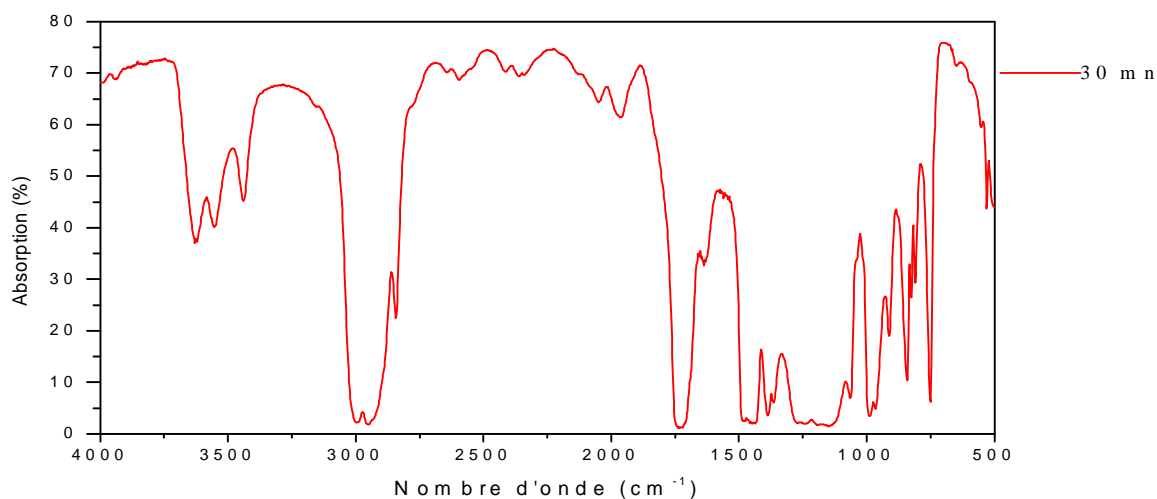


Fig.V.8 PMMA vieilli électriquement pendant 30mn

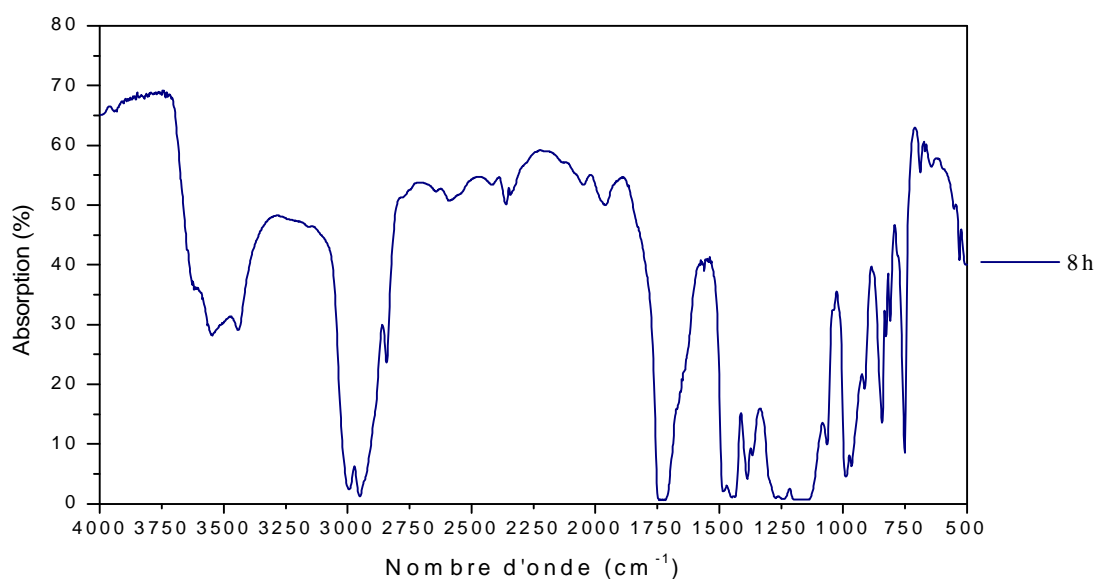


Fig.V.9 PMMA vieilli électriquement pendant 8 h

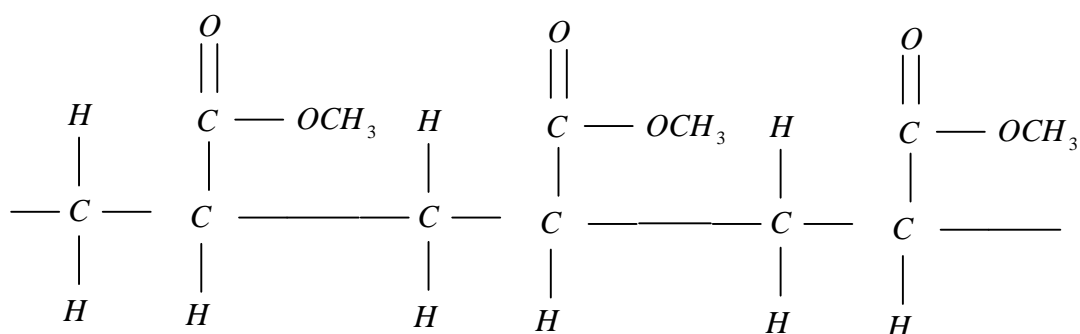
Les figures(V.8), (V.9) montres les spectres de deux échantillons de PMMA l'un soumis aux décharges durant 30mn et l'autre pendant 8heures. En comparant ces spectres à celui de l'échantillon neuf, nous constatons une diminution de l'intensité d'absorption des liaisons C-C, C-H et C=C indiquant une réduction des groupements fonctionnels, donc une dégradation du diélectrique.

