

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET PUBLIQUE  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE  
SCIENTIFIQUE  
UNIVERSITE DE MOHAMED BOUDIAF – M'SILA  
FACULTE DE TECHNOLOGIE  
DEPARTEMENT DE GENIE ELECTRIQUE



MEMOIRE DE FIN D'ETUDES EN VUE DE L'OBTENTION DU DIPLÔME DE  
MASTER EN GENIE ELECTRIQUE  
SPECIALITE : RESEAUX ELECTRIQUES

**THEME**

---

***Influence Du Vieillissement Electrique Sur Les Propriétés D'un Polymère  
Isolant Utilisé Dans Le Transport D'énergie Electrique***

---

Proposé et dirigé par :

Présenté par :

**M. Hani BENGUESMIA  
M. El Hadi BELHITECHE**

**Mohammed Ettayib MEGUIRECHE**

**Anne Universitaire : 2015/2016**

**N° d'ordre : REs\_229**

# Dédicace

A mes *parents* qui m'ont toujours soutenu et m'ont permis d'arriver là où je suis aujourd'hui. Aucun mot n'est assez fort pour vous témoigner toute ma reconnaissance, alors simplement **MERCI POURTOUT**, mais je suis sûr qu'au fond de vos cœurs vous savez combien je vous aime.

A mes sœurs, *maram et soumia*, A mon frère, *sami* vous êtes la joie de notre famille,

merci pour l'ensemble des moments que nous passons ensemble.

A ma grande famille : mes grands-parents, mes oncles, mes tantes, mes cousins, mes cousines et leurs familles,

A mes amis

merci pour votre amitié précieuse.

Aux étudiants du Génie Électrique et toute la promotion 2016.

Enfin, j'adresse mes plus sincères remerciements à tous mes proches ; *amel, belkacem, safwan* ..., amis et collègues, qui m'ont toujours soutenue et encouragée au cours de la réalisation de ce mémoire. A tous ceux que je ne peut citer ici mais qui savent combien d'avoir croisé leur route m'a apporté.

# Remerciements

*Nous tenons à remercier tout premièrement Allah le tout puissant pour la volonté, la santé et la patience, qu'il nous a donné durant toutes ces longues années.*

*Ainsi, nous tenons également à exprimer nos vifs remerciements à mes encadrateurs Mr BELHITTECH et Mr BENGUESMI pour avoir d'abord proposé ce thème, pour suivi continuel tout le long de la réalisation de ce mémoire et qui n'a pas cessé de nous donner ses conseils.*

*Nous tenons à remercier vivement toutes personnes qui nous ont aidé à élaborer et réaliser ce mémoire et spécialement, ainsi à tous ceux qui nous a aidés de près ou de loin à accomplir ce travail.*

*Nous remercions également Dr. BENSLIMANE Enseignante à l'université de M'sila, Mr. CHOUCHEU Enseignant à l'université de M'sila, Mr. RAHALI Enseignant à l'université de M'sila pour ses conseils durant le poster, ses encouragements et ses qualités humaines.*

*Nos remerciements vont aussi à tous les enseignants et le chef de département Génie électrique qui a contribué à notre formation Par ailleurs, Nos remerciements s'adressent à tous les membres du jury qui ont accepté de juger notre travail.*

*En fin, nous tenons à exprimer notre reconnaissance à tous nos amis et collègues pour le soutien moral*

# Table des matières

<i>Table des matières</i> .....	<i>i</i>
<i>Table des figures</i> :.....	<i>v</i>
<i>Introduction Générale</i> .....	<i>1</i>
<b>Chapitre I : Généralités sur les polymères</b> .....	<b>2</b>
<b>I.2. Définition d'un polymère</b> :.....	<b>2</b>
<b>I.3 Classification des polymères</b> .....	<b>2</b>
I.3.1.Selon l'origine : .....	3
I.3.2.Selon types de polymères : .....	3
I.3.4. Selon l'importance économique : .....	5
<b>I.4. La géométrie de la macromolécule</b> : .....	<b>5</b>
<b>I.5. Architecture des polymères</b> :.....	<b>5</b>
I.5.1.Les polymères à molécules linéaire :.....	5
I.5.2. Les polymères à molécules ramifiées :.....	6
I.5.3. les polymères à molécules réticulés.....	6
<b>I.6. Polymérisation</b> :.....	<b>7</b>
I.6.1. Divers procédés de polymérisation : .....	7
I.6.2. Synthèses des polymères : .....	7
I.6.3.Exemples d'isolants synthétiques (matières plastiques) : .....	9
I.6.3.1.2 Propriétés du PVC .....	10
<b>I.7. Domaine d'utilisation des polymères</b> :.....	<b>10</b>

