

**REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE**

**MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET**

**DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

**UNIVERSITE MOULOU D MAMMERI DE TIZI-OUZOU**

**FACULTE DE GENIE ELECTRIQUE ET D'INFORMATIQUE**

**DEPARTEMENT D'ELECTROTECHNIQUE**

**Mémoire de fin d'études**

**En vue de l'obtention du diplôme d'Ingénieur d'Etat en Electrotechnique**

**Option : Réseaux Electriques**

**THEME**

**CONTRIBUTION À LA  
CARACTÉRISATION DES POLYMÈRES  
SOU MIS À DES DÉCHARGES  
COURONNE**

**Proposé par:**

**M<sup>r</sup> M. HANDALA**

**Dirigé par :**

**M<sup>r</sup> E. BELHITECHE**

**Réalisé par :**

**M<sup>r</sup> Y.AGOUAR**

**M<sup>r</sup> A.HIDEUR**

**M<sup>r</sup> K. MOKRI**

**Promotion : 2012 /2013**

# *Remerciements*

*Nos vifs remerciements sont adressés à :*

*Mr HANDALA notre encadreur, pour ses encouragements et pour toutes les connaissances que nous avons acquises à ses cotés.*

*Mr BELHITCHE notre Co -promoteur qui a su guider ce travail par ses conseils avisés et qui a bien voulu nous aider dans la rédaction de ce mémoire.*

*Nous tenons également à remercier les membres du jury qui ont accepté de juger notre travail et nous leurs exprimons toute notre gratitude.*

# DEDICACES

*A ma mère qui m'a soutenu durant mes études et ne m'a jamais*

*privé de son amour, de son attention et de ses encouragements, à*

*toi maman je dédie ce travail.*

*A mon père qui m'a tant donné durant ce long cursus  
universitaire.*

*A mes deux frères, ma sœur et ma  
belle-sœur et surtout mes trois  
Nièces,*

*A tous mes amis et mes collègues.*

*Et à tous ceux qui m'ont aidé*

«KARIM »

# *Dédicaces*

*A ma très chère mère.*

*A mon très cher père.*

*A mes frères et à ma soeur.*

*A toute ma famille.*

*A tous mes amis qui m'aiment et qui m'apprécient.*

*Je dédie ce mémoire*

*Laziz*

# Sommaire

<b>Introduction générale.....</b>	<b>01</b>
<b>Chapitre I : Généralités sur les polymères</b>	
I.1.Introduction .....	02
I.2. Définition d'un polymère .....	02
I.3. Classification des polymères.....	03
I.3.1.Selon l'origine.....	03
I.3.2.Selon les Propriétés.....	03
I.3.3. Selon l'importance économique.....	04
I.4. Domaine d'utilisation des polymères.....	04
I.5. Architecture des polymères .....	04
I.5.1. Polymères à molécules linéaires.....	04
I.5.2. Polymères à molécules ramifiées .....	05
I.5.3. Polymères à molécules réticulés .....	06
I.6. Synthèses des polymères .....	06
I.6.1. Polymérisation en chaîne .....	06
I.6.2. Polymérisation par étapes .....	08
I.7.Quelques exemples d'isolants synthétiques.....	09
I.7.1.Polyéthylène (PE).....	09
I.7.1.1.Différents types de polyéthylènes.....	09
I.7.1.2 Utilisation.....	10
I.7.2. Le polypropylène (PP).....	10

I.7.2.1	Caractéristiques physiques .....	11
I.7.2.2	Utilisation du polypropylène .....	11
I.7.3.	Polystyrène (PS) .....	11
I.7.4.	Polychlorure de vinyle (PVC) .....	14
I.7.4.1.	Fabrication du PVC .....	15
I.7.4.2	Propriétés du PVC .....	15
I.7.4.3	Utilisation du PVC .....	16
I.7.5	Le poly- méthacrylate de méthyle(PMMA) .....	16
I.7.5.1	Procédés de fabrications concurrentes.....	17
1.7.5.1	Caractéristiques du PMMA.....	17
I.8.	Différents types de polymères.....	17
I.9.	Cristallinité des polymères.....	19
I.10	Les décharges électriques .....	21
I.10.1	Décharge couronne.....	21
	Conclusion .....	22

## **Chapitre II : Différents types de caractérisation des polymères**

II.1.	Introduction.....	23
II.2.	Les propriétés électriques des polymères.....	23
II.2.1	Résistivité superficielle .....	23
II.2.2	Rigidité diélectrique.....	23
II.2.3	Permittivité et facteur de dissipation diélectrique .....	24
II.3.	Caractérisation physico-chimique.....	25
II.3.1	La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier .....	25

II.3.2 Principe .....	25
II.3.3 Détecteur d'infrarouge.....	26
II.3.4 Applications.....	27
II.3.5.Observation microscopique (MEB).....	28
II.3.5.1 Historique.....	28
II.3.5.2 Analyse microscopique.....	28
II.3.5.3 Constitution d'un microscope électronique à balayage (MEB).....	29
II.3.5.4 Principe de fonctionnement du MEB.....	30
II.3.5.5 Les électrons secondaires .....	31
II.3.5.6 Les électrons rétrodiffusés.....	31
II.3.5.7 Les rayons X.....	31
II.4. Propriétés mécaniques.....	32
II.4.1 Le module d'élasticité E (module d'Young) .....	32
II.5.Propriétés thermiques.....	33
II.5.1 Dilatation thermique.....	34
II.5.2 Claquage thermique.....	34
Conclusion .....	35

### **Chapitre III : Etude expérimentale**

III.1 Introduction .....	36
III.2 Présentation des polymères utilisés .....	36
III.3 Préparation des échantillons .....	37
III.4 Conditions d'essais.....	37

III.5 Description du dispositif expérimental.....	37
III.6 Appareils d'analyse .....	40
III.1. Résultats expérimentaux et discussion.....	42
III.1. Observation visuelle.....	42
III.7.2 Analyse topographique par le MEB.....	42
III.7.3 Spectres FTIR.....	44
III.7.4. Analyse par la spectroscopie d'impédance.....	47
III.7.4.1 Influence de la fréquence sur la permittivité relative du PMMA.....	50
III.7.4.2 Influence de la fréquence sur le facteur de dissipation du PMMA.....	51
III.7.4.3 Influence de la fréquence sur la résistivité du PMMA.....	52
III.7.4.4 Influence de fréquence sur la permittivité relative du PVC.....	53
III.7.4.5 Influence de fréquence sur le facteur de dissipation du PVC.....	54
III.7.4.6 Influence de la fréquence sur le facteur de dissipation du PVC.....	55
III.8 Conclusion .....	56
<b>Conclusion générale.....</b>	<b>57</b>

### Introduction générale

Avec l'avènement des mini, micro et nano technologies dans l'ère du « tout électrique », le domaine de génie électrique demeure l'un des principaux domaines scientifiques qui réclame actuellement de plus en plus d'investigation.

En effet la majorité des technologies, actuelles et futures, utilisées dans nos sociétés est dépendante de l'énergie électrique. On conçoit alors que la fiabilité des systèmes électriques, quelles que soient les contraintes auxquelles ils sont soumis, fait l'objet de nombreux travaux de recherche.

Les matériaux, au sens large, ont joué un rôle prépondérant dans les progrès faits par les matériels électriques et les matériaux isolants sont parmi ceux dont le choix et l'emploi posent les problèmes les plus délicats à résoudre dans la conception, la réalisation et l'exploitation des systèmes électriques. La modélisation du processus de vieillissement des isolants organiques solides ou polymères sous champ électrique constitue le principal intérêt de notre présent travail. Malgré les différents avantages qu'offre l'utilisation de ces matériaux dans l'isolation électrique, l'expérience montre que pour de nombreuses raisons ces isolants ont des défaillances qu'ils soient utilisés sous champs continus ou alternatifs.

C'est dans le but d'améliorer leur fiabilité qu'un nombre important de travaux ont été entrepris dans les laboratoires de recherches. Ces travaux ont pour but de comprendre les défaillances en prenant en compte les contraintes d'utilisation, mais aussi d'améliorer les paramètres de mise en œuvre.

La fonction d'isolation est primordiale du fait qu'elle est l'une des conditions fondamentales du fonctionnement des matériels de production, de transport et de distribution d'énergie électrique.

Le présent travail rentre dans le cadre des études des effets des décharges électriques de surface sur les polymères, dans notre cas le PVC et le PMMA.

Cette thèse s'articule autour de trois parties principales.

La première partie est consacrée à la présentation des polymères, leur classification et la procédure de leur synthétisation.

Dans la deuxième partie on va s'intéresser aux différentes caractérisations des polymères isolants à savoir, caractérisations : électrique, mécanique, physico-chimique et thermique.

La dernière partie est consacrée à l'étude expérimentale où on va étudier la dégradation des isolants soumis aux décharges couronnes. Les effets des décharges superficielles sur les propriétés physico-chimiques vont être analysés en utilisant les techniques d'observations et d'analyse (microscope électronique à balayage «MEB» et spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier «FTIR»).

Une conclusion générale fera la synthèse des principaux résultats obtenus dans le cadre de cette étude.

## I.1.Introduction

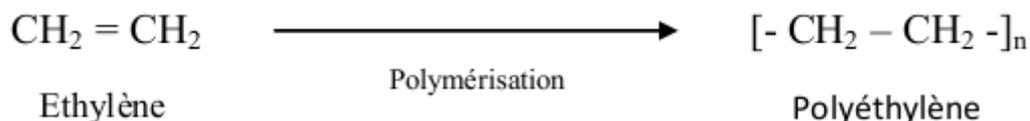
Le premier polymère entièrement synthétique, la Bakélite, a été synthétisé la première fois en 1909 par L.Baekeland. Il faut attendre 1922 pour que H.Staudinger découvre que les polymères étaient des macromolécules composées d'unités monomériques liées entre elles par des liaisons covalentes. Il existe des polymères naturels comme l'ambre, l'ADN et les protéines. Le développement industriel de la science macromoléculaire a été accéléré par la seconde guerre mondiale et a connu une très forte évolution depuis les années 60. Il existe actuellement plusieurs centaines de polymères différents et leur domaine d'application s'étend de la microélectronique à la médecine en passant par l'aéronautique et spatiale.

L'objectif de ce chapitre est de donner des généralités sur les polymères et également les définitions des différentes structures de ces derniers. Nous allons aussi classer les polymères selon leurs caractéristiques thermomécaniques.

## I.2. Définition du polymère

Le mot « polymère » vient du grec « poly » signifiant plusieurs et « meros » parties ou unités. En effet, un matériau macromoléculaire ou polymère est constitué de longues chaînes ou les unités de répétition sont toutes les mêmes (homopolymère) ou de nature différente (copolymère). La cohésion des atomes sur une même chaîne est assurée par des liaisons chimiques fortes, tandis que les liaisons inter chaînes sont plus faibles. La présence de liaisons faibles et fortes apporte aux matériaux polymères des propriétés physicochimiques particulières [1].

L'exemple suivant présente la formation de polyéthylène par polymérisation des monomères de l'éthylène.



### I.3. Classification des polymères

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

On peut classer les polymères en trois groupes :

#### I.3.1. Selon l'origine

- **Les polymères naturels** : on est entouré de polymères naturels, tels que la cellulose le caoutchouc et les résines;
- **Les polymères artificiels** : dérivés des polymères naturels : nitrate et acétate de cellulose, ébonite (caoutchouc fortement réticulé par le soufre) [2] .
- **Les polymères synthétiques** : produits dans des réactions de polymérisation en chaîne ou de polycondensation [2] .

#### I.3.2. Selon les propriétés

Une des propriétés mises en cause est l'influence d'une élévation de température. Une autre est le comportement élastique. Il en résulte qu'on distingue trois grandes familles : les thermoplastiques, les thermodurcissables et les élastomères [2].

- **Les thermoplastiques** : sont malléables et fusibles à températures élevée. Les plus courant sont le polyéthylène, le plexiglas, les textiles de type nylon. Chauffés, ces plastiques fondent, se vaporisent et brûlent [3]
- **Les thermodurcissables** : se solidifient à température élevée et gardent leur forme lorsque celle-ci décroît. Les plus utilisés sont le polyuréthane, les résines phénoliques. Exposé à la chaleur, ces plastiques, ne fondent pas ; ils se décomposent en dégageant des produits volatiles accompagnés de résidus carbonisés [3] .
- **Les élastomères** : ils comprennent, le caoutchouc naturel, le caoutchouc synthétique et le caoutchouc de silicones. Tous doivent subir dans leur préparation une vulcanisation qui a pour but de diminuer leur plasticité et d'augmenté leur élasticité. Les caoutchoucs synthétiques sont en général plus résistants au vieillissement et plus imperméables aux gaz et à la vapeur d'eau. Ils résistent mieux aux solvants et leur composition est plus constante [4].

### I.3.3. Selon l'importance économique

Pour les polymères comme pour tout produit industriel, il existe une corrélation entre le tonnage et le prix. Ceci permet de distinguer trois grandes catégories de polymères commerciaux :

- les polymères de grande diffusion, dont le volume des ventes et de production est élevé et dont le prix est faible. Exemples : Polyéthylène (PE), polypropylène (PP), polystyrène (PS), polychlorure de vinyle (PVC).
- les polymères à hautes performances, dont le volume des ventes est le plus faible et les prix les plus élevés. - les polymères techniques, dont le volume et le prix sont intermédiaires entre les deux catégories précédentes. Exemples : polyamides (PA), polyéthylène téréphtalate (PET). [2]

### I.4. Domaine d'utilisation des polymères

Les polymères ont envahi tous les domaines de notre vie quotidienne. Ils sont la base de plusieurs matériaux et sont utilisés dans différents domaines, tels que : vêtements, fibres textiles naturelles et synthétiques, mousses isolantes, colles, vernis, seaux, vaisselle, cannes à pêche, coques de bateaux ; moyen de transports et en particulier l'automobile (carrosserie, habillage intérieur, réservoirs d'essence,...) ; emballage alimentaire (bouteilles, pots de yaourt, ...) ou industriel (flacons de détergents, sachets et sacs, ...), industrie électrique et électronique (boîtiers, gainage de câbles, façades de téléviseurs) , industrie chimique (tuyauteries, cuves, revêtements) ; bâtiment-travaux publics (peintures, isolation, revêtement de sol, tuyauteries) ; agriculture (arrosage, serres, bâches); hygiène (verres de lunettes, lentilles de contact, prothèses, matériel hospitalier).[2]

### I.5. Architecture des polymères

Les polymères peuvent être soit à molécules linéaires, à molécules ramifiées ou aussi à molécules réticulées. [5]

#### I.5.1. Polymères à molécules linéaires

Ils sont formés de molécules dites linéaires dont le squelette principal de la chaîne est constitué par des atomes de carbone ou par d'autre groupe d'atomes (Groupement phényle).

Les molécules linéaires peuvent être flexibles et souples ; et ne forment pas de réseaux tridimensionnels stables ; elles sont souvent enchevêtrées et forment des nœuds physique de réticulation qui peuvent disparaître soit par élévation de la température soit sous contrainte mécanique. [Figure I.1].

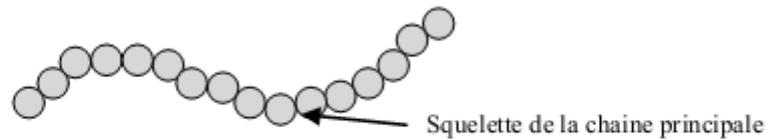


Figure I.1 : Polymère à molécules linéaires

### I.5.2. Polymères à molécules ramifiées :

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

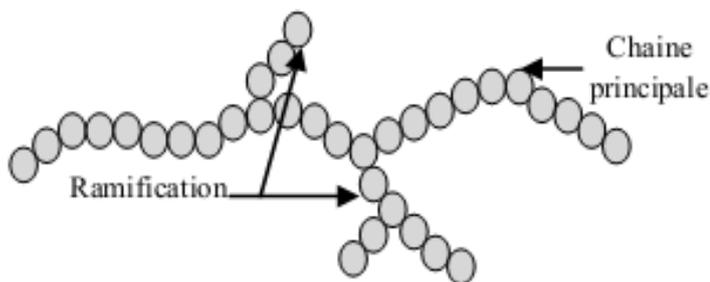
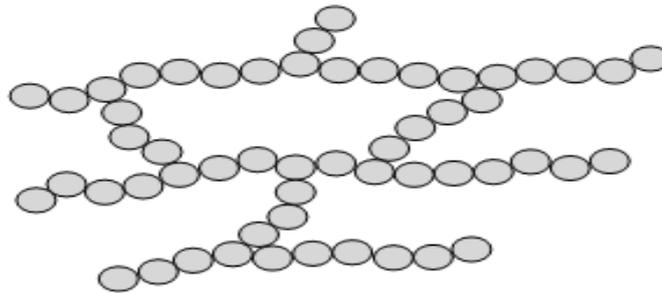


Figure I.2 : Polymère à molécules ramifiées

### I.5.3. Polymères à molécules réticulés

On peut construire un réseau tridimensionnel de macromolécules en les reliant chimiquement entre elles. Le point de jonction entre deux chaînes est appelé le nœud de réticulation (nœud chimique) ; ces polymères sont dit réticulés, ce sont en générale les élastomères et les thermodurcissables. [Figure I.3].



**Figure I.3 :** Polymère à molécules réticulées

### I.6. Synthèses des polymères

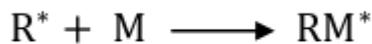
La réaction chimique, ou le procédé, permettant la synthèse de polymères à partir de molécules réactives qui peuvent être des monomères est dite polymérisation. On distingue deux types de réactions chimiques qui permettent la polymérisation de polymères :

- la polymérisation en chaîne (ou polymérisation radicalaire).
- la polymérisation par étapes (ou polycondensation).