Le taux d'absorption du faisceau a diminué de 75% pour les vierges à 68% pour l'échantillon vieillis pendant 30mn, et pour l'échantillon vieilli pendant 8heures le taux d'absorption a diminué jusqu'à 65% .

Cela signifie que l'échantillon vieilli est devenu opaque.

### Structure du PMMA

La structure du PMMA est représentée sous dessous



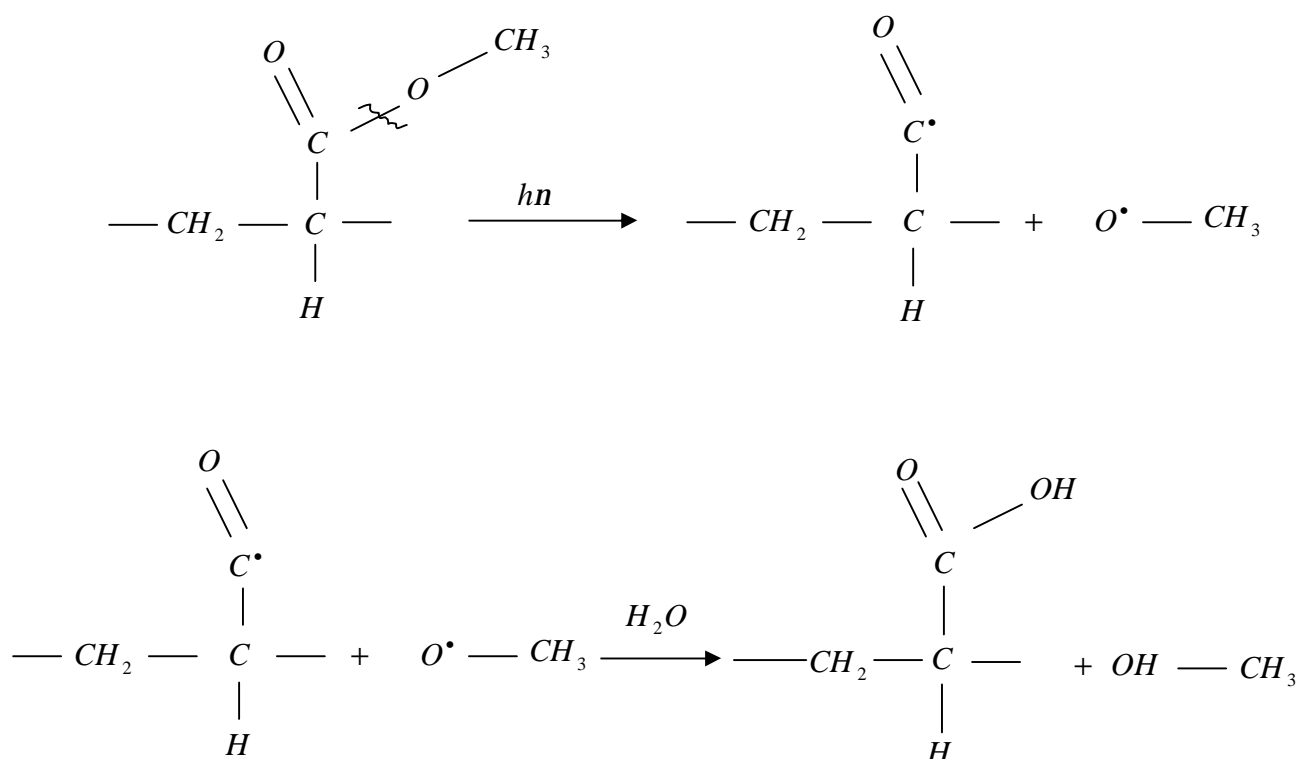
#### • Disparition de l'ester et formation de l'acide carboxylique