---

---

<i>Conclusion</i> .....	10
<b>Chapitre II : Vieillissement électrique des polymères</b> .....	11
<b>II.1.Introduction :</b> .....	11
<b>II.2.Vieillissement électrique :</b> .....	11
<b>II.3.Les propriétés électriques des polymères :</b> .....	12
II.3.1.Résistivité superficielle : .....	12
II.3.2 .Rigidité diélectrique : .....	12
II.3.3.Permittivité et facteur de dissipation diélectrique : .....	13
<b>II.4.Caractérisation physico-chimique :</b> .....	14
II.4.1 La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier « FTIR » : .....	14
II.4.2. Principe : .....	14
II.4.3. Détecteur d'infrarouge : .....	15
II.4.4 .Applications : .....	16
<b>II.5.Observation microscopique (MEB) :</b> .....	16
<b>II.5.1.Historique :</b> .....	16
II.5.2. Analyse microscopique : .....	17
II.5.3.Constitution d'un microscope électronique à balayage (MEB) : .....	17
II.4.4. Principe de fonctionnement du MEB : .....	18
II.4.5. Les électrons secondaires : .....	18
II.5.6. Les électrons rétrodiffusés : .....	19
II.5.7. Les rayons X : .....	19
<b>II.6. Propriétés mécaniques :</b> .....	19

---

---

II.6.1. Le module d'élasticité E (module d'Young) : .....	20
<b>II.7. Propriétés thermiques : .....</b>	<b>21</b>
II.7.1. Dilatation thermique : .....	21
II.7.2. Claquage thermique : .....	21
<b>Conclusion : .....</b>	<b>22</b>
<b>Chapitre III : Matériaux et Méthodes.....</b>	<b>23</b>
<b>III.1. Introduction : .....</b>	<b>23</b>
<b>III.2. Présentation du matériau utilisé : .....</b>	<b>23</b>
III.2.1. le polychlorure de vinyle (PVC) : .....	23
III.2.2. Formule molécule de PVC : .....	23
III.2.3. Caractéristiques et propriétés d'usage du PVC : .....	23
III.2.4. Fabrication du PVC : .....	25
III.2.5. Utilisation du PVC : .....	25
<b>III.3. Préparation des échantillons : .....</b>	<b>26</b>
<b>III.4 Mesure de propriétés diélectriques : .....</b>	<b>26</b>
<b>III.5. Présentation du laboratoire de haute tension : .....</b>	<b>27</b>
III.5.1. Les électrodes : .....	29
<b>Conclusion.....</b>	<b>30</b>
<b>Chapitre IV : Résultats de l'étude expérimentale .....</b>	<b>31</b>
<b>IV.1 Introduction : .....</b>	<b>31</b>
<b>IV.2 Propriétés diélectrique du PVC : .....</b>	<b>31</b>
IV .2.1 La permittivité diélectrique : .....	31

---

IV.2.2 Facteur de pertes diélectriques : .....	32
IV.2.3 Résistivité superficielle : .....	33
<b>IV.3. Observation au microscope électronique à balayage (MEB) : .....</b>	<b>34</b>
<b>IV.4. Analyses FTIR : .....</b>	<b>36</b>
<b>IV.5. Etude de l'hydrophobicité : .....</b>	<b>38</b>
IV.5.1.Principe de la mesure : .....	38
IV.5.2. Mesure de l'angle de contact : .....	38
IV.5.3. Travail d'adhésion : .....	40
<b>Conclusion .....</b>	<b>41</b>
<i>Conclusion générale</i> .....	42
<i>Références bibliographiques</i> .....	43

**Table des figures :***Chapitre I*

Figure. I. 1: la formation de polyéthylène par polymérisation des monomères de l'éthylène.....	2
Figure. I. 2: Structure moléculaire d'un copolymère statistique.....	3
Figure. I. 3: Structure moléculaire d'un copolymère alterné.....	3
Figure. I. 4: Structure moléculaire d'un copolymère séquencé [6].....	3
Figure. I. 5: Structure moléculaire d'un copolymère greffé.....	4
Figure. I. 6: représentation de la chaîne d'un polymère linéaire.....	6
Figure. I. 7: représentation schématique d'un polymère bidimensionnel : le carbone graphite.....	6
Figure. I. 8 : représentation schématique d'un polymère tridimensionnel.....	6
Figure. I. 9: Chlorure de vinyle.....	9