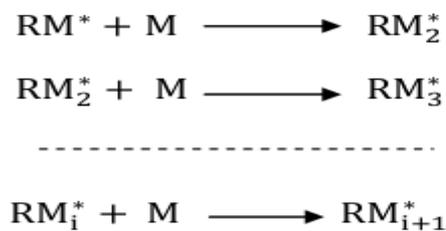
#### I.6.1. Polymérisation en chaîne

La polymérisation radicalaire suit un mécanisme de réaction en chaîne. L'espèce active est un radical libre, elle s'applique à un grand nombre de monomères. Cette polymérisation comporte trois étapes essentielles : l'amorçage, la propagation et la terminaison de chaînes. [6]

- **Amorçage (ou initiation) :** Décomposition de l'amorceur : la décomposition d'une molécule conduit à des radicaux  $R^*$ . Cette réaction est lente et se produit tout au long de la polymérisation. Les amorceurs comportent une liaison faible susceptible de se rompre sous l'action de la chaleur d'un rayonnement par dissociation homolytique. Il existe deux grandes familles d'amorceurs : les peroxydes (comportant une liaison  $-O-O-$ ) et les azotiques (comportant une liaison  $-N=N-$ ). Ces molécules sont souvent symétriques et produisent alors deux radicaux identiques par dissociation; Addition du radical ( $R^*$ ) sur le monomère  $M$  : cette réaction conduit à la formation du centre actif  $RM^*$



- **Propagation :** La propagation est la séquence des réactions d'addition du monomère  $M$  sur un centre actif  $RM^*$ , conduisant ainsi à la croissance de la chaîne macromoléculaire.



- **Terminaison :** Les réactions de terminaisons sont celles qui conduisent à la destruction des centres actifs et à la fin des réactions de la croissance des chaînes



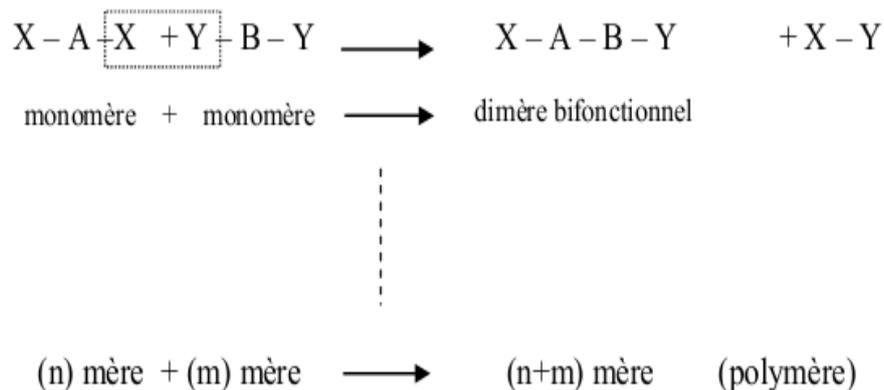
### I.6.2. Polymérisation par étapes

La polymérisation par étapes pour laquelle la formation de macromolécule résulte de réactions par étapes, entre les fonctions chimiques réactives portée par les molécules monomères ou polymères. Chaque molécule peut croître par réaction avec n'importe quelle autre molécule (monomère, dimère, ...).

La formation de macromolécules résulte de réactions successives entre deux fonctions chimiques (X, Y...) portées par des molécules comportant au moins deux fonctions chimiques. Les réactions se produisent par simple chauffage ou en présence de catalyseur ; elles s'arrêtent lorsque l'on refroidit le milieu actif où lorsque l'un des réactifs initiaux est consommé par la réaction chimique. [5]

Les réactions qui éliminent à chaque étape des petites molécules comme H<sub>2</sub>O un alcool ou HCl..., sont appelées réactions de polycondensation.

Les réactions où les monomères réagissent sans élimination de molécules, sont appelées réactions de polyaddition.



## I.7. Quelques exemples d'isolants synthétiques (matières plastiques)

Cette catégorie d'isolants occupe une place intéressante dans l'isolation du matériel électrique et dans notre vie quotidienne.

### I.7.1 Polyéthylène (PE)

Le polyéthylène est un polymère thermoplastique formé chimiquement par la polymérisation de l'éthylène  $C_2H_4$ . La molécule de polyéthylène se présente sous forme d'une chaîne d'atomes de carbone comme schématisé sur la figure I.4. Les valences libres des atomes de carbone sont occupées par des atomes d'hydrogène. Cette chaîne contient de 1000 à 20000 monomères [9]. La densité du polyéthylène à l'état amorphe est de  $0.855 \text{ g/cm}^3$  et à l'état cristallin est égale à  $1 \text{ g/cm}^3$ . Sa température de transition vitreuse est de  $8^\circ\text{C}$ .

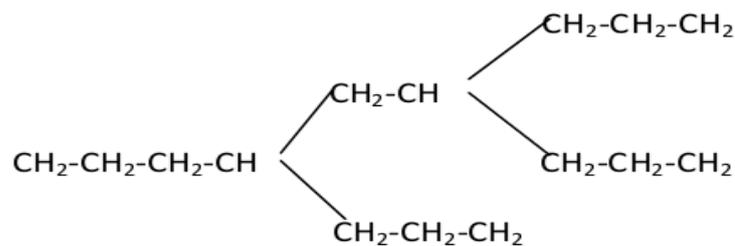


Figure I.4 : Molécule de polyéthylène ramifiée.

Cette matière plastique représente à elle seule, environ le tiers de la production totale des matières synthétiques et constitue la moitié des emballages plastiques. Le polyéthylène est translucide, inerte, facile à manier et résistant au froid. Le polyéthylène présente en général, une bonne rigidité diélectrique, il est assez inerte chimiquement, Leger et se prête facilement au moulage.

#### I.7.1.1. Différents types de polyéthylène

Il existe différents polyéthylènes classés en fonction de leur densité. Celle-ci dépend du nombre et de la longueur des ramifications présentes dans le matériau. On distingue deux familles principales : le Polyéthylène Basse Densité (PEBD) et le Polyéthylène Haute Densité (PEHD).

- **Le PEBD :** Il est obtenu par polymérisation radicalaire à température et pression élevées ( $150$  à  $300^\circ\text{C}$  sous une pression allant de  $1200$  à  $2500$  bars). Ce mode

d'élaboration lui confère une structure irrégulière et ramifiée. Il est souple, même à très basse température (- 50 °C) et il est doux au toucher. Il est utilisé dans des domaines très divers. Sa densité est inférieure à celle de l'eau. Il présente une bonne résistance chimique. Il est transparent et il peut être facilement transformé, de plus il se prête très bien au soudage. Sa durée de vie est très longue à cause de sa grande stabilité mais il se recycle bien.

- **Le PEHD** : De même formule théorique que le PEBD, il est obtenu par polymérisation radicalaire à température modérée sous faible pression (50 à 100 °C sous une pression allant de 20 à 50 bars). Sa structure est plus du PEBD, il est plus rigide et plus résistant à la chaleur (jusqu'à 120 °C).régulière que celle

### I.7.1.2 Utilisation

Le polyéthylène est utilisé comme isolant dans les câbles à haute fréquence (coaxiaux) et les câbles à haute tension jusqu'à 200 kV. Le PEHD est également utilisé pour la fabrication d'objets plastiques rigides. [7]

### I.7.2. Le polypropylène (PP)

La molécule de polypropylène représentée sur la figure I.5 à la forme de celle de l'éthylène dans laquelle un atome d'hydrogène est remplacé par un groupement méthyle CH<sub>3</sub>. Le PP qui est produit par polymérisation en chaîne [7] a été découvert en 1957. Ce produit connaît toujours une très forte croissance et il présente de nombreux points forts comme :

- une rigidité élevée
- une bonne résistance à la fissuration
- une bonne transparence
- un brillant de surface



Figure I.5: Polymérisation du propylène

Le PP est aussi un polymère semi-cristallin, il est très polyvalent et sert à la fois comme thermoplastique et comme fibre. Il est très facile à colorier et n'absorbe pas d'eau. [7]

Le PP film est l'un des plastiques usuels les plus difficiles à recycler, surtout s'il est imprimé. Le contrôle de la polymérisation par catalyse permet de jouer sur la structure afin de produire du polypropylène élastomère.

Le PP est un solide qui fond à des températures de 160 à 170<sup>0</sup>c. Ses propriétés essentielles sont sa bonne résistance à la chaleur et à la plupart des agents chimiques. Il est totalement insoluble à froid mais à une température de l'ordre de 80<sup>0</sup>c, il commence à se dissoudre dans les hydrocarbures aromatiques et chlorés [8].

### **I.7.2.1 Caractéristiques physiques**

Il a une structure extrêmement régulière et un caractère semi-cristallin. Il est brillant, présente une très grande résistance à la pliure, mais une résistance moyenne au choc.

### **I.7.2.2 Utilisation du polypropylène**

En raison de ses bonnes propriétés électriques et mécaniques, le polypropylène est largement utilisé en particulier dans les domaines suivants : isolateur d'antennes, manchons de raccordement pour les câbles, boîtiers divers, ailettes de refroidissement dans les moteurs. Le polypropylène est utile en combinaison avec le papier dans les condensateurs de puissance servant comme compensateurs d'énergie réactive [9].

### **I.7.3. Polystyrène (PS)**

Le polystyrène (PS) a été découvert en 1930. Le polystyrène est un plastique dur, cassant et transparent. C'est un produit industriel courant largement diffusé, offrant de très nombreux usages. On le reconnaît facilement à un blanchissement sur les zones de contraintes avant la rupture ou à sa fumée noire et à son odeur caractéristique lors de sa combustion.

Le polystyrène est un composé aromatique. Sa molécule se présente comme une molécule d'éthylène dans laquelle un atome hydrogène est remplacée par un anneau benzénique (figure I.6). La polymérisation en masse du styrène liquide à température ambiante, donne le polystyrène possédant les meilleures propriétés électriques [9].

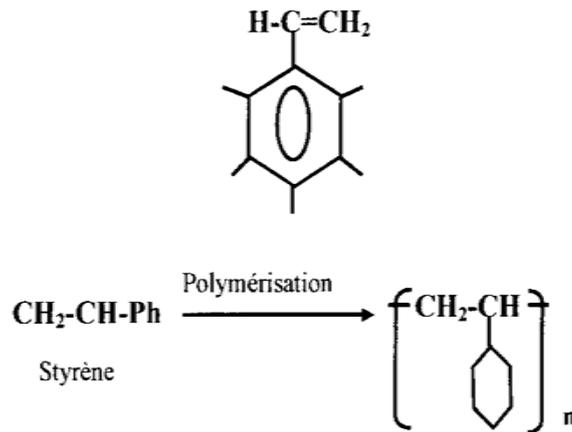


Figure I.6: Polymérisation du styrène

Le polystyrène se présente sous deux formes selon le positionnement des groupes phényles :

-la forme syndiotactique, illustrée sur la figure I.6.a, dans laquelle les groupes phényles se situent alternativement d'un côté et de l'autre de la chaîne.

-la forme atactique donnée sur la figure I.6.b, dans laquelle les groupes phényles sont attachés de façon aléatoire d'un côté ou de l'autre de la chaîne. Le polystyrène syndiotactique, de structure régulière, est cristallin, par contre le polystyrène atactique, irrégulier est amorphe. [7]

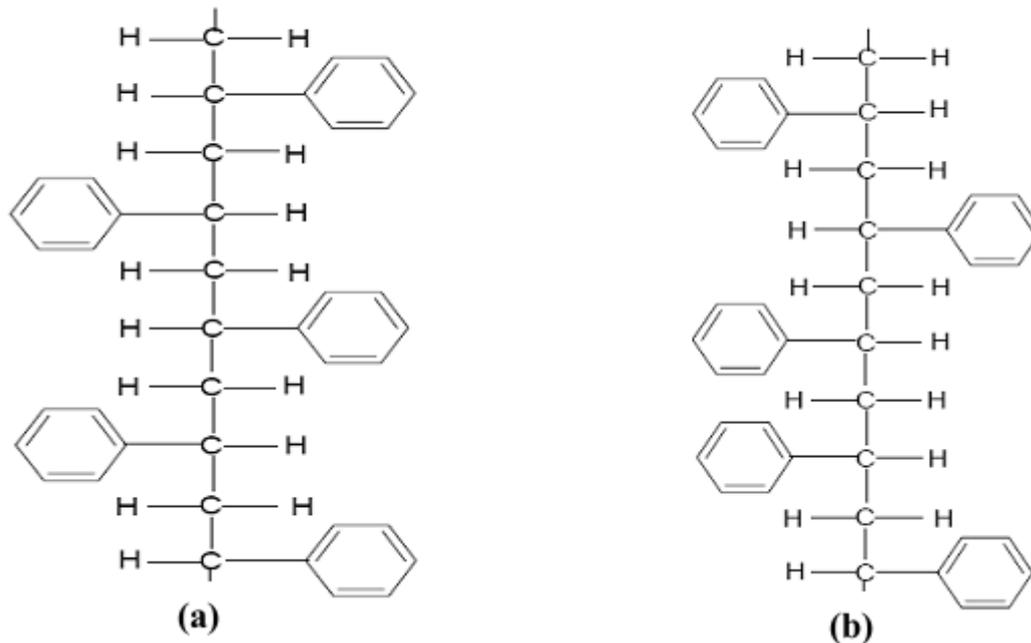


Figure I.6: Représentation des deux formes de polystyrène

(a) : Le polystyrène syndiotactique

(b) : Le polystyrène atactique

On distingue trois types de polystyrènes :

- **Le polystyrène cristal ou dense** : Celui-ci regroupe par exemple les ustensiles ou les barquettes en plastique. Le polystyrène "cristal" n'a pas une structure cristalline mais porte ce nom en raison de son aspect transparent [8]. Il polymérise sous forme de perles à haute température en présence d'un adjuvant plastifiant. C'est un plastique dur et cassant. Utilisé pour de nombreux types de boîtes.
- **Le polystyrène choc ou haut impact** : Celui-ci est utilisé le plus souvent dans le domaine de l'industrie. Il s'agit d'ajouter, lors de la fabrication du polystyrène, un agent spécial permettant d'augmenter sa résistance aux chocs. Le polystyrène "choc" ou HIPS (High-impact polystyrène) ou acrylonitrile butadiène styrène (ABS) est un copolymère formé par du styrène et du polybutadiène. C'est le plus commun de la famille des plastiques styréniques car il est résistant et capable de supporter des impacts plus forts que le polystyrène normal. Cet ABS est employé par l'industrie pour des produits rigides, légers et moulés (bacs à douche). Le polybutadiène a été un des

premiers élastomères synthétiques à être inventé car il est très similaire au caoutchouc naturel.

- **Le polystyrène expansé ou PSE** : Celui-ci peut être également appelé le styromousse. Il s'agit de polystyrène dans lequel a été ajouté un agent pour l'expansion lors de sa fabrication. Cela en fait une matière légère constituée de plus de 80% d'air. Ce polystyrène est solide à la température de 20<sup>0</sup>c, pâteux à 120<sup>0</sup>c et fondant à 160<sup>0</sup>c. C'est une sorte de mousse blanche compacte inflammable et combustible. Il existe deux types de PSE le polystyrène expansé moulé (PSE-M) obtenu à partir d'un polystyrène «expansible" et le polystyrène expansé extrudé (PSE-E). Une première expansion est opérée à la vapeur d'eau puis une période de repos permet aux perles de PS pré-expansées de perdre leur excédent d'eau. Enfin, on procède à l'expansion et on les moule à la vapeur dans la forme voulue. Le polystyrène expansé extrudé est utilisé sous forme de feuilles minces dans les condensateurs, où sa haute résistivité et ses faibles pertes diélectriques sont mieux exploitées.

#### I.7.4. Polychlorure de vinyle (PVC)

Le PVC est un polymère thermoplastique élaboré à partir du chlorure de vinyle dont la forme chimique est donnée sur la figure I.7. Le PVC est essentiellement amorphe et sa teneur en chlore est de 56.7%. Il est obtenu à partir du chlorure de vinyle monomère par polymérisation en dispersion, en masse ou en émulsion [8].

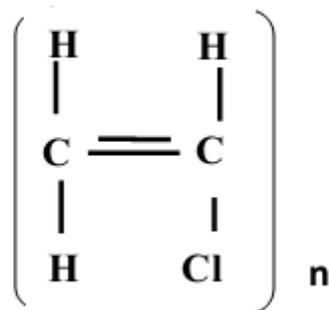


Figure I.7: Chlorure de vinyle.

Le polychlorure de vinyle (PVC) seul est un plastique très instable et il se brise facilement.

Depuis 1930, des additifs tels des plastifiants, des lubrifiants et des stabilisateurs thermiques y sont ajoutés afin de donner certaines caractéristiques aux plastiques comme la flexibilité, la résistance à la chaleur et la durabilité. [9]

On distingue deux types de PVC : Le PVC rigide, sans plastifiant et le PVC plastifié :

- **Le PVC rigide (sans plastifiant) :** Il est très solide à température ordinaire, mais se fragilise à froid et perd de sa rigidité au dessus de 70°C. Grâce à sa forte teneur en chlore, il brûle difficilement et a une tenue chimique remarquable. Il se met en œuvre par extrusion ou calandrage et aussi par injection avec des formulations spécifiques.
- **Le PVC plastifié :** Il est plus ou moins souple selon la proportion de plastifiant. Il est souvent transparent et se met en œuvre facilement par tous les procédés de transformation et se soude aisément.

#### I.7.4.1. Fabrication du PVC

Le PVC est fabriqué à la fois à partir d'éthylène issu du pétrole et de chlore récupéré de l'électrolyse du sel (Na Cl). Un sous produit est créé lors de la réaction entre le chlore et l'éthylène : l'acide chlorhydrique. Cette réaction donne naissance au monomère de chlorure de vinyle. La polymérisation s'effectue systématiquement en autoclave. On obtient du PVC de deux façons principales :

- **La polymérisation en suspension :** (la plus utilisée) consiste à mélanger le PVC avec de l'eau en présence d'additifs et d'un initiateur. La poudre de PVC issue de cette centrifugation est séchée et tamisée.
- **La polymérisation en émulsion :** c'est un principe assez similaire mais permet l'obtention d'une poudre plus fine.

#### I.7.4.2 Propriétés du PVC

Le PVC est très polyvalent. A l'état brut, le PVC est sensible à l'action du rayonnement ultra violet (Vieillessement accéléré). Les fabricants ajoutent au mélange des photostabilisants très efficaces. Le PVC a une excellente rigidité diélectrique, une bonne résistance aux acides et bases et une bonne résistance aux hydrocarbures aliphatiques. Il présente toutefois une mauvaise résistance aux hydrocarbures aromatiques et chlorés ainsi qu'aux cétones et esters.

### I.7.4.3 Utilisation du PVC :

Il est utilisé comme gainage et isolant de câbles d'énergie électrique jusqu'à 10KV environ et des câbles de télécommunications basse fréquence [9].