Le spectre de la figure V.9 montre la disparition du pic à  $3750 \text{ cm}^{-1}$  sous l'action des décharges électriques auxquelles est soumis l'échantillon durant 8h. Ceci s'explique par la disparition du groupement fonctionnel C-O-CH<sub>3</sub> de l'ester et la formation d'un acide carboxylique OH-CH<sub>3</sub>.

Dans la bande  $[3750-3450] \text{ cm}^{-1}$ , l'acide carboxylique s'est formé en plusieurs étapes :

- 1<sup>er</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>eme</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 d'acide carboxylique avec la participation de l'humidité ambiante ,ces étapes sont représentées par les réactions ci-dessous :



- **Claquage de l'échantillon sous décharges électriques**

Pour avoir un claquage rapide et localisé, nous avons changé le système d'électrodes sphère-plan par un système pointe-plan.

Dans un premier temps l'application d'une tension de 5 kV à l'échantillon de PMMA avec un faible intervalle d'air a provoqué un contournement après quelques secondes.

Après le contournement, l'échantillon est devenu noir à son extrémité résultat de l'intensité du courant de contournement qui a provoqué une fusion local du PMMA.

L'analyse IR de l'échantillon contourné a donné le spectre présenté sur la figure V.10.

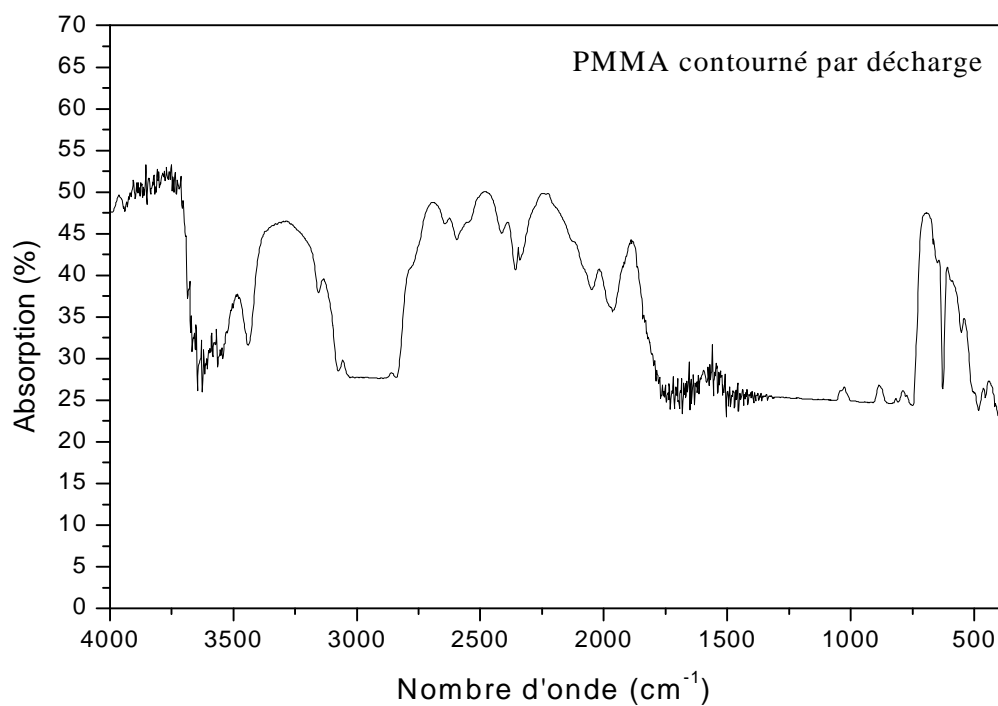
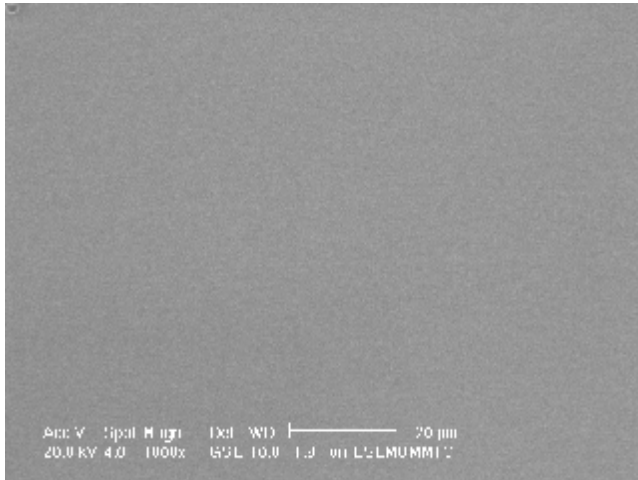


Fig.V.10 spectre du PMMA contourné

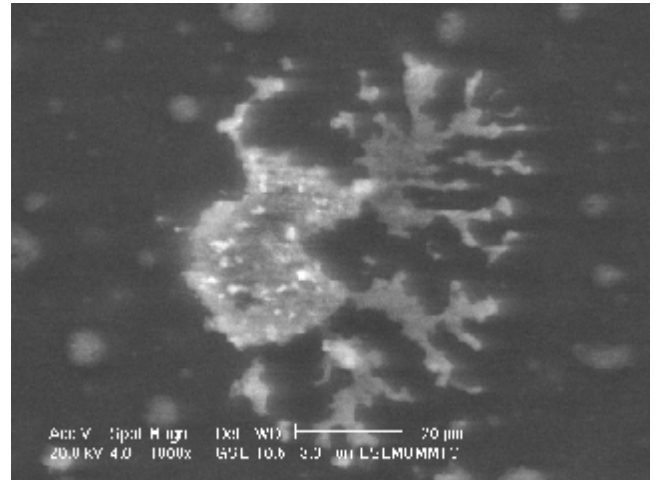
On remarque l'apparition de plusieurs pic dans la bande [1750-1300] cm<sup>-1</sup> et cela signifie la rupture de la chaîne principale (la liaison C-C a disparu) donc la structure de notre échantillon a complètement changée.

Nous avons aussi observé l'apparition de plusieurs pics dans la bande [3725-3500] cm<sup>-1</sup> qui correspond à la formation de nouveaux composés.

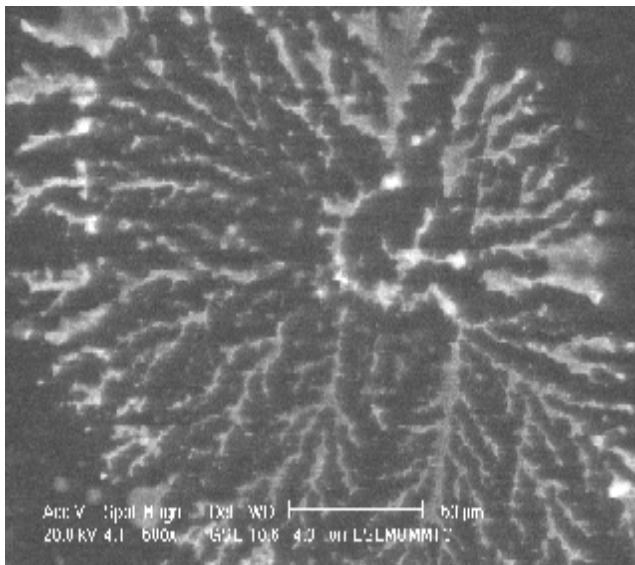
### V.5.3 Topographie de la surface de l'échantillon