*Chapitre II*

Figure. II. 1: Arborescence électrique observée dans le volume d'une résine époxy en configuration pointe/plan à laquelle a été superposée la théorie de la percolation de A. K. Joncher & R. Lacoste [13]. .....	11
Figure. II. 2: Dimensions des électrodes.....	12
Figure. II. 3: diagramme de Fresnel pour un condensateur contenant un diélectrique imparfait.[15]..	14
Figure. II. 4: Schéma de principe d'un spectromètre FT-IR.....	15
Figure. II. 5: L'interféromètre de Michelson et chemin optique dans le Spectromètre TF-IR.....	16
Figure. II. 6: Schéma de principe d'un microscope électronique à balayage (MEB).....	18
Figure. II. 7: Signaux produits par l'interaction d'un électron primaire avec l'échantillon.....	19
Figure. II. 8: Diagramme contrainte-déformation.....	20

*Chapitre III*

Figure. III. 1: polychlorure de vinyle.....	23
Figure. III. 2: Tableaux de fabrication du PVC.....	25
Figure. III. 3: Dispositif expérimental.....	26
Figure. III. 4: La spectroscopie d'impédance ( LCR mètre ).....	27
Figure. III. 5: Laboratoire haut tension.....	28
Figure. III. 6: Pupitre de commande.....	28
Figure. III. 7: Transformateur d'essai.....	29
Figure. III. 8: Electrodes utilisées.....	29
Figure. III. 9: Dispositif expérimental.....	30

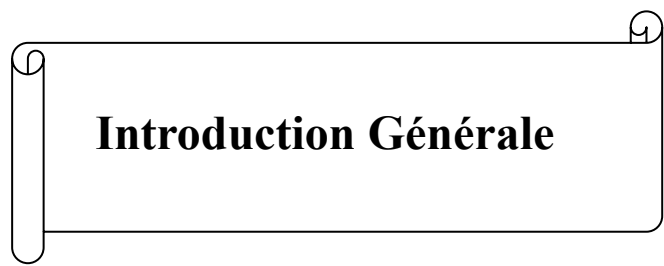
*Chapitre IV*

Figure. IV. 1 : Variation de la permittivité relative du PVC en fonction de fréquence et de temps de vieillissement.....	31
Figure. IV. 2: Variation du facteur de pertes diélectriques du PVC en fonction de la fréquence et de temps de vieillissement.....	32
Figure. IV. 3: la variation de la résistivité en fonction de la fréquence et du temps de vieillissement...	33

## Table Des Figures

---

Figure. IV. 4: Echantillons de PVC : a) Vierges.....	34
Figure. IV. 5: Echantillons de PVC : b) Vieilli pendant 10 heures.....	34
Figure. IV. 6: Microscope Electronique à Balayage (MEB).....	35
Figure. IV. 7: Micrographies MEB du PVC. ....	35
Figure. IV. 8: FTIR – 8400s Shimadzu.....	36
Figure. IV. 9 : Spectres FTIR du PVC.....	37
Figure. IV. 10: Aperçu des longueurs d'ondes d'absorption pour les molécules organiques. ....	37
Figure. IV. 11: Angle de contact et tensions interfaciales. ....	38
Figure. IV. 12: Angle de contact d'une goutte d'eau sur deux échantillons vierge et vieilli 10h.....	39
Figure. IV. 13: Dispositif de mesure de l'angle de contact. ....	39
Figure. IV. 14: Variation de l'angle de contact en fonction de temps de vieillissement. ....	40
Figure. IV. 15: Variation de l'énergie d'adhésion en fonction de temps de vieillissement.....	41



**Introduction Générale**

## Introduction Générale

Les chaînes d'isolateur et câbles électriques de moyenne et haute tension étaient isolés traditionnellement à l'aide de papier. Ces dernières années et vu les différents inconvénients que présente cette isolation, le champ a été laissé aux isolants synthétiques.

Les câbles à isolation synthétique présentent des avantages non négligeables sur les plans technique et économique. Parmi ces avantages nous pouvons citer : la grande facilité de mise en œuvre des câbles, leur volume réduit, leur exploitation aisée et la non nécessité de leur entretien. Outre ces qualités, ils ont de bonnes propriétés électriques et mécaniques ainsi qu'une durée de vie largement supérieure à celle des autres isolants. Ce changement de technologie a permis de passer d'un gradient de service de 15 kV/mm à un gradient de 40 kV/mm, et de diviser par trois les pertes énergétiques [1].