### I.7.5 Le poly- méthacrylate de méthyle(PMMA)

Le poly -méthacrylate de méthyle (souvent abrégé en PMMA), plus connu sous son premier nom commercial de «Plexiglas », est un thermoplastique amorphe transparent, dont le monomère est le méthacrylate de méthyle (MAM). Il se polymérise à l'aide de radicaux libres qui amorcent une polymérisation radicalaire en chaîne. A cohésion est assurée par des enchevêtrements de chaînes ainsi que des liaisons faibles de type Van der Waals [11]. (Voire la figure I.8).

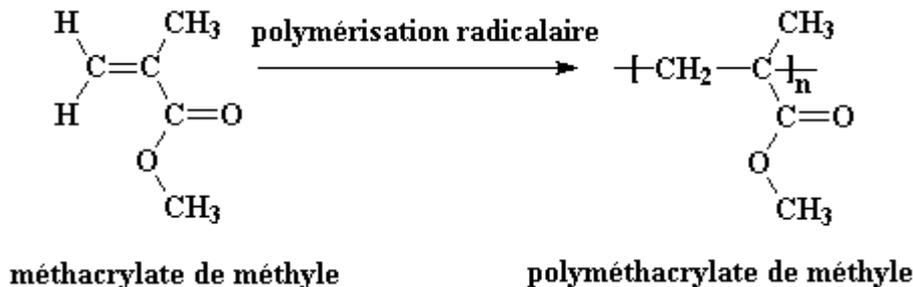


Figure I.8 : le poly-méthacrylate de méthyle (PMMA)

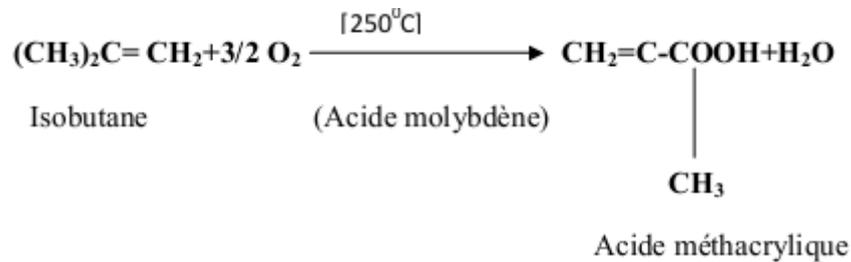
La polymérisation se fait en trois procédés classiques [12] :

- **Polymérisation en masse** : elle permet d'obtenir des plaques d'épaisseur forte avec un état de surface parfait, isotrope et de qualités optiques excellentes.
- **Polymérisation en solution** : on place simplement le monomère dans une enceinte sous pression avec des températures élevées et en présence de catalyseurs. Le polymère ainsi présente une pureté élevée.
- **La polymérisation en émulsion** : ce procédé est caractérisé par le fait que les substances en présence pour la réaction forment deux phases non visibles. Le polymère se forme soit dans l'une des phases soit à la surface de séparation des phases.

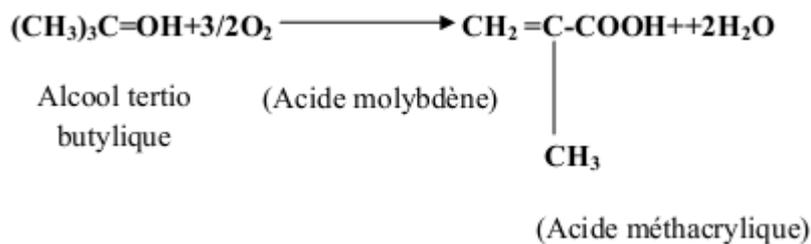
### I.7.5.1 Procédés de fabrications concurrentes

La fabrication du PMMA se fait en trois étapes essentielles.

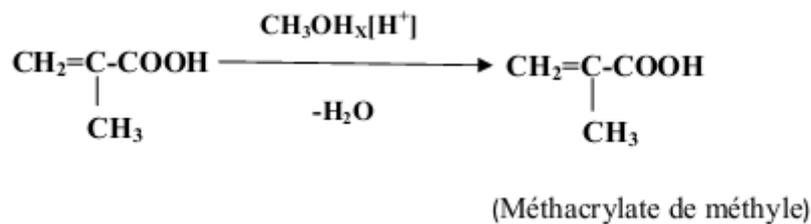
1)



2)



3)



### 1.7.5.1 Caractéristiques du PMMA

Le PMMA est une matière plastique légère et transparente, il offre d'excellentes caractéristiques de résistance mécanique. Il ne jaunit pas et ne se fragilise pas. Le PMMA dans son état amorphe a une densité de  $1.9 \text{ g/cm}^3$ , Sa température de transition vitreuse  $T_g$  est voisine de  $120^\circ\text{C}$  [10].

### I.8. Différents types de polymères

Il existe deux types de polymères :

#### a) Les homopolymères

Les homopolymères sont des polymères qui possèdent qu'une seule unité

(Monomères) [15-13]. Si seulement un type de monomère est utilisé, le polymère résultant est appelé un homopolymère [16]. Il existe, au sein des homopolymères, différentes familles.

Soit R le monomère, on peut présenter l'homopolymère comme suit :

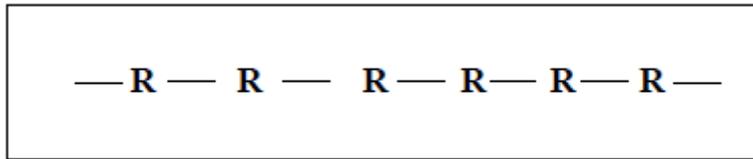


Figure .I.9: structure d'un polymère linéaire

### b) Les copolymères

Les copolymères sont des polymères qui possèdent plusieurs unités. Comme pour les homopolymères, les copolymères peuvent se classer dans différentes familles. Selon la manière dont les motifs unitaires A et B s'enchaînent, on distingue les copolymères aléatoires, à blocs et alternés [15, 13,17]. Si deux types de monomères A et B sont utilisés, nous pouvons classer les copolymères comme suit :

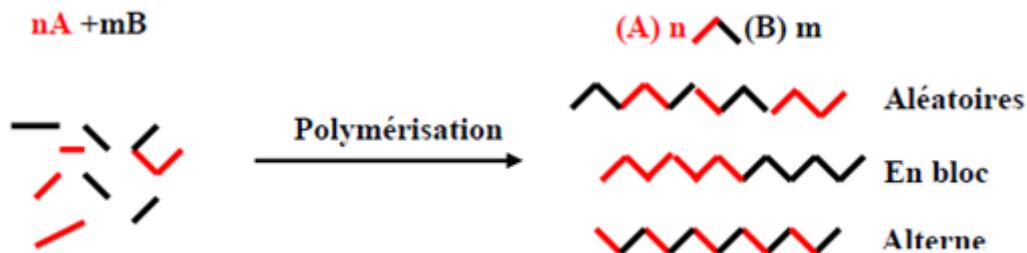


Figure I.10: schéma illustrant les différents types de copolymères possible d'obtenir à partir d'un mélange de monomères A et B

- ◆ Les copolymères statistiques sont des copolymères dans lesquels la distribution séquentielle des unités de la répétition obéit à des lois statistiques connues. Les copolymères aléatoires sont des copolymères statistiques dans lesquels la distribution est vraiment aléatoire [16].
- ◆ Les copolymères alternants sont arrangés dans un chemin strictement alternant le long de la chaîne du polymère. Les copolymères du bloc sont des copolymères linéaires dans lesquels les unités de la répétition existent seulement dans des longues séquences, ou blocs, du même type [16].
- ◆ Les copolymères de la greffe sont des types de polymères dans lesquels les branches ont une structure chimique différente de celle de la chaîne principale [16].

Parmi ces différents types de polymères, on peut trouver des polymères polaires et d'autres non polaires.

- **Les polymères polaires :** Les polymères polaires sont généralement des matériaux isolants possèdent dans leurs molécules en plus du carbone et de l'hydrogène, des atomes généralement électronégatifs tels que : le fluor, le chlore, l'oxygène, l'azote, qui fournissent des dipôles. Ces matériaux possèdent au contraire des polymères apolaires, une permittivité relative et un indice des pertes diélectriques élevées. Parmi ces polymères on peut citer [18] :
  - le poly (chlorure de vinyle) PVC
  - le poly (fluorure de vinylidène) PVDF
  - le poly (méthacrylate de méthyle) PMMA
  - les polycondensats tels que : les polyamides, les poly stères.
- **Les polymères apolaires :** Contrairement aux polymères polaires, ces polymères présentent un indice de pertes diélectriques faibles et une permittivité relative quasi-constante dans un large domaine de température et de fréquence. Leur formule chimique ne contient que du carbone et de l'hydrogène et s'ils contiennent des atomes électronégatifs tels que le fluor, ces atomes sont placés symétriquement le long de la chaîne carbonée. Parmi ces polymères on peut citer [18] :
  - le polyéthylène PE
  - le polypropylène PP
  - le poly (tétra fluor éthylène) PTFE

### I-9. Cristallinité des polymères

La cristallinité qualifie le caractère ordonné à longue distance de molécules ou d'atomes. La présence inévitable des irrégularités, telles que la ramification, empêche le polymère de se cristalliser complètement. Il est alors dit semi-cristallin. L'a polymère semi-cristallin comprend deux phases, une cristalline, très ordonnée, et une amorphe sans aucun arrangement.

Les impuretés chimiques altèrent aussi la structure physique du polymère en distordant la maille cristallographique. Ces distorsions de structure physique entraînent un désordre dans la matrice polymère solide appelée désordre physique ou conformationnel [19].

Le taux de cristallinité des polymères dépend de la régularité structurale, de la structure du monomère, de la présence éventuelle d'agents nucléons et des conditions de mise en œuvre [19]. Le taux de cristallinité est un facteur important de vieillissement pour plusieurs raisons :

- Les zones cristallines peuvent être considérées comme imperméables aux réactifs et aux attaques chimiques (y compris l'oxydation) contrairement aux zones amorphes ;
- les adjuvants, les impuretés et les irrégularités sont exclues des zones cristallines et se concentrent dans les zones amorphes. Les zones amorphes sont sensibilisées par les impuretés et les irrégularités structurales. Mais, en revanche, elles bénéficient de la totalité des stabilisants.
- replis des chaînes: la structure peut être schématisée par la figure I.11. Dans les replis de chaînes, les liaisons sont tendues, les angles de valence sont déformés, le polymère est totalement plus réactif vis-à-vis des agents chimiques. L'interface cristallin-amorphe constitue une zone particulièrement sensible au vieillissement.

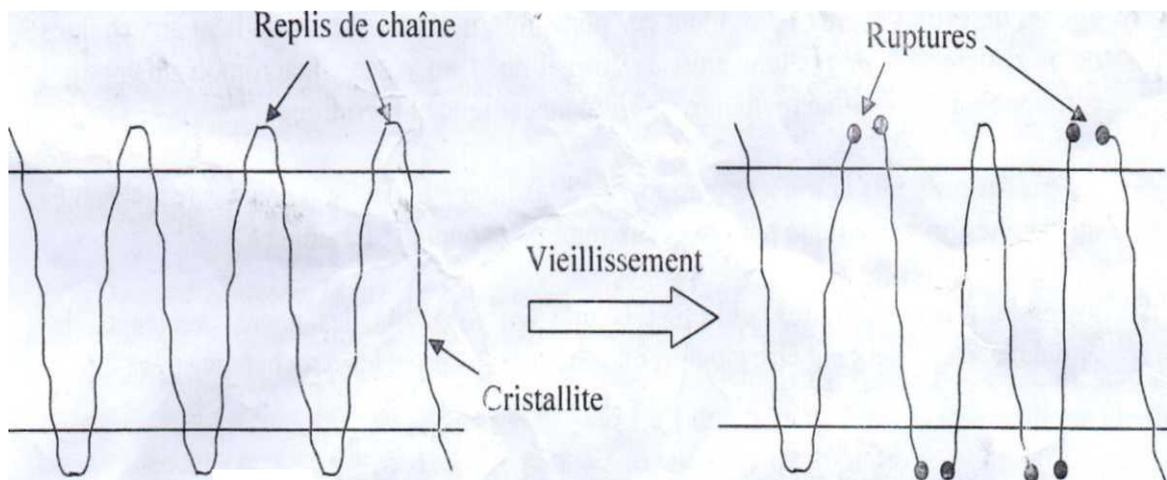


Figure I.11 : Replis de chaînes dans les polymères

- Processus de rupture : la déformation d'un polymère semi-cristallin pourrait être schématisée par la figure I.12. Une traction entraîne la rupture des molécules liens. Plus le polymère est amorphe, plus il contient de molécules liens et par conséquent plus son aptitude à la déformation est élevée.

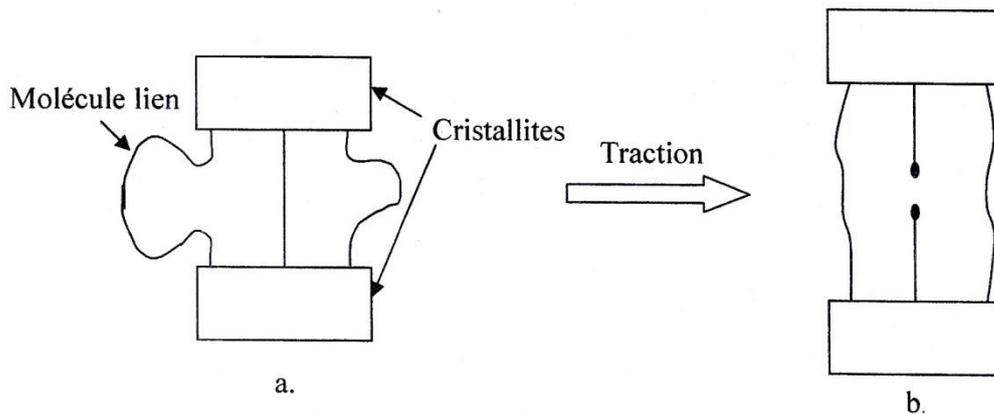


Figure I.12 : Déformation d'un polymère cristallin

## I.10 Les décharges électriques

Les polymères sont souvent soumis à différents types de décharges électriques à savoir : les décharges partielles ; les décharges internes ; les décharges de couronnes. Dans notre travail on va s'intéresser aux décharges couronnes.

### I.10.1 Décharge couronne

On appelle décharge couronne toutes les décharges pré-disruptives apparaissant sous la forme de lueurs diverses qui prennent naissance au voisinage d'une électrode à faible rayon de courbure ou dans un champ non uniforme [20]. La décharge couronne se traduit par l'apparition de l'avalanche électronique qui se développe dans un intervalle gazeux séparant deux électrodes asymétriques soumises à un champ électrique hétérogène à des pressions de quelques torrs à quelques atmosphères. La décharge couronne se manifeste dans les conditions naturelles. Elle apparaît lorsque la valeur maximale du champ électrique atteint celle du champ d'ionisation du gaz «air» et se manifeste sur toute la gamme de fréquences de la tension. La décharge couronne se caractérise par des phénomènes de nature optique, acoustique et électrique [21]. L'étude de ce phénomène est basée expérimentalement sur la configuration plan-plan sous tension continue. Cependant la bonne compréhension des phénomènes agissant dans cette configuration permet la maîtrise des phénomènes apparaissant dans les autres géométries d'électrodes (pointe-plan). L'avantage de la décharge couronne est de pouvoir fonctionner avec tous les types d'alimentation électrique, par contre la difficulté principale rencontrée avec ce type de décharge est la transition à l'arc [22].

**Conclusion**

Nous avons donné dans ce chapitre quelques généralités sur les polymères isolants utilisés dans le génie électrique pour les besoins des dispositifs électriques. Les polymères isolants sont très demandés dans le domaine industriel eu égard à leurs excellentes propriétés électriques, thermiques et mécaniques. La fiabilité des polymères isolants reste toujours un des soucis majeurs de l'électrotechnicien, surtout que ces matériaux sont constamment soumis à des contraintes électriques sévères.

## II.1.Introduction

Le développement des polymères de synthèse a permis l'élaborer des matériaux possédant des propriétés spécifiques. Dans ce chapitre on présente quelques caractéristiques, telles que les caractéristiques électrique, mécanique, physique, thermique et physico-chimique des matériaux.

## II.2.Les propriétés électriques des polymères

### II.2.1 Résistivité superficielle

La résistivité superficielle  $\rho_s$  [ $\Omega$ ] est le rapport entre l'intensité du champ électrique continu et la densité linéaire du courant qui parcourt la couche superficielle d'un matériau isolant. La résistivité superficielle est numériquement égale à la résistance de surface entre deux électrodes qui forment les côtés opposés d'un carré de certaines dimensions.

La résistivité superficielle est calculée par la relation:

$$\rho_s = R_s * \frac{P}{g}$$

Où :  $P = \pi (D_0 + g)$  est le périmètre moyen entre l'électrode et la contre-électrode.

$R_s$ [ $\Omega$ ] : La résistance de surface est le rapport entre la tension continue appliquée entre deux électrodes appliquées sur la surface d'un échantillon et le courant entre les deux électrodes.

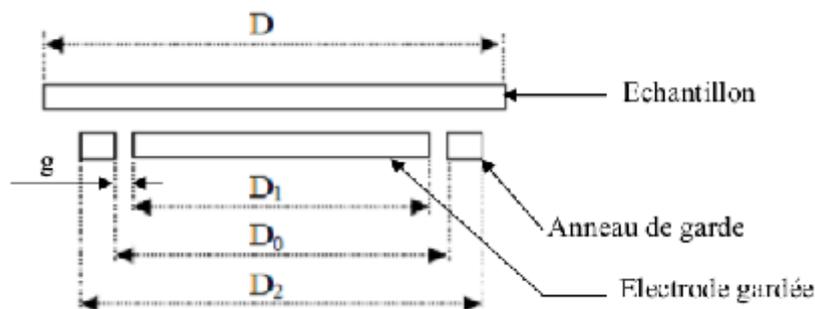


Fig. II.1 : Dimensions des électrodes

Pour que les polymères puissent être utilisés comme isolants ils doivent avoir une résistivité élevée, supérieure à  $10^9 \Omega \cdot \text{cm}$  [23].

### II.2.2 Rigidité diélectrique

La rigidité diélectrique d'un milieu isolant représente la valeur maximum du champ électrique que le milieu peut supporter avant le déclenchement d'un arc électrique (donc d'un court-circuit). On utilise aussi l'expression champ disruptif. Pour un condensateur, quand cette

valeur est dépassée, l'élément est détruit. La valeur maximale de la tension électrique appliquée aux bornes, est appelée tension de claquage du condensateur.