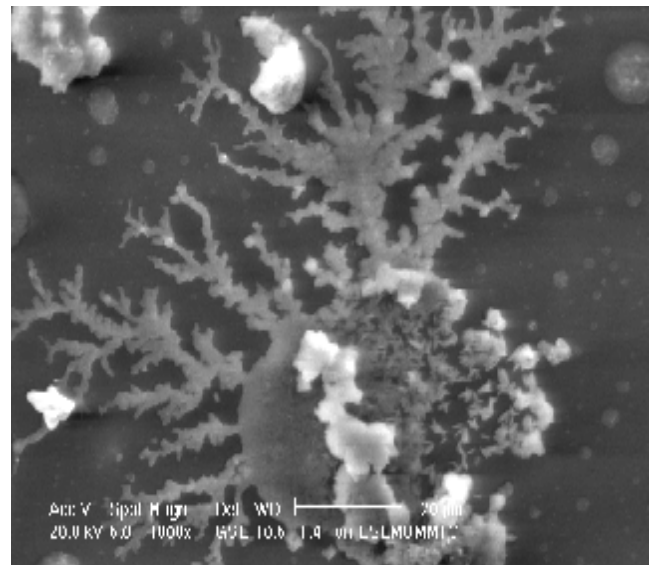
(a) : échantillon vierge



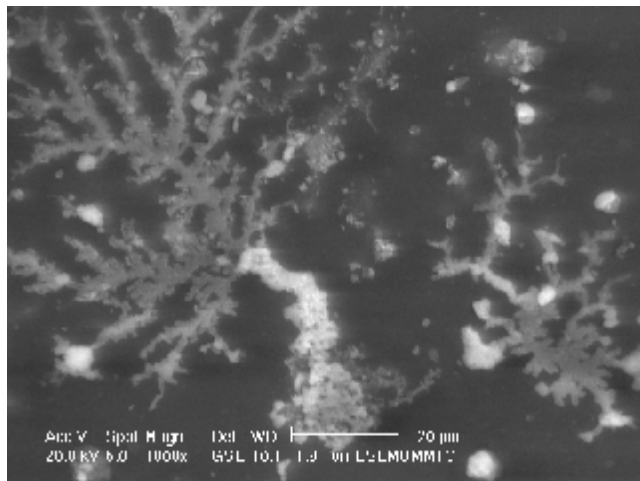
(b) : échantillon soumis aux décharges durant 8h



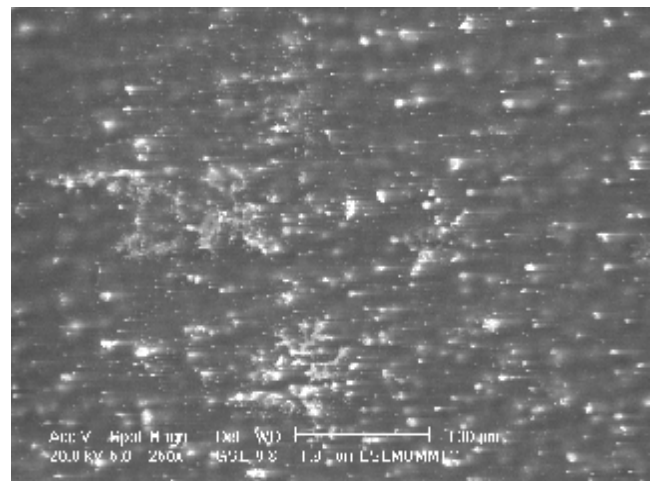
(c) : échantillon soumis aux décharges durant 10h