Au cours des différentes phases de fabrication d'un câble, des impuretés de tailles microscopiques et de formes diverses peuvent être piégées dans l'isolant ou créées à l'interface des zones conductrices ou semi-conductrices malgré les précautions prises aussi bien par les fabricants de matières premières que par les constructeurs. Des inhomogénéités dans la structure de l'isolant peuvent être créées au cours de l'extrusion ou du refroidissement de la couche isolante. Ces hétérogénéités induisent des perturbations dans la distribution du champ électrique ainsi qu'un renforcement de ce dernier pouvant conduire à la génération, à plus ou moins long terme, d'arborescences. Ces défauts ou facteurs de vieillissement peuvent conjointement contribuer, en présence des contraintes électriques et thermiques, à la dégradation des propriétés principales du matériau en fonction du temps qui peut, dans certains cas, devenir forte et conduire à la détérioration de l'isolant par rupture diélectrique ou thermique [2].

Une isolation électrique doit supporter, sans défaillance, des contraintes électriques, thermiques et chimiques pendant une durée de vie pouvant aller jusqu'à 40 ans [3]. Pour cela, les essais d'endurance électrique pour avoir une prévision de la durée de vie des matériaux sont recommandés. Ces essais sont destinés à déterminer les changements irréversibles d'importantes propriétés des matériaux isolants en fonction de la contrainte électrique et du temps de vieillissement.

L'objectif de notre travail est l'étude des effets du vieillissement sur les propriétés des isolants solides sous champ électrique. Notre présent travail s'articule autour de quatre chapitres.

Le premier chapitre est consacré à une présentation des généralités sur les polymères, et leur classification.

Dans le deuxième chapitre, nous décrirons les différentes méthodes de caractérisation des isolants solides.

Dans le troisième chapitre, nous expliquerons les techniques expérimentales utilisées dans la caractérisation du polychlorure de vinyle soumis à un vieillissement électrique accéléré.

Le dernier chapitre est réservé à l'interprétation des résultats obtenus dans la partie expérimentale. Nous terminerons notre travail par une conclusion générale et perspective.



## **Chapitre I : Généralités sur les polymères**

# Chapitre I : Généralités sur les polymères

## I.1.Introduction :

Le premier polymère entièrement synthétique, la Bakélite, a été synthétisé la première fois en 1909 par L. Baekeland. 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'utilisation des matériaux polymères nous offre de grands avantages. Par exemple dans le cas d'un câble haut tension, ils sont moins polluants et plus économiques par rapport aux câbles imprégnés et surtout leur principal avantage est leur facilité de production.

L'objectif de ce chapitre est de donner des généralités sur les polymères et également les définitions des différentes structures de ces derniers.

## I.2. Définition d'un 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 où 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.

La figure I.1 présente la formation de polyéthylène par polymérisation des monomères de l'éthylène.

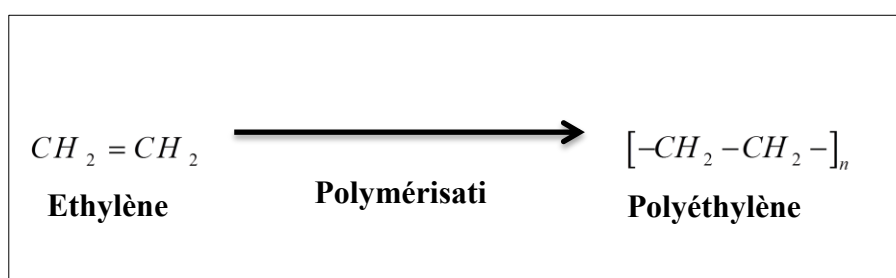


Figure. I. 1: la formation de polyéthylène par polymérisation des monomères de l'éthylène.

## 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) [4].
- **Les polymères synthétiques** : produits dans des réactions de polymérisation en chaîne ou de polycondensation [4].

### I.3.2. Selon types de polymères :

Il existe deux types de polymères :

- Les homopolymères.
- Les copolymères.

#### a. Homopolymères

Les homopolymères sont des polymères qui ne possèdent qu'une seule unité (monomères). Si seulement un type de monomère est utilisé, le polymère résultant est appelé un homopolymère [5]

#### b. Copolymères

Les copolymères sont des polymères qui possèdent plusieurs unités. Comme pour les homopolymères, les copolymères peuvent se présenter en plusieurs structures différentes qui sont les suivantes [5] :

##### b.1. Copolymères statistiques

Ils sont caractérisés par l'alternance aléatoire des monomères A et B (figure I.2)

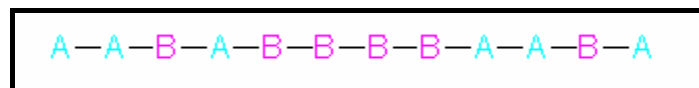


Figure. I.2: Structure moléculaire d'un copolymère statistique.