Si le champ électrique dépasse la rigidité diélectrique du matériau, on parle de claquage, et le matériau peut voir ses propriétés physiques modifiées, parfois de façon réversible, et parfois de façon irréversible.

La rigidité intrinsèque du polymère peut atteindre plusieurs centaines de kV/mm, mais leur rigidité pratique est souvent limitée, elle varie pour les polymères les plus utilisés de 10 à 24kV/mm.

Divers paramètres ont une influence sur la rigidité diélectrique tels que la forme de la tension appliquée, la température et l'épaisseur du solide isolant, ainsi que les caractéristiques électriques et thermique du milieu ambiant :

- Des décharges superficielles qui peuvent se produire dans l'air.
- La permittivité et la résistivité du milieu ambiant modifiant la répartition du champ électrique.

### II.2.3 Permittivité et facteur de dissipation diélectrique

Un diélectrique est caractérisé par sa permittivité relative ou constante diélectrique  $\epsilon_r$ . Dans le cas d'un diélectrique parfait,  $\epsilon_r$  est le quotient de la capacité  $C_x$  entre deux électrodes, supposées noyées dans ce diélectrique, par la capacité  $C_v$  de la même configuration d'électrodes dans le vide:

$$\epsilon_r = C_x / C_v$$

La permittivité absolue  $\epsilon$  est le produit de la permittivité relative  $\epsilon_r$  par la permittivité du vide  $\epsilon_o$  :

$$\epsilon = \epsilon_r \cdot \epsilon_o \quad (\epsilon_o = 8,85 \cdot 10^{-12} \text{ F/m})$$

La permittivité absolue définit la possibilité qu'un courant traverse un diélectrique, sous l'action du champ électrique. Ceci résulte de diverses contributions de déplacements des charges : déplacement des électrons, déplacements des atomes et des ions, orientation des dipôles électriques et déplacement des charges d'espace.

Les pertes diélectriques sont représentées par le facteur de dissipation  $tg\delta$ .

$$tg \frac{\epsilon_r}{\epsilon_o}$$

Avec :  $\delta$  angle de pertes, c'est l'angle complémentaire du déphasage entre la tension appliquée au diélectrique et le courant qui en résulte.

### II.3 Caractérisation physico-chimique

Les caractéristiques fondamentales des solides isolants sont déterminées par leurs structures intrinsèques, mais les phénomènes superficiels sont intimement liés aux conditions de l'interface. Les processus physico-chimiques responsables de la dégradation de ces isolants sous contraintes électriques ne sont pas encore bien connus. Peu de travaux ont permis d'expliquer les mécanismes fondamentaux et les phénomènes de dégradation de l'isolant soumis aux décharges surfaciques. Une étude à l'échelle moléculaire est nécessaire afin de caractériser les surfaces de ces matériaux, de les contrôler et d'améliorer leurs performances.

#### II.3.1 La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier « FTIR »

La spectroscopie infrarouge dans le domaine de longueur d'onde de l'infrarouge moyen (entre 2.5 et 25  $\mu\text{m}$ ) sonde les vibrations intramoléculaires au sein de molécules sous forme solide, liquide ou gazeuse. Les modes de vibration actifs en infrarouge impliquent des variations de moments dipolaires dynamiques au sein du système étudié dans la gamme d'énergie transmise de nombre d'onde (4000 à 400  $\text{cm}^{-1}$ ). (figure II.2). [24]

#### II.3.2 Principe

La spectrométrie IRTF est basée sur l'obtention dans le domaine temporelle d'un interférogramme à l'aide d'un interféromètre de Michelson. Et on obtient le spectre désiré par transformée de Fourier de cet interférogramme. L'interférogramme est la somme de toutes les fréquences du faisceau.

Sous l'effet du 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 et non destructrice, qualitative et peut être quantitative. Les spectromètres mesurent les nombres d'ondes ( $\text{Cm}^{-1}$ )

et diminution de l'énergie de la radiation que l'échantillon absorbe. Ils nous donnent les caractérisations de tout type d'échantillon, quelque soit leur état physique en surface.

### II.3.3 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 signa-Matrice de détecteur : pour pouvoir constituer des images thermiques en deux dimensions.

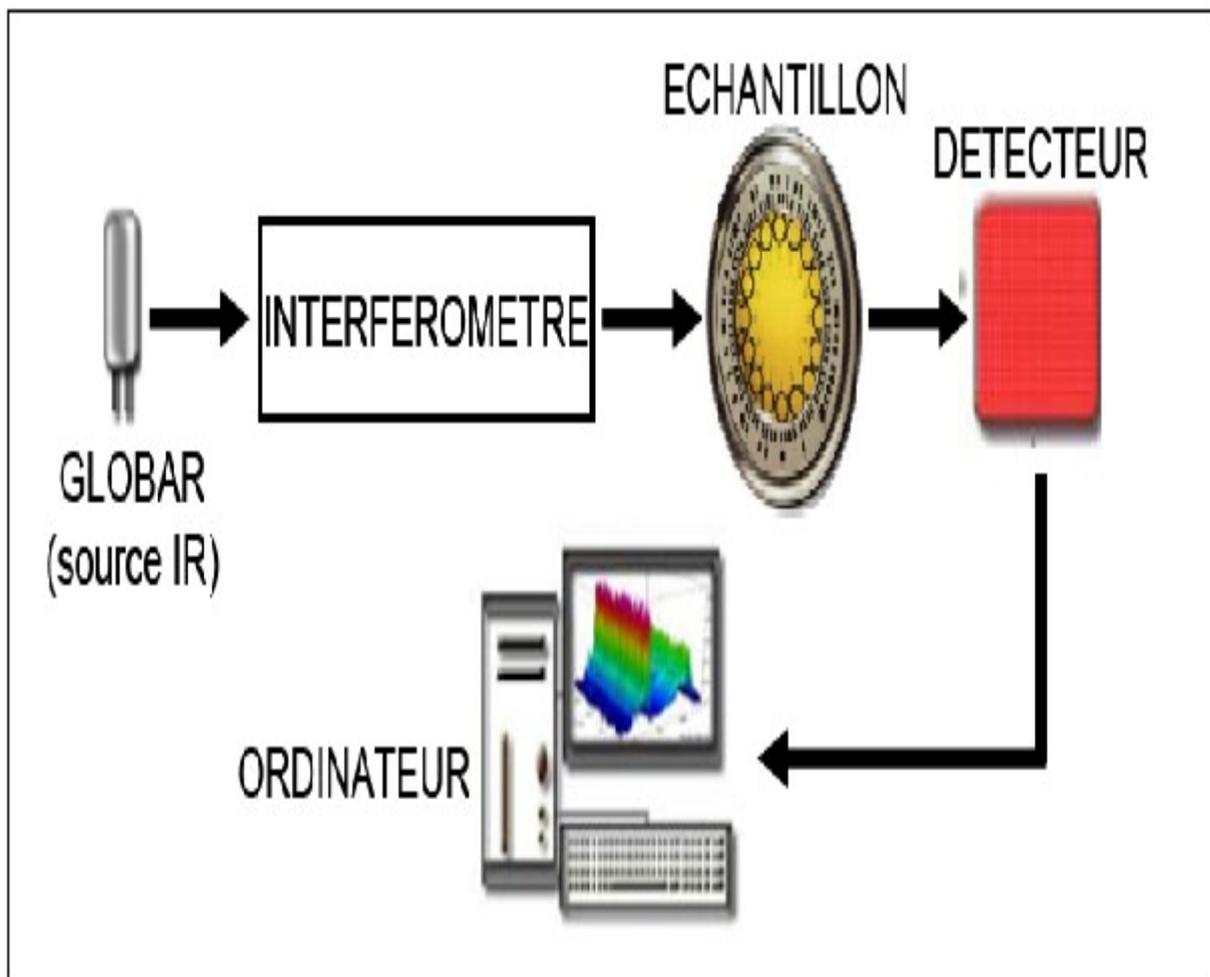


Figure II.2 : Schéma de principe d'un spectromètre FT-IR

## L'interféromètre

La figure II.3 Montre l'exemple de l'interféromètre de Michelson

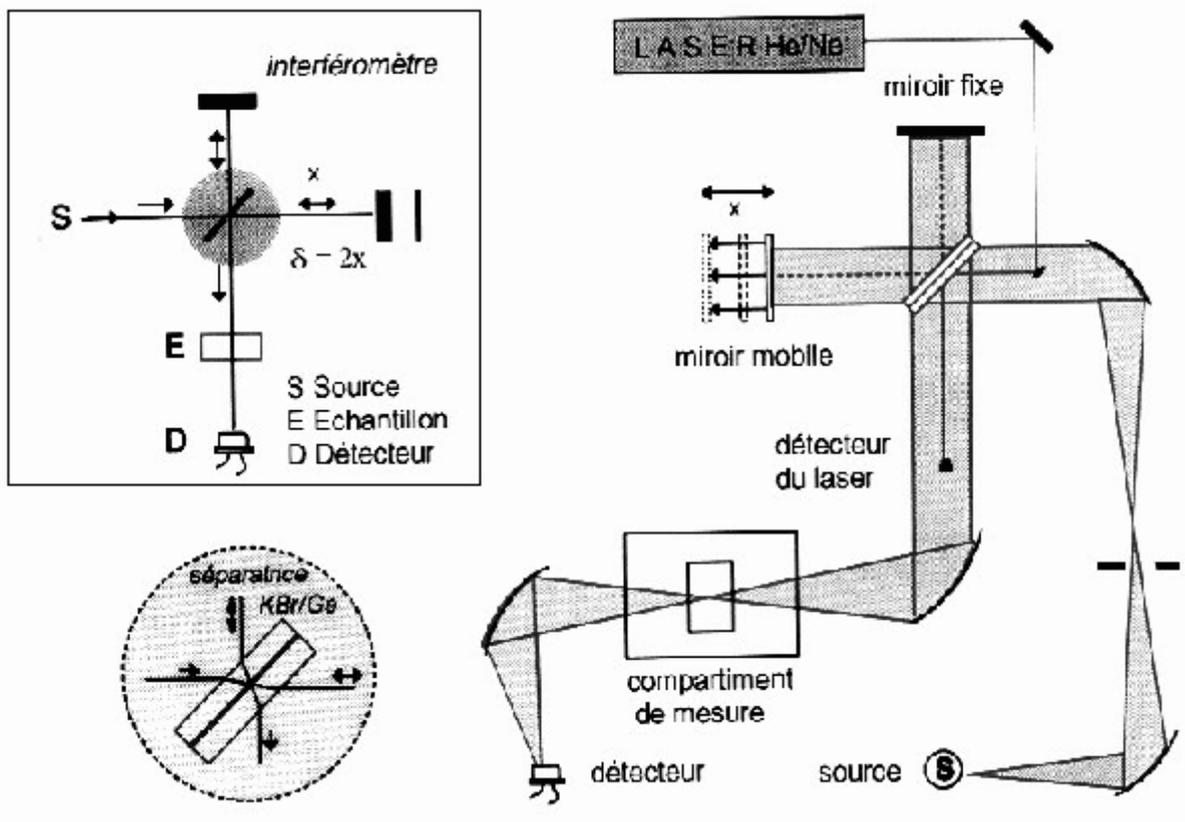


Figure II.3 : L'interféromètre de Michelson et chemin optique dans le

Spectromètre TF-IR

## II.3.4 Applications

Les infrarouges sont utilisés dans de nombreux domaines :

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

## II.4. Observation microscopique (MEB)

### II.4.1 Historique

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 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 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 retrouver 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 les travaux effectués sur le TEM par Ellis Cosslett, et il construit le premier MEB appelé SEMI en 1952, cet instrument avait atteint une résolution de cinquante nm mais ce qui était le plus important était qu'il rendait enfin ce stupéfiant effet 3 dimensions, caractéristique de MEB modernes.

### II.4.2 Analyse microscopique

Pour l'observation de certains détails de la microstructure des matériaux, il est nécessaire d'utiliser des grossissements supérieurs à 1000 (limite de la microscopie optique) et de recourir aux techniques de la microscopie électronique. La structure en grains des polymères, dont les dimensions caractéristiques sont en général inférieures au micron, est presque toujours étudiée par microscopie électronique.

Parmi toutes les particules utilisables pour construire une image (protons, photons, rayons X, électrons, etc.), les électrons constituent le meilleur choix. Ils sont, en effet, faciles à obtenir par chauffage sous vide d'un filament métallique, ils sont accélérés par un champ

électrostatique et leur charge électrique les rend capables d'être déviés, c'est-à-dire focalisés par les champs électrostatiques ou électromagnétiques.

Avec des électrons accélérés par une différence de potentiel de 100 kV et ayant une longueur d'onde associée de 3,7 pm, on obtient une résolution d'environ 0,3 nm qui est de l'ordre de grandeur des distances interatomiques.

Lorsqu'un échantillon est soumis à l'effet d'un faisceau incident d'électrons, il est le siège de divers phénomènes secondaires (émission d'électrons secondaires ou d'électrons Auger, rayons X, etc.) qui peuvent servir à former une image à l'aide d'un détecteur approprié. Ces phénomènes ont donné naissance à un type de microscopie électronique, appelée microscopie électronique à balayage (MEB). Dans ce procédé la surface de l'échantillon est balayée par un faisceau très fin d'électrons focalisé sur une surface d'environ 10 nm de diamètre et le détecteur est placé latéralement, ce qui permet l'analyse de la surface de l'échantillon. On s'affranchit ainsi en grande partie des difficultés liées à la préparation d'échantillons minces et on utilise pratiquement toujours des échantillons épais. Cette technique a connu récemment une série de développements très spectaculaires. Ainsi, il est à présent possible de travailler en maintenant la chambre du microscope sous une pression contrôlée de vapeur d'eau (Environmental Scanning Electron Microscopy) et d'effectuer des mesures sur des matériaux hydratés comme le bois sans en modifier la microstructure originale. Par analyse simultanément des RX, on obtient un relevé topographique de la composition chimique de l'échantillon.

#### II.4.3 Constitution d'un microscope électronique à balayage (MEB)

La figure II.4 montre les différentes parties constitutives du MEB et qui sont :

- Une colonne maintenue sous vide.
- Une source d'électrons.
- Un dispositif haute tension pour l'accélération des électrons.
- Un ensemble de lentilles électroniques pour former le pinceau fin et intense ;
- Un condenseur final (objectif) et un diaphragme de petit diamètre qui permet de focaliser le pinceau fin sur la surface à examiner ;
- Un dispositif de réflexion piloté par un générateur de balayage ;
- Un platine porte objet mobile ;
- Un détecteur d'électrons et un dispositif d'amplification du signal rapide et à faible bruit ;
- Un système de visualisation d'image ;

- Un détecteur d'électrons rétro diffusés et d'un détecteur de rayons X.

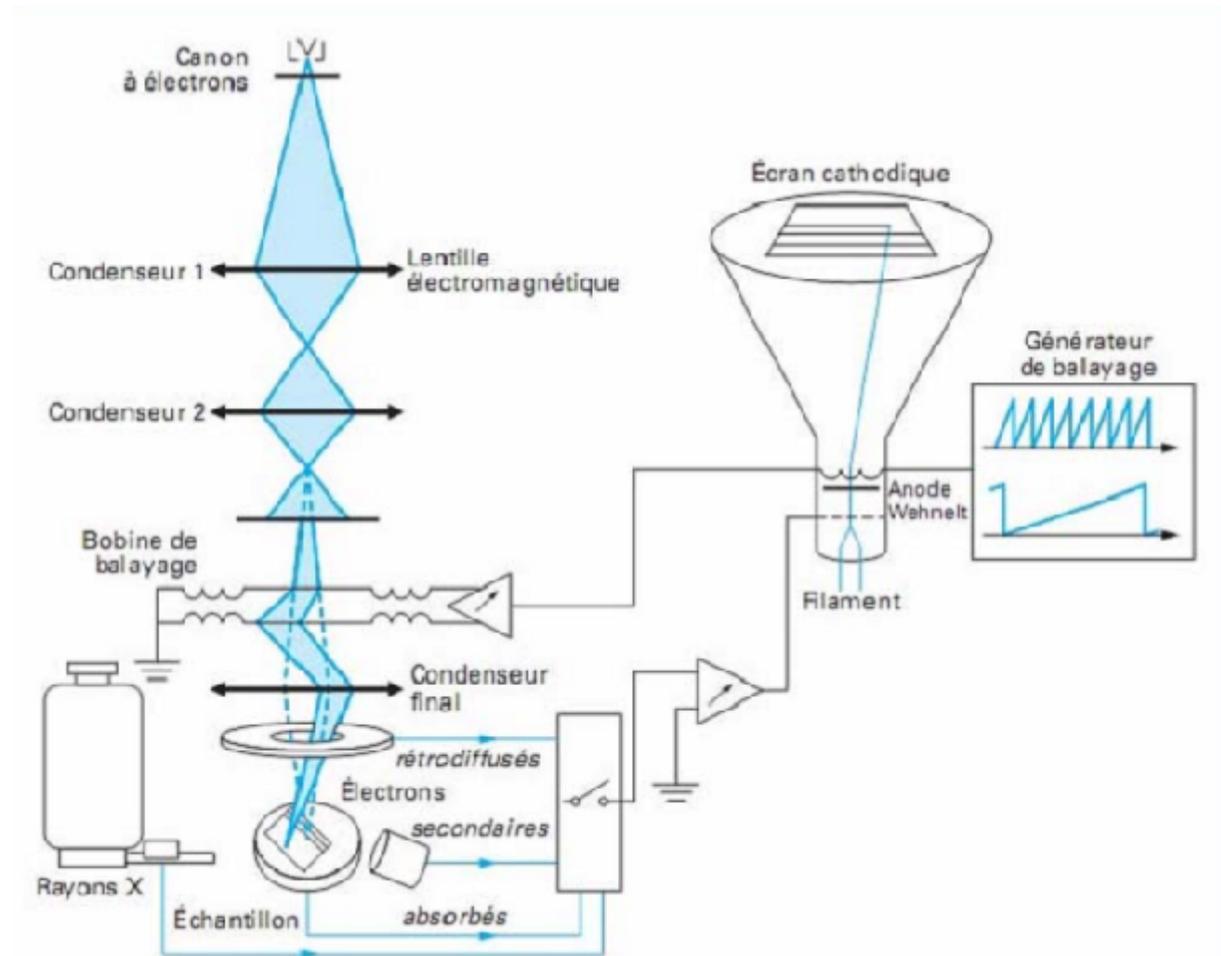


Figure II.4 : Schéma de principe d'un microscope électronique à balayage (MEB)

#### II.4.4 Principe de fonctionnement du MEB

La microscopie électronique à balayage (MEB ou SEM pour Scanning Electron Microscopy en anglais) est une technique de microscopie électronique pour l'observation de la surface. Elle est basée sur le principe des interactions électrons-matière (Figure.II.4). Un faisceau d'électrons est projeté sur l'échantillon à analyser. L'interaction entre le faisceau incident d'électrons primaires et l'échantillon génère principalement trois types d'émissions qui apportent différents types d'informations sur la matière dont est constitué l'échantillon.