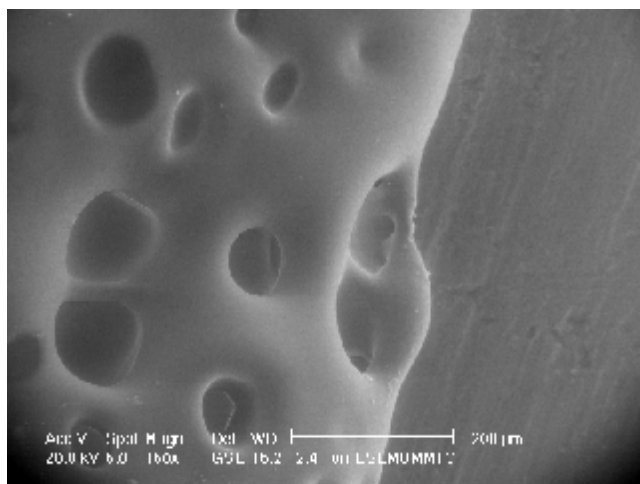
(d) : échantillon soumis aux décharges durant 12h



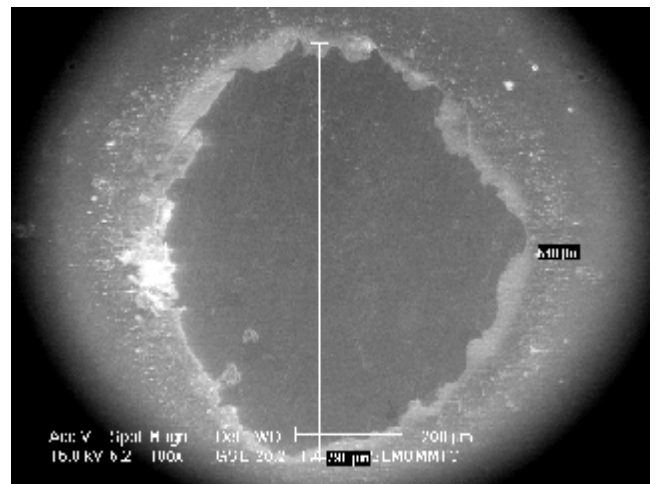
(e) : échantillon soumis aux décharges durant 15h30



(f) : échantillon soumis aux décharges durant 21h



(g) : échantillon soumis au contournement



(h) : échantillon soumis au claquage

Fig.V.11 Micrographes de la surface du PMMA

La figure V.11 montre avec un agrandissement de 250× à 1500× des micrographes d'un échantillon vierge (a) qui présente une surface lisse et homogène.

Pour l'échantillon soumis pendant 8 heures aux décharges superficielles Fig.V.11.(b), nous pouvons observer, pour des profondeurs d'analyse correspondant aux tensions 20 kV et 15 kV la topographie des zones ayant subi des dégradations. Des arborescences prennent naissance et se développent à partir des microcavités existant à la surface de l'échantillon, ces microcavités peuvent être des vacuoles, des particules organiques ou minérales Fig.V.11.(c,d,e).

Pour l'échantillon soumis pendant 10 heures aux décharges électriques, on remarque que le nombre des arborescences est important et elles se développent sur une surface beaucoup plus grande. Les canaux des arborescences ont un diamètre de l'ordre du micromètre et pour l'échantillon soumis aux décharges pendant 12h (Fig.V.11.d), les arborescences ne sont pas nombreuses mais la largeur des canaux est plus grande.

Pour 21h de vieillissement (Fig.V.11.f), même si l'agrandissement a été fait à 250× on peut observer que la surface de l'échantillon est parsemée d'arborescences.

Nous avons aussi observé au microscope électronique les régions brûlées de l'échantillon du PMMA contourné par un arc sous une tension de 5kV (Fig.V11.g). Cette micrographie montre le bord de l'échantillon fondu sous l'action de la chaleur de l'arc de contournement.

L'échantillon qui a subi un claquage est complètement perforé ; il présente un trou de dimension de  $(680 \times 798) \mu\text{m}$  (Fig.V.11.h)

# Conclusion Générale

## *Conclusion générale*

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés à l'étude du vieillissement électrique accélère des échantillons du PMMA de faible épaisseur et nous a permis de comprendre l'effet de vieillissement sur les propriétés physico-chimique du PMMA utilisé dans l'isolation.