### II.4.5 Les électrons secondaires

Ce sont des électrons peu liés de la bande de conduction de l'atome, éjectés lors de leur choc avec les électrons primaires du faisceau. Ce sont des particules de basse énergie. Ils sont accélérés vers un détecteur d'électrons secondaires qui amplifie le signal.

À chaque point d'impact correspond un signal électrique. L'intensité de ce signal électrique dépend à la fois de la nature de l'échantillon au point d'impact et de la topographie de l'échantillon au point considéré. Ainsi, en balayant le faisceau sur l'échantillon, on obtient une cartographie de la zone balayée.

### II.4.6 Les électrons rétrodiffusés

Ce sont des électrons résultant de l'interaction des électrons du faisceau primaire avec des noyaux d'atomes de l'échantillon. Les électrons sont réémis dans une direction proche de leur direction d'origine avec une faible perte d'énergie. Ils permettent de mesurer l'homogénéité chimique d'un échantillon et son analyse qualitative.

### II.4.7 Les rayons X

L'impact d'un électron primaire à haute énergie peut ioniser un atome à une couche interne. La désexcitation, le remplissage de l'ordre énergétique de la structure électronique, se produit avec émission de rayons X. L'analyse de ces rayons permet d'obtenir des informations sur la nature chimique de l'atome.

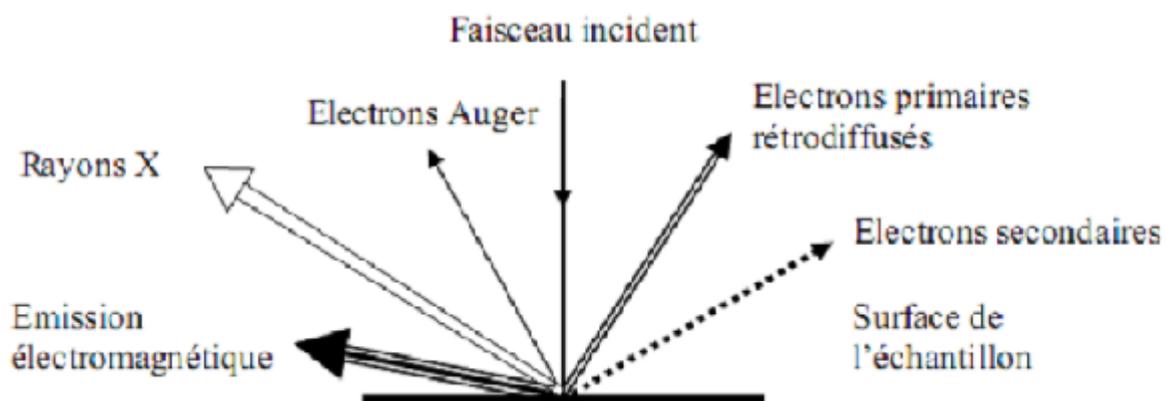


Figure II.5 : Signaux produits par l'interaction d'un électron primaire avec l'échantillon

Le MEB que nous avons utilisé est un appareil dit environnemental dans lequel l'échantillon reste à la pression atmosphérique. L'avantage que présente le microscope

environnemental par rapport au microscope électronique ordinaire est de permettre l'analyse des surfaces isolantes sans qu'elles soient métallisées.

### II.5. Propriétés mécaniques

La grande majorité des polymères sont utilisés pour supporter des charges, c'est-à-dire qu'ils ont une fonction mécanique. Pour assurer cette fonction souvent critique, il convient de dimensionner correctement les pièces de structures, afin d'assurer leur résistances mécaniques et leur durée de vie en service. Les propriétés mécaniques des polymères sont fortement influencées par la température et la vitesse de déformation. Pour un même matériau, une augmentation de la température conduit à un comportement évoluant de fragile à ductile, de même qu'une décroissance de la vitesse de déformation.

$\sigma$  Le module de Young ou module d'élasticité (longitudinale) ou encore module de traction, est la constante qui relie la contrainte de traction (ou de compression) et la déformation pour un matériau élastique isotrope.

Le physicien britannique Thomas Young (1773-1829) avait remarqué que le rapport entre la contrainte de traction appliquée à un matériau et la déformation qui en résulte (un allongement relatif) est constant, tant que cette déformation reste petite et que la limite d'élasticité du matériau n'est pas atteinte.[25]

La loi d'élasticité est la loi de Hooke :

$$\sigma = E\varepsilon$$

où :

- $\sigma$  est la contrainte (en unité de pression) ;
- $E$  est le module de Young (en unité de pression) ;
- $\varepsilon$  est l'allongement relatif, ou déformation (adimensionnel).

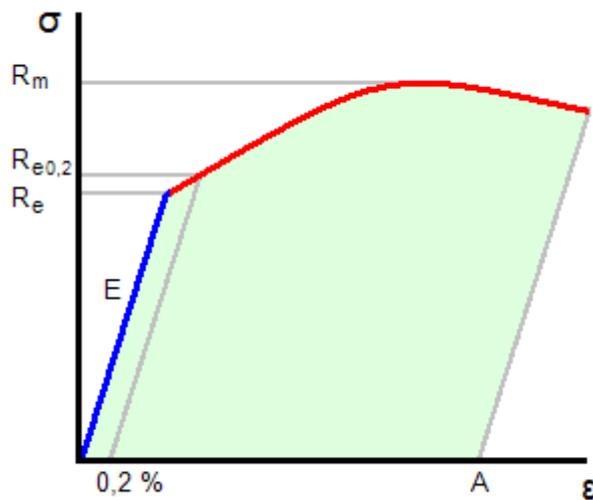


Figure II.6 : Diagramme contrainte-déformation

Le module de Young représente la rigidité du matériau, il est mesuré à partir d'un test de traction selon la norme DIN EN ISO 527-2 sur une éprouvette de type A selon la norme DIN EN ISO 3167 avec une vitesse de traverse de 1 mm/min. Le module d'élasticité  $E$  est le rapport de la contrainte sur la déformation calculé sur la partie initiale linéaire de la courbe contrainte/déformation. Pour les matières plastiques, on a montré que le module d'élasticité varie avec les paramètres suivants:

- Température
- Taux d'humidité- Orientation des macromolécules et des charges
- durée et vitesse de sollicitation
- Géométrie de l'éprouvette; Appareillage.

De façon générale on préférera un test de traction à un test de torsion pour obtenir des valeurs de rigidité, en effet pour un test en traction la répartition des contraintes est maintenue constante sur la longueur utile de l'éprouvette.[26]

## II.6. Propriétés thermiques

L'énergie thermique dans les corps solides est de deux types :

- L'énergie de vibration des atomes autour de leur position moyenne appelée « photon ».
- L'énergie de cinétique des électrons libres.

Quand un corps absorbe de la chaleur, son énergie interne et sa température croissent. Les caractéristiques thermiques importantes sont :

- capacité calorifique
- dilatation thermique
- Conductivité thermique dépendant des changements d'énergie des atomes et des électrons libres.

### II.6.1 Dilatation thermique

La dilatation thermique résulte de l'asymétrie des forces de liaisons interatomiques : il faut une force plus faible pour écarter légèrement les atomes les uns les autres que pour les rapprocher.

L'agitation moléculaire sous l'action de la chaleur favorise l'écartement des atomes et provoque une expansion volumique des matériaux.

La dilatation thermique s'exprime sous forme d'un coefficient :

$$L = L_0 \{1 + \alpha(T - T_0)\}$$

$\alpha$  : coefficient de dilatation linéaire.

L : longueur d'un échantillon dilaté à T.

$L_0$  : longueur de l'échantillon à la température ambiante.

### II.6.2 Claquage thermique

Le courant de conduction, en général très faible, et les pertes diélectriques par relaxation en tension alternative produisent une énergie calorifique dans le solide.

Quand le temps d'application de la tension est grand, la quantité de chaleur générée dans le solide devient importante. Si cette énergie calorifique est supérieure aux fossilités d'évacuation par conduction ou par convection du diélectrique dans des conditions de refroidissement données, la température du diélectrique va augmenter, provoquant ainsi une instabilité thermique de ce dernier et une augmentation du courant de conduction. On dit alors que le diélectrique subit « un claquage thermique ».

Les pertes diélectriques sont plus importantes en tension alternatives qu'en tension continue vu que les pertes par relaxation dépendent de la fréquence. Par conséquent, la contrainte de claquage thermique est plus petite en tension alternative qu'en tension continue et elle décroît avec la tension avec la fréquence de la source de tension.

En général la conductivité du solide croît avec la température et les conditions d'instabilité thermique sont atteintes le taux d'écoulement dépasse celui du refroidissement.

**Conclusion**

Nous avons vu dans ce chapitre les différents types de caractérisation des polymères isolants (électriques, physico-chimiques, mécaniques, thermiques), ça va nous permettre de constater les différents changements que subissent les polymères isolants sous l'effet des conditions extérieures (les décharges couronne, l'humidité, les impuretés ...).

La microstructure des matériaux est composée de différentes phases de forme, de taille et de distribution variables (grains, sphérolithes, lamelles, pores...). Les phases se différencient les unes des autres par leur structure cristalline, semi-cristalline ou amorphe. Les morphologies s'observent au microscope électronique.

La connaissance de la microstructure nous permet de déterminer les propriétés d'un très grand nombre de matériaux. C'est grâce à la modification contrôlée de la microstructure lors de la fabrication ou de la transformation que l'ingénieur en matériaux obtient une large gamme de propriétés. Pour comprendre le comportement des matériaux, il est indispensable d'établir la liaison entre des phénomènes qui se déroulent à l'échelle de la microstructure et les propriétés du matériau.

### III.1 Introduction

Dans ce chapitre on va effectuer des travaux expérimentaux sur deux polymères, à savoir le PVC et le PMMA et ce, au niveau du laboratoire de haute tension où on soumettra les échantillons choisis aux décharges couronnes et aux décharge en volume, et puis on procédera à l'analyse par MEB (microscope à balayage électronique) et FTIR réalisées respectivement aux laboratoires de physique et de chimie de l'université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.

L'objectif de ce travail est d'étudier l'influence du vieillissement électrique par décharges couronne et en volume en volume sur les propriétés physico-chimique du PVC et du PMMA.

### III.2 Présentation des polymères utilisés

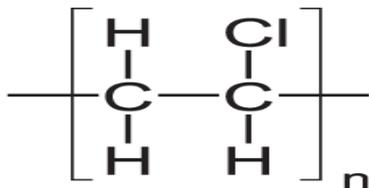
Deux polymères seront utilisés dans cette partie le PVC et le PMMA :

#### Le PVC :

Le polychlorure de vinyle appelé fréquemment le PVC, est un polymère thermoplastique.

##### ➤ Structure du pvc

La structure du PVC est représentée ci-dessous



#### Le PMMA :

Le poly méthacrylate de méthyle (PMMA) est un thermoplastique transparent dont le monomère est le méthacrylate de méthyle.

Il est caractérisé par les spécificités suivantes :

Point de fusion : 160 °C

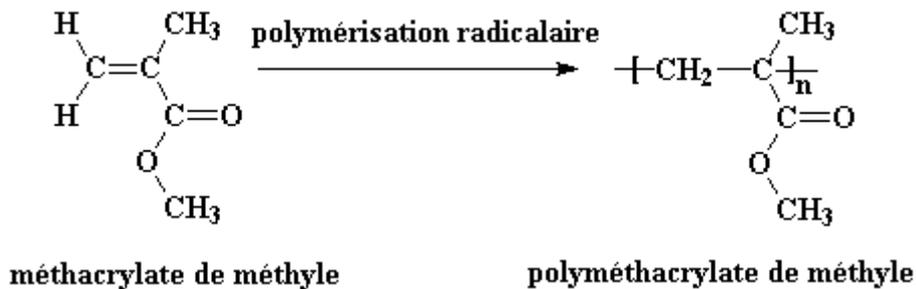
Densité : 1,18 g/cm<sup>3</sup>

Formule : (C<sub>5</sub>O<sub>2</sub>H<sub>8</sub>)<sub>n</sub>

Point d'ébullition : 200 °C

### ➤ La structure du PMMA

La figure ci- dessous donne la structure du PMMA



### III.3 Préparation des échantillons

Pour nos essais, nous avons préparés des plaques et des films :

-Pour le PVC on a utilisé des plaques découpées en rondelles de 3 cm de diamètre et d'épaisseur de 3 mm, à l'aide d'un laser. Pour le film du PVC nous avons utilisé des couvertures transparentes reliures fabriquées en Chine par la société «Chuang yuan».

-Pour le PMMA nous avons utilisé des plaques de 3mm d'épaisseur découpées en rondelles également à l'aide d'un laser. Pour les films, nous avons dissout des morceaux de PMMA dans l'acétone(C<sub>3</sub>H<sub>6</sub>O) jusqu'à obtention d'une solution (gel transparent), en suite nous avons étalé la solution obtenue sur des disques en verre à l'aide d'une lame. Après quelques heures, l'acétone s'est évaporée ce qui a permet la formation d'un film ayant une épaisseur très fine de l'ordre de quelques micromètres.

### III.4 Conditions d'essais

On essuie d'abord les surfaces des échantillons avec de l'alcool pour enlever les impuretés puis on les laisse sécher.

Les échantillons seront en suite soumis à des décharges couronnes dans un système sphère-plan se trouvant à l'intérieur de la cage de Faraday.

### III.5 Description du dispositif expérimental

Le schéma et le montage du dispositif expérimental utilisé dans cette partie sont représentés respectivement sur la figure III.1. , la figure III.2.a, et la figure III.2.b.

Pour obtenir les décharges électriques (décharges de couronne), on alimente les deux électrodes à l'aide d'une tension alternative délivrée par un transformateur d'essai qui possède les caractéristiques suivantes :

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



Image du Transformateur d'essai

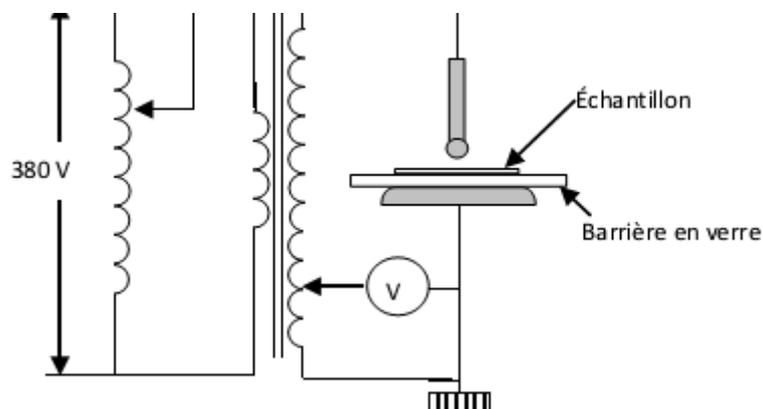


Figure.III.1: Schéma du montage expérimental



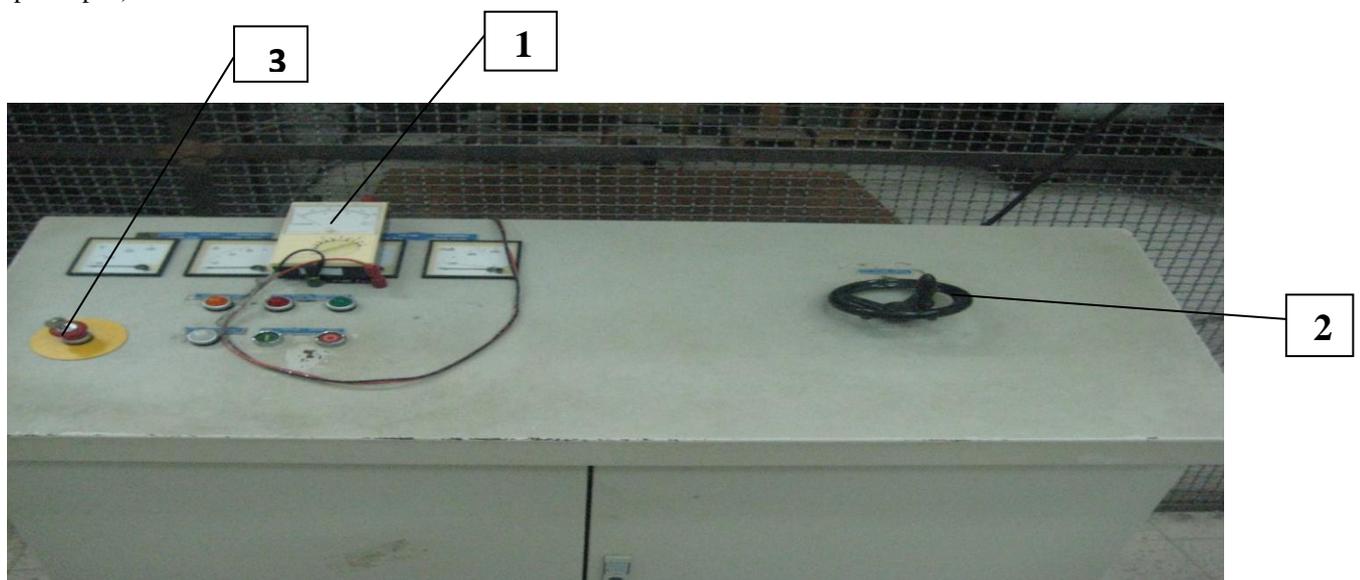
**1** Echantillon des polymères utilisés (PVC et PMMA)

**2** Electrode HT

**3** Cage de Faraday

**4** Barrière diélectrique en verre

**Figure III.2.a :** Dispositif expérimental utilisé pour obtenir les décharges de couronnes (système sphère-pan)



**1** Voltmètre

**2** Curseur pour régler la tension

**3** Bouton d'allumage et d'arrêt d'urgence

**Figure III.2.b :** Pupitre de commande

### Les électrodes

L'électrode plane en cuivre de diamètre 5cm est reliée à la terre, l'électrode haute tension est une tige se terminant par une sphère de diamètre égal à 1,44 cm (figure III.3). Les deux électrodes sont portées par un support en bakélite F conçu de façon 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.

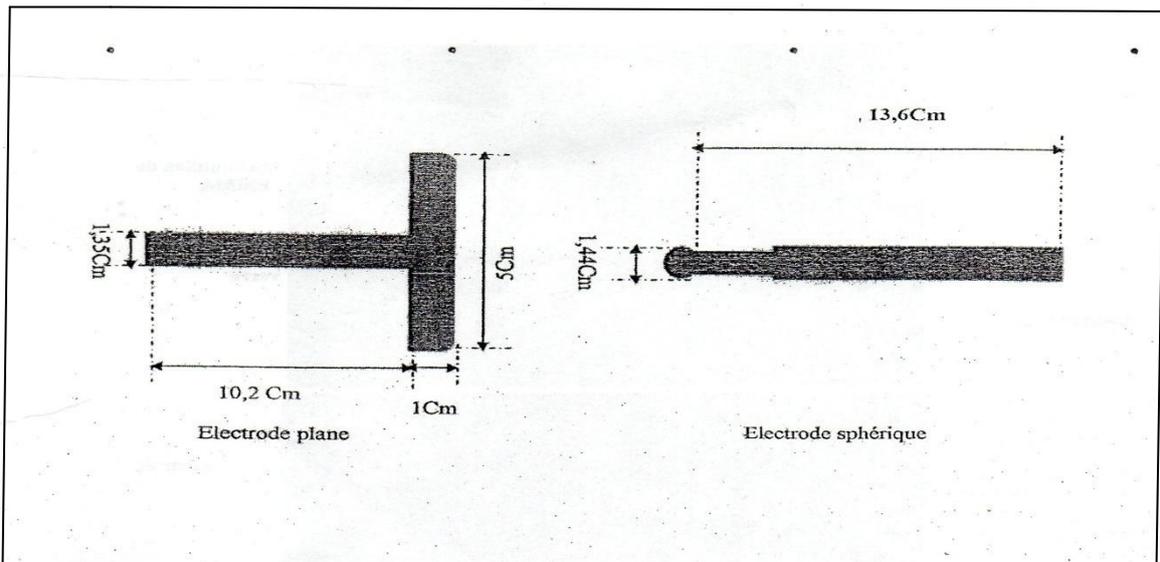


Figure III.3. : Dimensions des électrodes

### III.6 Appareils d'analyse

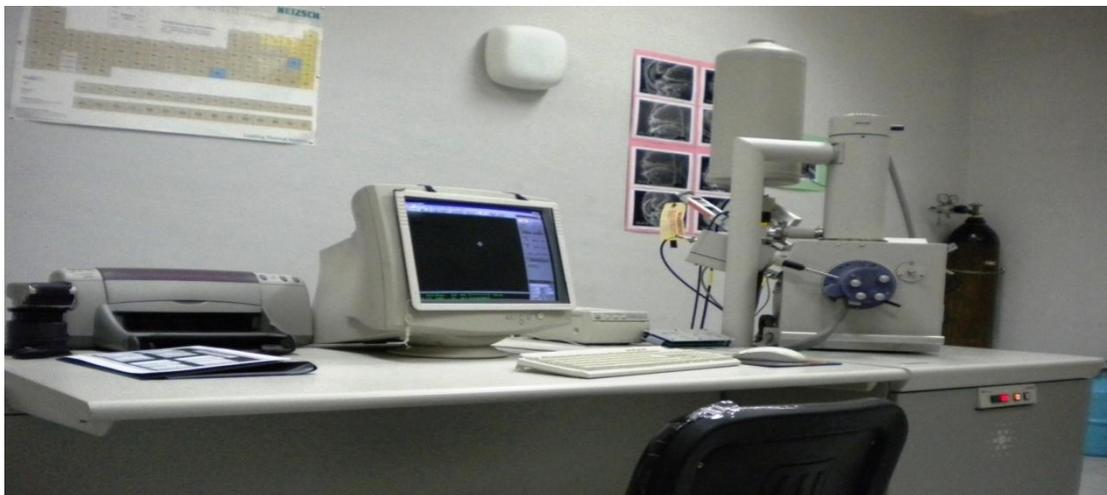
Après avoir fait tous les essais sur les différents échantillons, nous avons remis ces derniers au laboratoire de physique et chimie de l'université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou pour les analyses MEB et FTIR.

#### ➤ Microscope électronique à balayage

Une analyse topographique de la surface des échantillons soumis aux décharges de couronne a été faite à aide d'un microscope à balayage électronique environnemental (ESEM) de marque Philips JOËL XL30 à filament de tungstène (figure III.4). C'est un appareil qui peut travailler dans deux milieux différents :

1. Mode conventionnel pour les échantillons conducteurs.
2. Mode environnemental qui est réservé à l'analyse des échantillons isolants (céramique, polymère,...) ou biologique (vivants).

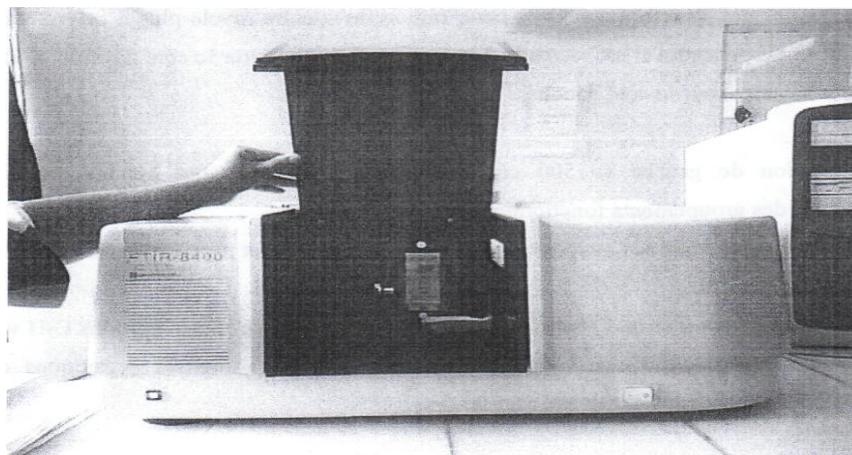
Il fonctionne à des tensions d'accélération du faisceau électronique qu'on peut faire varier de 0,2 à 30 kV. L'appareil est couplé avec un système complet de micro analyse par dispersion d'énergie (EDS) qui permet de donner les éléments atomiques se trouvant à la surface de l'échantillon. L'agrandissement peut atteindre 3000 fois.



**Figure III.4 :** ESEM Philips XL3

### Dispositif de l'analyse aux rayons infrarouges

Les analyses par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier ont été faites à l'aide d'un appareil de type Shimadzu8400 (figure III.5) disponible au niveau du laboratoire de chimie (LCAGG) de l'université Mouloud Mammeri. Elle nous donne les transformations chimiques subis par les différents échantillons des polymères utilisés dans ce travail, à savoir l'apparition ou la disparition de groupements fonctionnels sous l'effet des décharges de couronne.



**Figure III.5 :** FTIR-Shimadzu8400

### III.7. Résultats expérimentaux et discussion

#### III.7.1. Observation visuelle

On observe un changement de couleur sur la surface des échantillons, la partie soumise aux décharges couronne est devenue blanchâtre tandis que les parties non exposées à ces mêmes décharges sont soit transparentes pour le PMMA ou bien noires pour le PVC.

#### III.7.2 Analyse topographique par le MEB

Nous avons analysé la topographie de la surface des échantillons soumis aux décharges couronne à l'aide d'un microscope à balayage électronique environnemental (ESEM) de marque Philips JOËL XL30 à filament de tungstène (Figure III.4) qui fonctionne à des tensions d'accélération du faisceau électronique que nous pouvons faire varier de 0,2 à 30 kV. Le principe de fonctionnement de ce type de MEB évite l'accumulation de charges à la surface de l'isolant.

Les images obtenues pour les deux polymères, et le PVC et le PMMA sont données par les figures III.6 ET III.7 ci-dessous

#### Pour le PVC

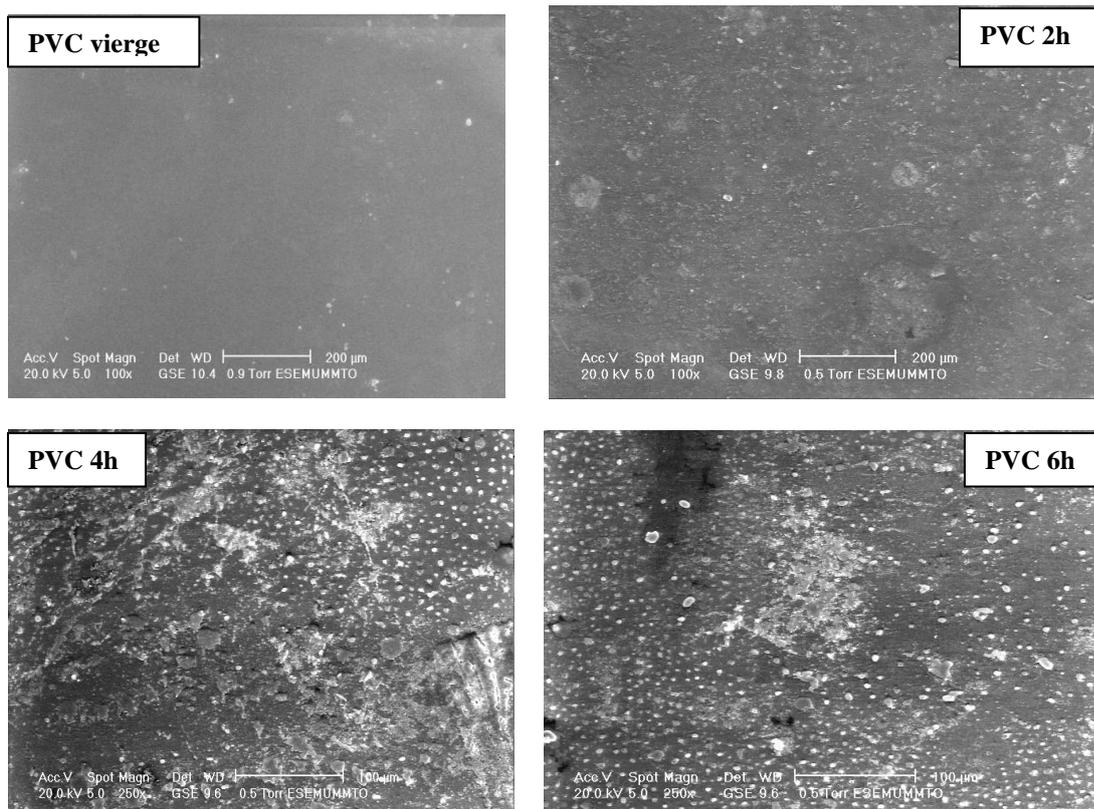
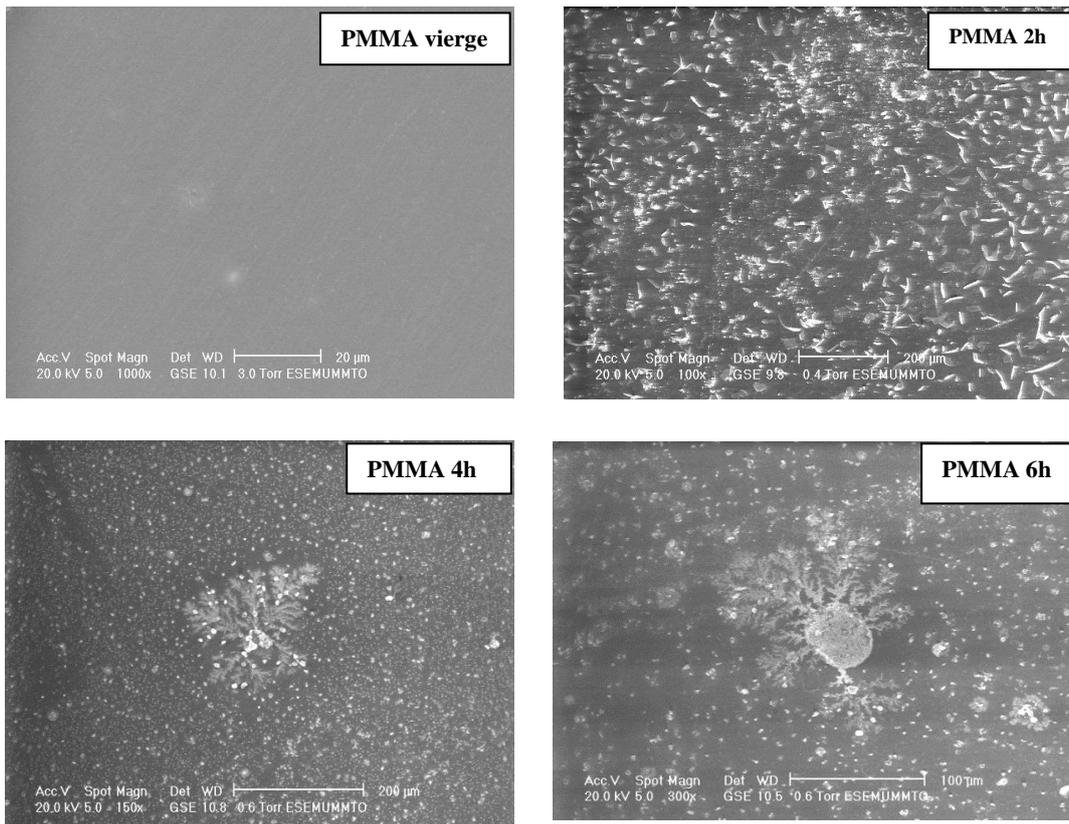


Figure III.6 : Micrographie MEB du PVC

La figure III.6 montre les micrographies des échantillons du PVC vierges et vieillis sous décharges couronne.

Les échantillons vierges présentent des surfaces lisses et homogènes. Par contre, pour les échantillons soumis aux décharges couronne, nous pouvons observer pour des profondeurs d'analyse, la topographie des zones ayant subi des dégradations.

#### Pour le PMMA :



**Figure III.7:** Micrographie MEB du PMMA

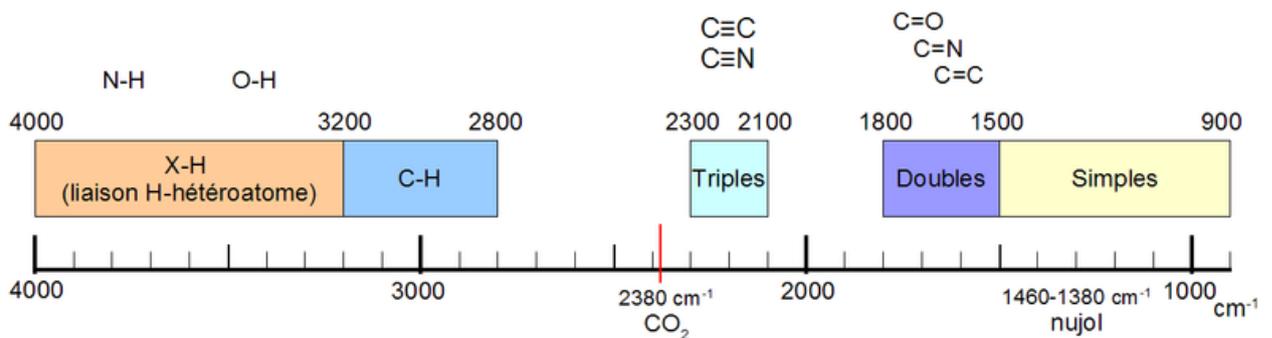
La figure III.7 montre les micrographies d'échantillons du PMMA. L'échantillon vierge présente une surface lisse, homogène exempte de toute dégradation, tandis que les échantillons soumis aux décharges couronne montrent des zones ayant subi des dégradations. Des arborescences prennent naissance et se développent à la surface de l'échantillon. La forme de ces figures s'expliquerait par le fait qu'après avoir traversé l'intervalle d'air, la décharge électrique déposerait une charge qui, déstabilisée par faisceau électronique du MEB, provoque une décharge en forme d'arborescence à la surface de l'échantillon.

Nous avons constaté que l'extension maximale des arborescences augmente avec la durée de vieillissement sous décharges couronne.

### III.7.3 Spectres FTIR

Les analyses par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier ont été faites à l'aide d'un appareil de type Shimadzu8400. Elles nous donnent les transformations chimiques subies par l'échantillon: apparition ou disparition de groupements fonctionnels sous l'effet des décharges électriques.

De manière générale, les groupements chimiques d'une molécule absorberont les infrarouges à des fréquences caractéristiques. En traçant le spectre d'un matériau et en se référant à des tables (Figure III.8), il est possible d'obtenir des informations sur les groupements fonctionnels du matériau particulièrement ceux qui disparaissent et ceux qui se forment après vieillissement.



**Figure III.8 :** Aperçu des longueurs d'ondes d'absorption pour les molécules organiques [27]

Les tableaux (III.1) et (III.2) illustrent les bandes d'absorptions des fonctions caractéristiques du PVC et du PMMA respectivement.