L'étude de vieillissement électrique nous permis de constater :

- L'importance de savoir l'état de surface d'un isolant solide ; plus la surface à des impuretés plus elle risque de vieillir rapidement.
- Les claquages par arborescences dans les polymères sont assez peu nombreux mais le phénomène est considéré comme dangereux, car une fois qu'elles sont formées, il semble que rien ne peut les empêcher et elles se développent jusqu'au claquage. C'est pourquoi il nécessaire avant tout d'empêcher leurs formation.

Durant toutes nos expériences, un dégagement gazeux (ozone) et un changement de couleur accompagnent le vieillissement des échantillons, tout ceci est une conséquence de la dégradation progressive et irréversible de l'isolant.

D'après les résultats de IR nous avons remarqués qu'un changement sur la chaîne moléculaire de la surface des échantillons qui soumissent à la décharge, des ruptures de liaisons chimiques se produisent et de nouveaux groupements fonctionnels apparaissent.

Il serait souhaitable de compléter notre étude en poursuivant les essais pour des durées de vieillissement plus importantes jusqu'à avoir le claquage, en raison de déterminer la durée de la vie du matériau.

Nous espérons avoir fait œuvre utile en mettant à la disposition des étudiants ce modeste travail, et nous souhaitons que imperfections du présent travail seront comblées par d'autres études théoriques et expérimentales.

# Bibliographie

## Bibliographie

## ***Références Bibliographiques***

- [1] WILDI .S, Electrotechnique ; 4<sup>ème</sup> édition
- [2] J.P Trotignon, J.Verdu, A.Dobrac Zynski, M.Piperand, «précis de matières plastiques» 5<sup>ème</sup> édition AFNOR, 1994.
- [3] O. BOURNANE «Contribution à l'étude de la conduction électrique dans le PMMA» mémoire de fin d'étude d'ingénieur 2005.
- [4] LOUNES .F « Contribution à l'étude du vieillissement électrique d'interfaces isolantes air-solide » mémoire de fin d'étude d'ingénieur 2006 /2007.
- [5] FENEK .H « Effet des décharges superficielles et du vieillissement thermique sur les propriétés électrique » mémoire de fin d'étude d'ingénieur 2006.
- [6] A. Nadia –B. Malika « effet du vieillissement thermique sur la rigidité diélectrique du poly méthacrylate de méthyle » mémoire de fin d'étude d'ingénieur 2007/2008.
- [7] C. Laurent « Diélectriques solides et charge d'espace » technique d'ingénieur D3-D2305
- [8] CLAUDE. M. « Mesure des caractéristiques des matériaux isolants solides » technique d'ingénieur D2310
- [9] FOURNIER .R «Les isolants en électrotechnique, essais et applications industrielles»
- [10] J.C Dubois, « propriétés diélectriques des plastiques »technique d'ingénieur traites plastiques et composites AM 3140
- [11] Encyclopédie des sciences industrielles, Tome III Mécanique, généralités, applications, libraire artiste de Quillet, 1974.
- [12] H .Ferhat, M .Lilia, O. L'Hocine « étude de l'influence de vieillissement électrique sur la conduction électrique du SAN et du PMMA » mémoire fin d'étude d'ingénieur 2008.
- [13] C. OUDET, « polymère structure et propriétés, introduction » Edition MASSON.
- [14] M. Carrega, « Matériaux polymères », Edition DUNOD, juin 2000.
- [15] J.C Dubois, « Traite plastiques et composites », technique d'ingénieur AM3140 Edition MICHEL ,1996
- [16] FOURNIER.R « Les isolants en électrotechnique concept et théorie » Edition EYROLLES, paris 1990.
- [17] M. MA. Handala « Etude de la décharge de surface sous tension alternative à 50Hz », thèse de doctorat d'état 2007.
- [18] N. BERGER. « Liquide isolants en électrotechnique présentation générale » technique d'ingénieur
- [19] Jean-Pierre ISUARD Alain LE CALVE Technique d'ingénieur RB1 – R85