Groupement	liaison	Nombre d'ondes (cm <sup>1</sup> )	vibration
H -C -Cl	C-Cl	750 - 850	Elongation
CH <sub>2</sub>	H-C-H	830-970	Déformation
CH	C-H	1200-1260	Déformation
CH <sub>2</sub>	H-C-H	2800-3200	Elongation
CH <sub>2</sub>	C-H	3200-4000	Elongation

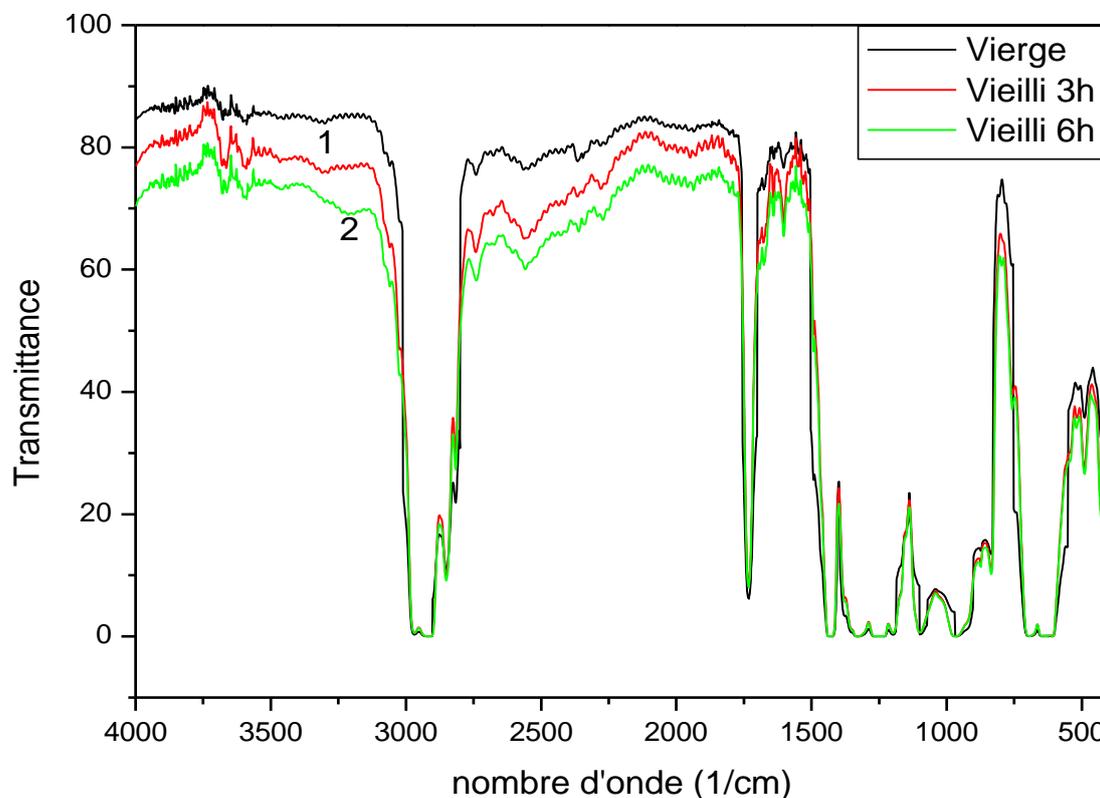
**Tableau III.1 :** Bandes d'absorptions des fonctions caractéristiques du PVC [28]

Groupement	liaison	Nombre d'ondes (cm <sup>1</sup> )	vibration	intensité
Acides	O-H	3550- 3500	élongation	Intense et très large
-CH <sub>2</sub> -	C-H	2925	Elongation asymétrique	forte
Esters	C=O	1750-1730	élongation	forte
Esters	C-O	1300-1050	élongation deux bandes	

**Tableau III.2 :** Bandes d'absorptions des fonctions caractéristiques du PMMA[23]

**Pour le PVC**

La figure III.9 donne le spectre FTIR du PVC (vierge, vieilli pendant 3 et 6 heures).



Pic 1 :  $3300 \text{ (cm}^{-1}\text{)}$

Pic 2 :  $3150 \text{ (cm}^{-1}\text{)}$

**Figure III.9** : Spectre FTIR du PVC

La figure III.9 montre que pendant 3 heures il n'y a aucun changement, mais après 6 heures il y a disparition du pic1 qui est entre  $3200 \text{ (cm}^{-1}\text{)}$  et  $4000 \text{ (cm}^{-1}\text{)}$  qui correspond au groupement intermoléculaire O-H et apparition du pic 2 (entre  $2800 \text{ (cm}^{-1}\text{)}$  et  $3200 \text{ (cm}^{-1}\text{)})$  qui correspond au groupement intermoléculaire C-H, donc il y a rupture de la liaison O-H et naissance de la liaison C-H, cependant la structure chimique du PVC a changé sous l'effet des décharges couronnes.

### Pour le PMMA

Comme pour le PVC, la Figure (III.10) donne le spectre FTIR du PMMA (vierge et vieilli pendant 6 heures)

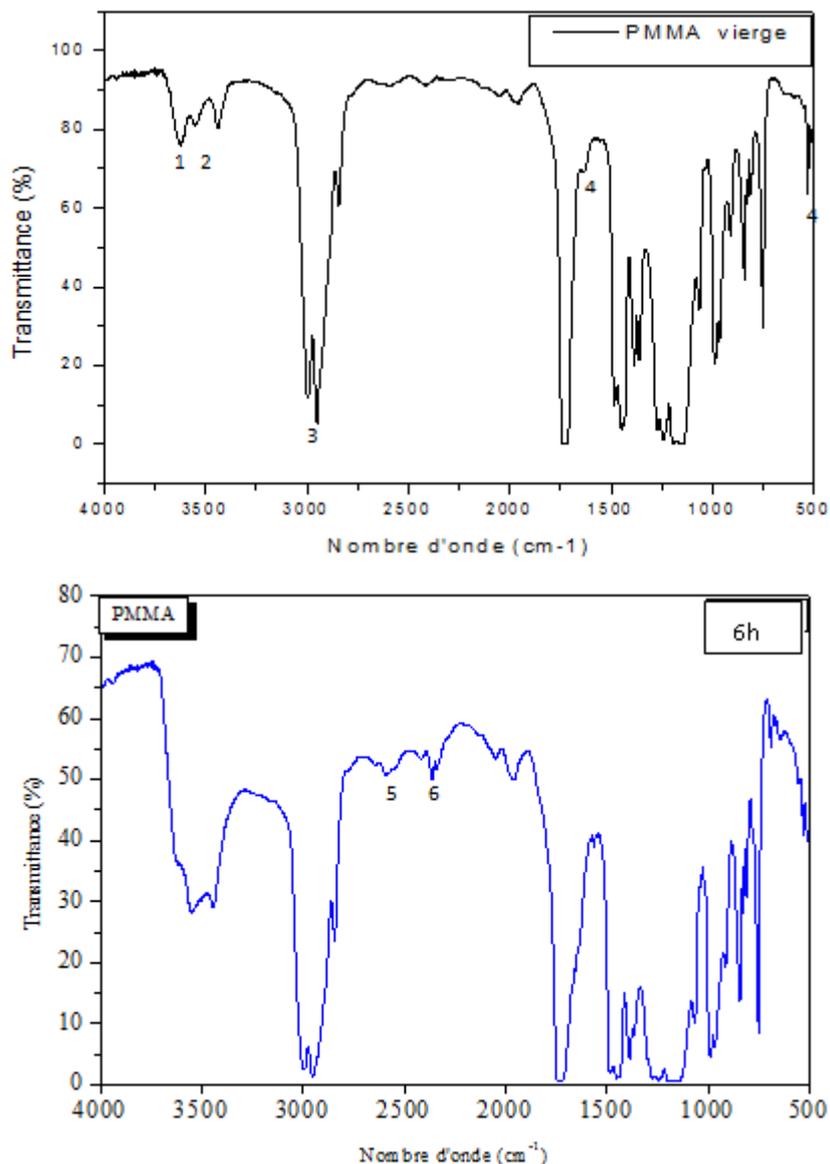


Figure III.10 : Spectre FTIR du PMMA

Après 6h d'exposition aux décharges électriques (figure III.10), les groupements OH intramoléculaires ( $3450-3600$ )  $\text{cm}^{-1}$  que présente le PMMA à l'origine diminuent particulièrement le pic 1. On remarque l'apparition du pic 5 correspondant aux groupements  $\text{CH}_3$  dans la bande allant de  $2850$  à  $3000$   $\text{cm}^{-1}$  et la disparition du pic 4 dans la bande  $[1750-1600]$   $\text{cm}^{-1}$  qui signifie la rupture de la chaîne principale C-C. La structure du matériau a complètement changé.

### III-7-4 Analyse par la spectroscopie d'impédance

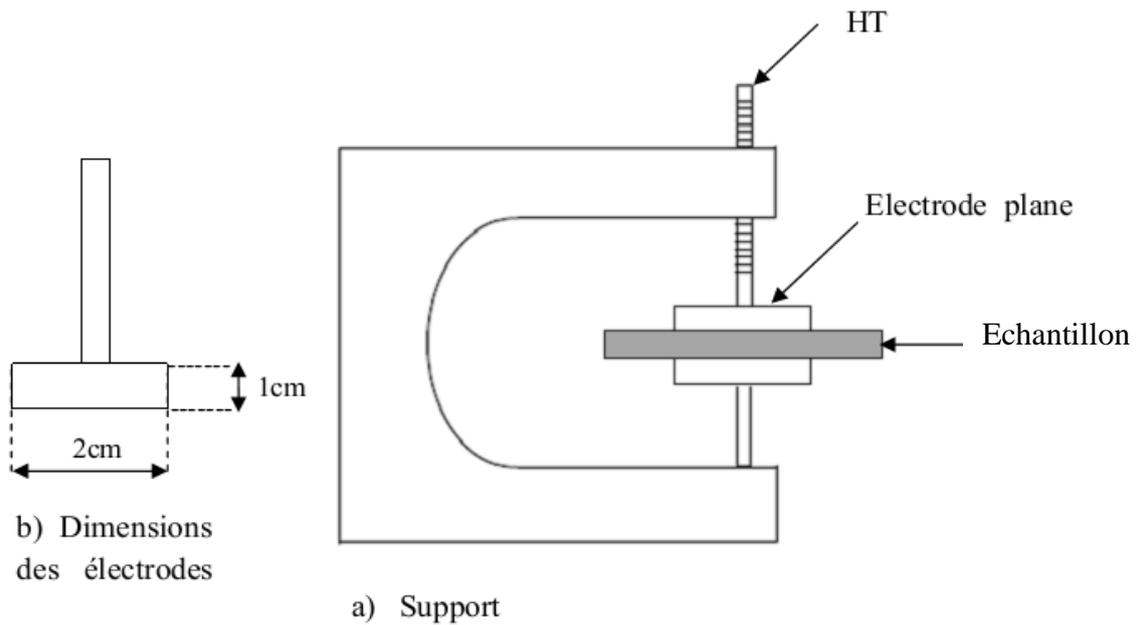
Nous avons étudié la variation de la permittivité relative  $\epsilon_r$ , la résistivité  $\rho$  et le facteur de dissipation  $\text{tg}\delta$  (angle de pertes) en fonction de la fréquence en utilisant un analyseur d'impédance modèle GWINSTEX LCR-817. Cet appareil nous permet de mesurer la capacité  $C$ , la résistance  $R$ , l'inductance  $L$ , le facteur de dissipation  $\text{tg}\delta$  en fonction de la fréquence qui peut varier entre 20 Hz et 10kHz (Figure.).



**Figure III.11 :** L'impédance mètre GWINSTEX LCR-817

Concernant la procédure de mesure, l'analyseur dispose de deux schémas équivalents correspondant respectivement à un mode parallèle (circuit parallèle  $R_p$ - $C_p$ ) et un mode série (circuit série  $R_s$ - $C_s$ ). On a utilisé le mode série le mieux adapté à notre cas.

Dans nos essais, nous avons utilisé des échantillons de PMMA et du PVC en forme de disque de 3 cm de diamètre et de 3 mm d'épaisseur. Les échantillons sont soumis au vieillissement électrique dans un système d'électrodes planes avec un diamètre de 2 cm. (Figure III.12). Le champ électrique appliqué est de 2kV/mm.



**Figure III.12** : système d'électrode pour le vieillissement du polymère sous décharge

La permittivité relative est déduite de la mesure de la capacité à l'aide de la relation suivante :

$$\varepsilon_r = \frac{eC}{S\varepsilon_0}$$

Avec :

e: épaisseur de l'échantillon [m]

S : la surface de l'échantillon [m<sup>2</sup>]

C : la capacité entre les deux électrodes [F]

$\varepsilon_0$  : la permittivité du vide,  $\varepsilon_0 = 8,85 \cdot 10^{-10}$  F/m

La résistivité st déduite de la mesure de la résistance à l'aide de la relation suivante :

$$\rho = R \frac{S}{e}$$

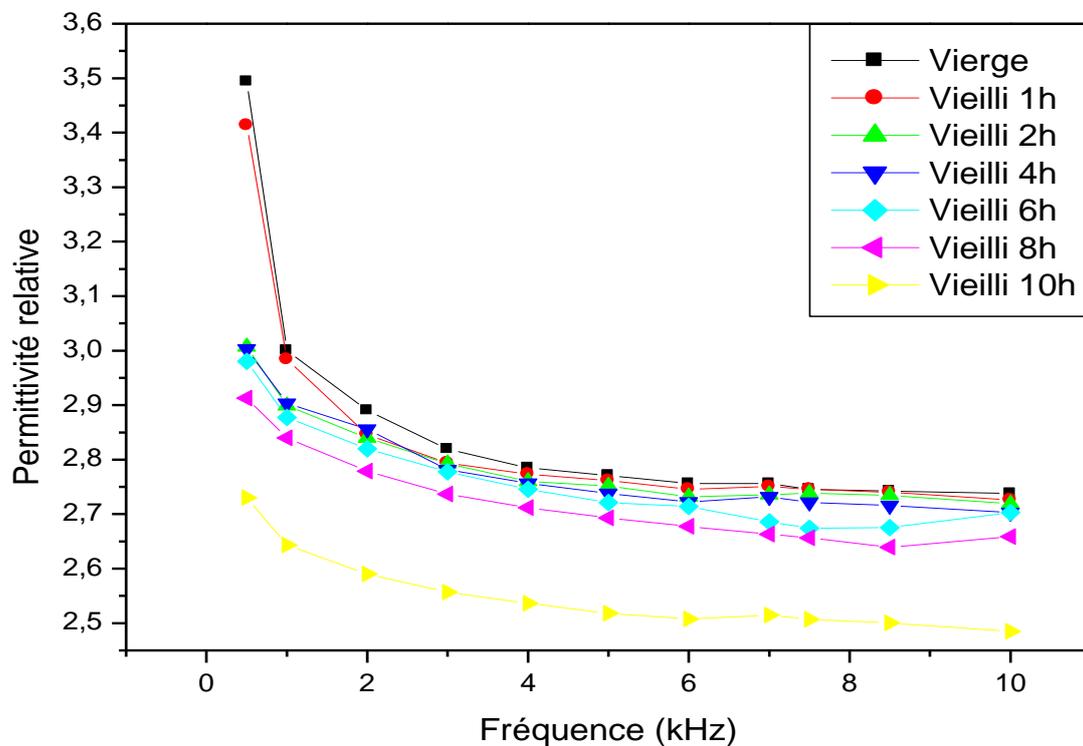
Avec :

e : épaisseur de l'échantillon [m]

S : la surface de l'échantillon [m<sup>2</sup>]

R : résistance entre les deux électrodes [ $\Omega$ ]

Les valeurs du facteur de dissipation (tg $\delta$ ) sont relevées directement sur l'analyseur d'impédance mètre.

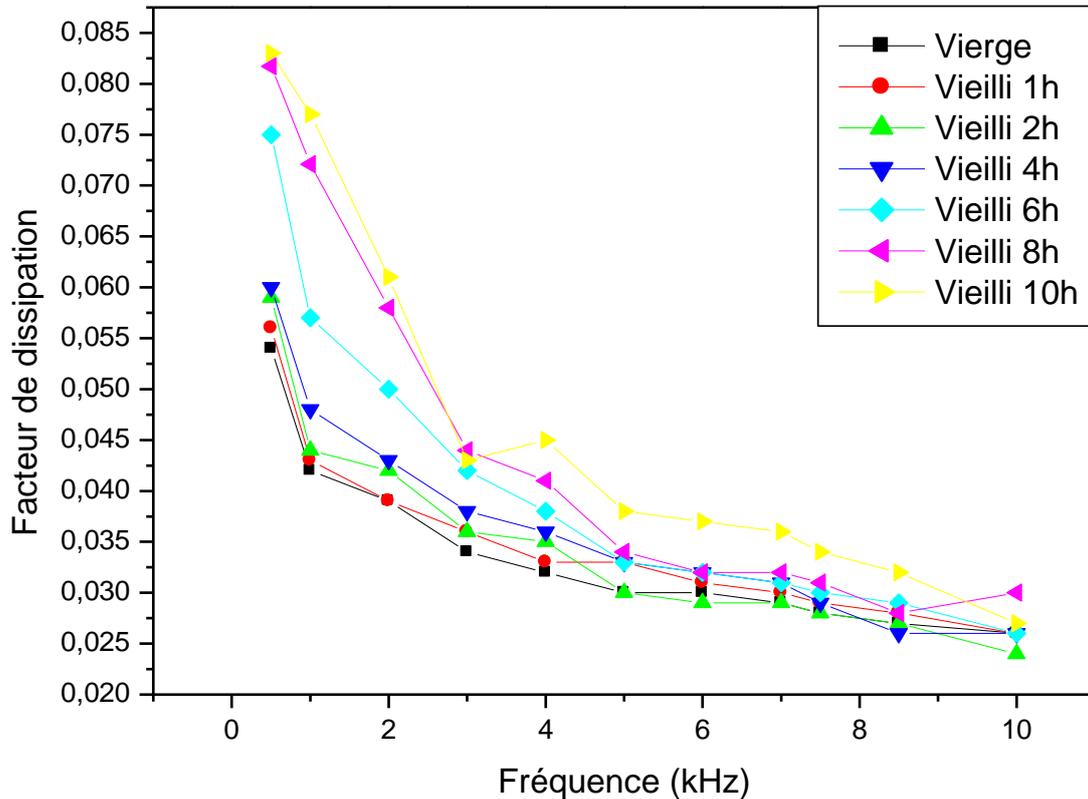
**III-7-4-1 Influence de la fréquence sur la permittivité relative du PMMA**

**Figure III.13** : Variation de la permittivité relative du PMMA en fonction de la fréquence pour différentes durées de vieillissement

Nous remarquons que la constante diélectrique diminue avec l'augmentation de la fréquence, les courbes ont la même allure. Nous constatons que l'augmentation de la durée de vieillissement s'accompagne d'une diminution de la permittivité. Ce la peut être expliqué par le réarrangement de la structure moléculaire et le phénomène de réticulation.[23]

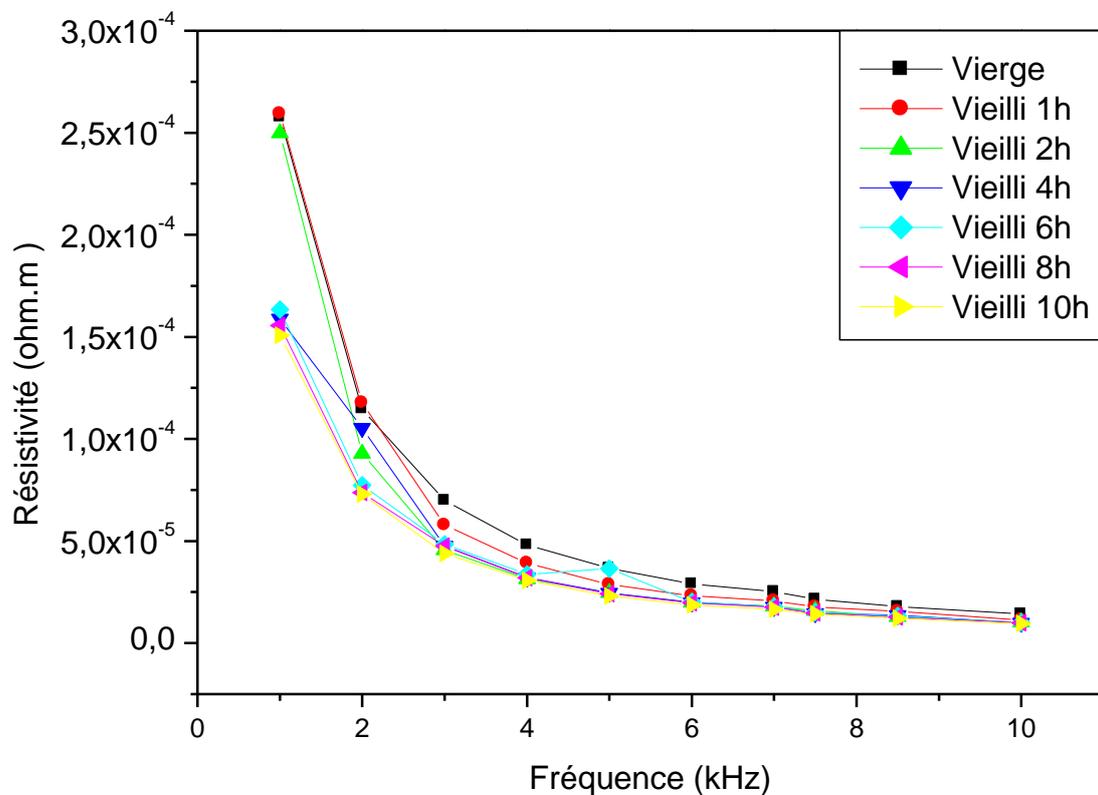
### III-7-4-2 Influence de la fréquence sur le facteur de dissipation du PMMA

La figure (III.14) représente la variation du facteur de dissipation en fonction de la fréquence et de la durée d'application de la contrainte.



**Figure III.14 :** Variation des pertes diélectriques du PMMA en fonction de la fréquence pour différentes durées de vieillissement

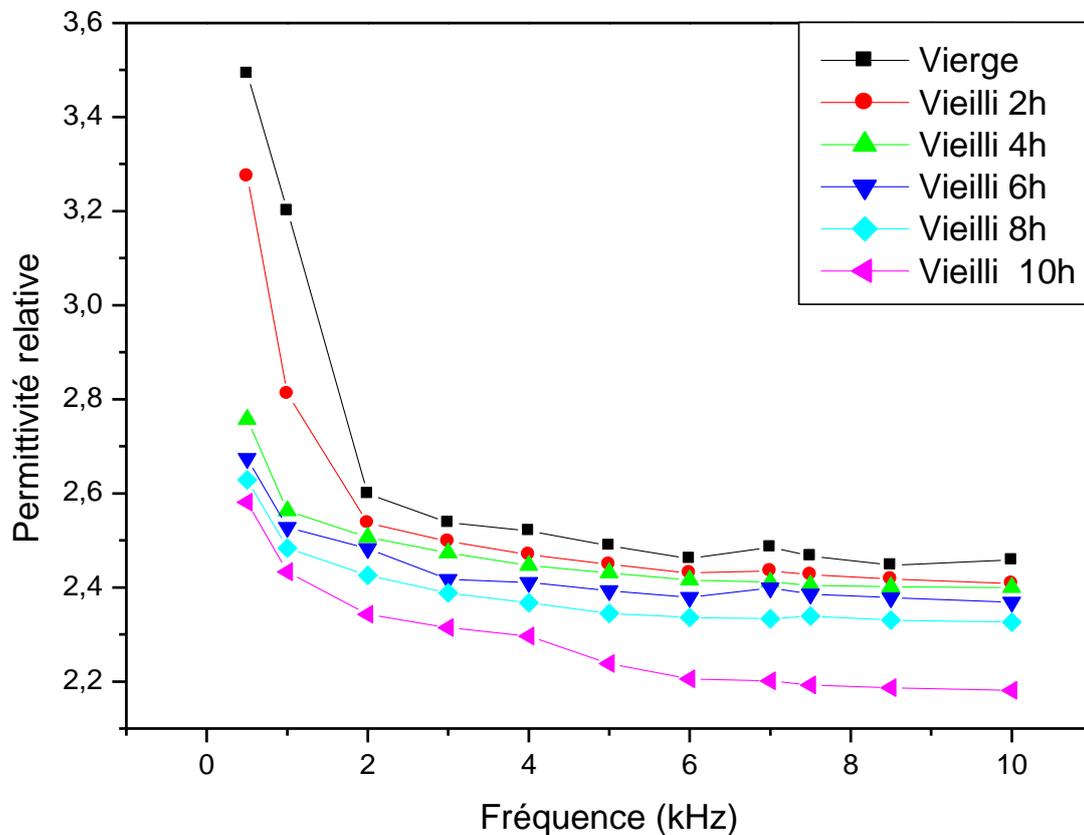
Nous constatons que  $\text{tg}\delta$  diminue avec l'augmentation de la fréquence et il augmente avec la durée d'application de la contrainte (champ électrique). Le facteur de pertes diélectriques décrit l'équilibre entre les comportements visqueux et élastique dans un polymère et son évolution pendant le vieillissement montre alors la recombinaison des chaînes comprenant la réticulation. L'augmentation de la valeur de facteur de dissipation caractérise une augmentation de la mobilité macromoléculaire due aux scissions de chaînes.[23]

**III-7-4-3 Influence de la fréquence sur résistivité du PMMA**

**Figure III.15 :** Variation de la résistivité du PMMA en fonction de la fréquence pour différentes durées de vieillissement

La figure (III.15) représente la variation de la résistivité en fonction de la fréquence et de la durée d'application de la contrainte. Nous remarquons que la résistivité diminue avec l'augmentation de la fréquence. Nous constatons que l'augmentation de la durée de vieillissement s'accompagne d'une diminution de la résistivité. Ce la peut être expliqué par l'injection des porteur de charge par les électrodes.[29]

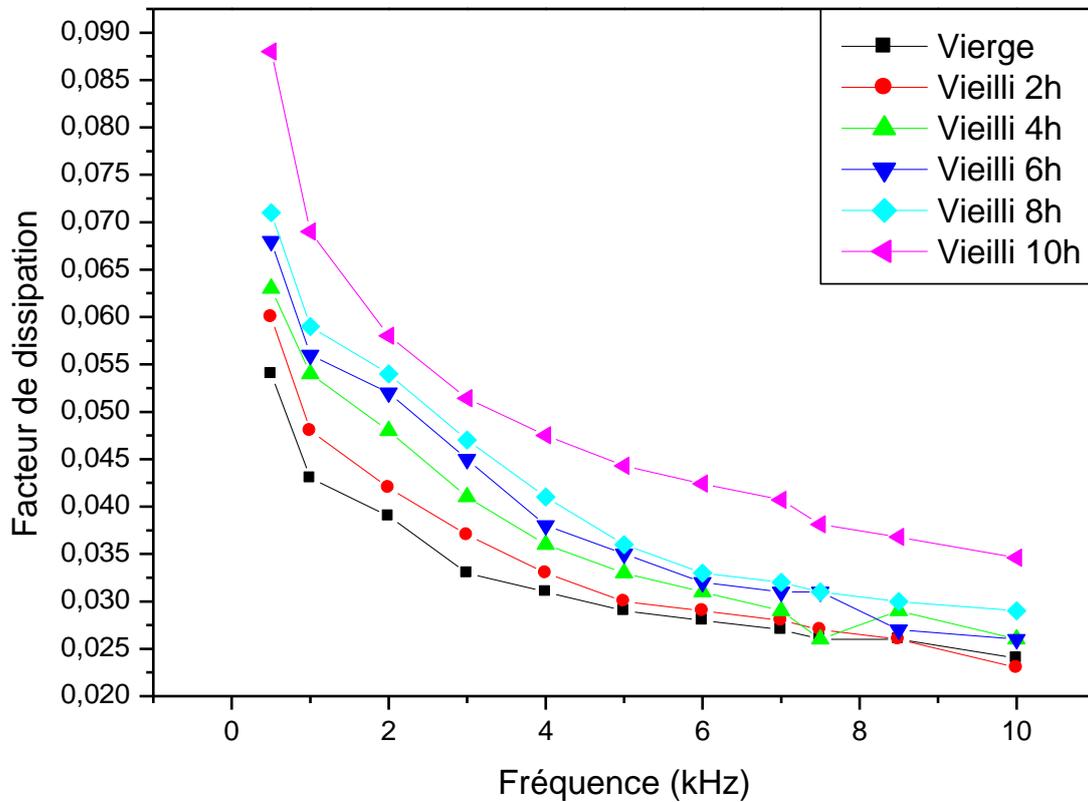
## III-7-4-4 Influence de la fréquence sur la permittivité relative du PVC



**Figure III.16 :** Variation de la permittivité relative du PVC en fonction de la fréquence pour différentes durées de vieillissement

Nous remarquons que la permittivité diminue avec l'augmentation de la fréquence. Nous constatons que l'augmentation de la durée de vieillissement s'accompagne d'une diminution de la permittivité. Ce la peut être expliqué par le réarrangement de la structure moléculaire et le phénomène de réticulation [29].

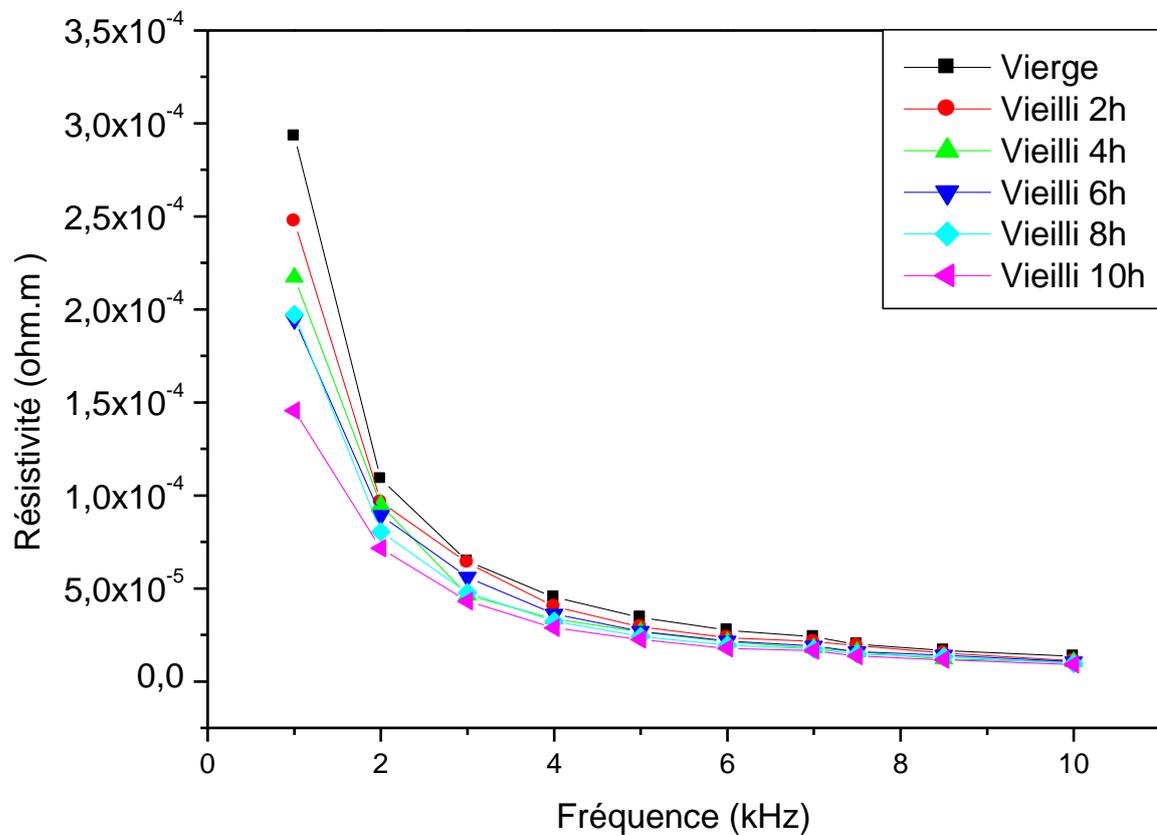
### III-7-4-5 Influence de la fréquence sur le facteur de dissipation du PVC



**Figure III.17** Variation des pertes diélectriques du PVC en fonction de la fréquence pour différentes durées de vieillissement

La figure (III.17) représente la variation du facteur de dissipation en fonction de la fréquence et de la durée d'application de la contrainte. Nous constatons que les pertes diélectriques  $\text{tg}\delta$  diminuent avec l'augmentation de la fréquence et il augmente avec la durée d'application de la contrainte (champ électrique). L'élévation du facteur de pertes diélectriques peut être expliquer par la diminution de la viscosité du polymère, donc à une grande mobilité macromoléculaire, et au phénomène d'oxydation qui conduit à la formation de composés carbonylés[30]

## III-7-4-6 Influence de la fréquence sur la résistivité du PVC



**Figure III.18 :** Variation de la résistivité du PVC en fonction de la fréquence pour différentes durées de vieillissement

La figure (III.18) représente la variation de la résistivité en fonction de la fréquence et de la durée d'application de la contrainte. Nous remarquons que la résistivité diminue avec l'augmentation de la fréquence. Nous constatons que l'augmentation de la durée de vieillissement s'accompagne d'une diminution de la résistivité. Ce la peut être expliqué par l'injection des porteur de charge par les électrodes [30].

### III-8 Conclusion

Dans ce chapitre on a décrit les méthodes expérimentales. Elles comprennent la préparation des échantillons, les dispositifs de mesure ainsi que les méthodes de caractérisation physico-chimique et électriques, à savoir la résistivité transversale, la constante diélectrique et le facteur de pertes diélectriques, puis nous avons tenté d'interpréter les résultats obtenus.

La dégradation de la surface a été mise en évidence par les différentes techniques d'analyse utilisées. Les images obtenues au microscope électronique à balayage (MEB) confirment que la surface du solide isolant a subi des dégradations. L'analyse FTIR a mis en évidence la présence de groupements OH et également de bandes d'énergie associées à des groupements chimiques tels que C=O et C-O. Les modifications relevées sur les résistivités volumiques montrent que l'action de la décharge semble se répercuter à l'intérieur du matériau et non à sa surface uniquement et il est bien connu que la variation de la résistivité a une incidence sur la rigidité diélectrique.

### Conclusion générale

A l'issue du présent travail, nous avons pu mettre en évidence l'action de la décharge couronne sur les surfaces environnantes, et cela en utilisant les différentes techniques physico-chimiques pour l'analyse des dégradations subies par les solides isolants sous l'action de ces décharges.

Des diverses expériences que nous avons réalisées, il ressort que la décharge couronne de par sa réactivité, agit sur les surfaces des isolants solides.

Les analyses physico-chimiques ont montré que la morphologie de la surface est affectée par la décharge couronne. Les résultats de l'analyse au microscope électronique à balayage indiquent une nette modification des surfaces des polymères étudiés. L'exposition d'une surface aux décharges couronne donne des effets dont la consistance est liée à la durée de cette exposition. Les deux types d'échantillons utilisés ont montré des phénomènes de dégradation, que ce soit pour le PMMA ou le PVC.

Les modifications relevées sur les permittivités, les résistivités et le facteur de perte montrent que l'action de la décharge semble se répercuter à l'intérieur du matériau et non à sa surface uniquement. La variation des caractéristiques électriques a une incidence sur la rigidité diélectrique, c'est-à-dire sur le niveau d'ionisation qui est le résultat d'injection des porteurs de charges par les électrodes.

# Résumé

L'objectif de cette étude était de contribuer à la caractérisation des polymères soumis à des décharges couronnes.

Pour cela on a donné des généralités sur les polymères à savoir : leurs classifications, leurs domaines d'utilisation, leur architecture, leurs synthèses, et en fin nous avons donné les différents types de polymères. Une connaissance des différents types de caractérisations des polymères était nécessaire, que se soient : la caractérisation électrique, physico-chimique, mécanique, et en fin thermique.

Par la suite, nous avons fait l'étude expérimentale qui consistait à soumettre des polymères, le PVC et le PMMA dans notre cas, à des décharges couronnes et des décharges volumiques. Une analyse topographique a été faite sur les échantillons ainsi vieillis, par le biais du microscope électronique à balayage et l'analyse FTIR. Une analyse par la spectroscopie d'impédance est faite pour voir l'influence de la fréquence sur la permittivité relative, le facteur de dissipation, et en fin la résistivité des deux polymères et ce pour différentes durées.

En fin, nous avons pu constater que les décharges couronnes modifient considérablement la structure des polymères et peuvent même causer leurs ruptures définitives, et les décharges volumiques ont une influence sur les différentes caractéristiques électriques des polymères que se soit la permittivité relative, le facteur de dissipation ou bien la résistivité.

La comparaison entre les deux polymères utilisés nous amène à conclure qu'ils sont tout les deux bons pour l'isolation et qu'ils présentent pratiquement les mêmes caractéristiques, mais le PVC est plus économique que le PMMA et il est plus disponible sur le marché.

## Mots clés

Polymère

Décharge

Couronne

Propriétés électriques

Résistivité superficielle

Rigidité diélectrique

Permittivité

Facteur de dissipation diélectrique

Physico-chimique

Caractérisation

Spectroscopie infrarouge « FTIR »

Microscope électronique à balayage

PMMA

PVC

Spectroscopie d'impédance

Fréquence

Permittivité relative

Facteur de dissipation

Résistivité