##### b.2. Copolymères alternés :

C'est un cas limite du copolymère statistique est le copolymère alterné qui est également un matériau homogène à une phase (figure I.3) :

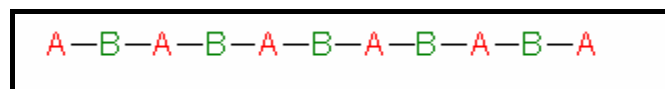


Figure. I.3: Structure moléculaire d'un copolymère alterné.

##### b.3. Copolymères séquencés.

Ce sont des molécules linéaires ou radiales, constituées d'une alternance de longues séquences homogènes (figure I.4).

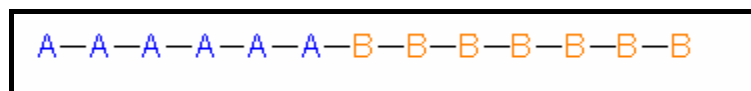


Figure. I.4: Structure moléculaire d'un copolymère séquencé [6].

#### b.4. Copolymères greffés.

Les copolymères greffés sont des copolymères dans lesquels les branches ont une structure chimique différente de celle de la chaîne principale (figure I.6) :

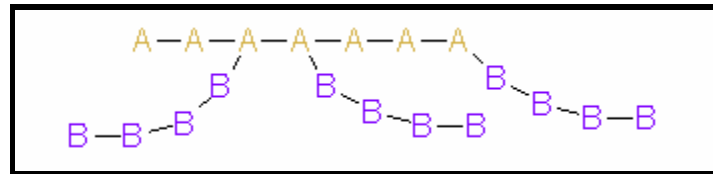


Figure. I.5: Structure moléculaire d'un copolymère greffé.

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 leur 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. Ils ont à un degré plus ou moins grand, une permittivité élevée (3,5 à 10) et un indice de pertes élevé de  $10^{-2}$  à 10. Parmi ces polymères on peut citer :

- 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 polystères.

##### - Les polymères apolaires

Contrairement aux polymères polaires, ces polymères présentent un indice de pertes diélectriques faibles, de l'ordre de  $10^{-4}$  à  $10^{-3}$  et une permittivité quasi constante (2,5 à 3) 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 :

- le polyéthylène PE ;
- le polypropylène PP ;
- le poly (tétrafluoréthylène) PTFE.

### I.3.3. Selon les propriétés :

Une des propriétés mises en cause est l'influence d'une élévation de température. Une autre est le comportement élastique. Il en résulte qu'on distingue trois grandes familles : les thermoplastiques, les thermodurcissables et les élastomères [4].

- **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 [7]

- **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 [7].
- **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 [8].

### I.3.4. 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)

## I.4. La géométrie de la macromolécule :

La géométrie de la macromolécule est caractérisée par l'ordre atomique :

- **L'ordre atomique**

On distingue selon cette caractérisation plusieurs types :

- **polymère amorphe**

Où polymères les atomes sont désordonnés le long de la chaîne du polymère.

- **polymère cristallin**

Suite à certaines conditions tel le refroidissement lent après fusion, les polymères peuvent posséder une structure semi ordonnée et donner lieu à une cristallisation partielle.

## I.5. Architecture des polymères :

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

### I.5.1. Les polymères à molécules linéaire :

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.7.).

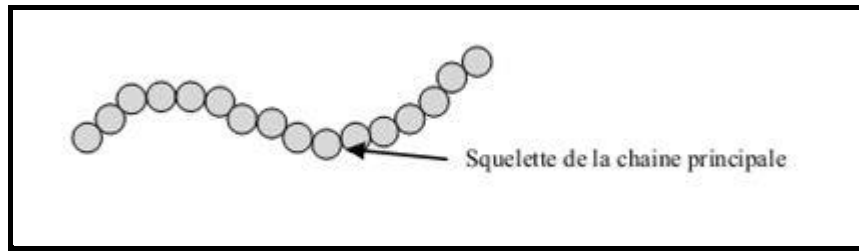


Figure. I.6: représentation de la chaîne d'un polymère linéaire.

### I.5.2. Les 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.7).

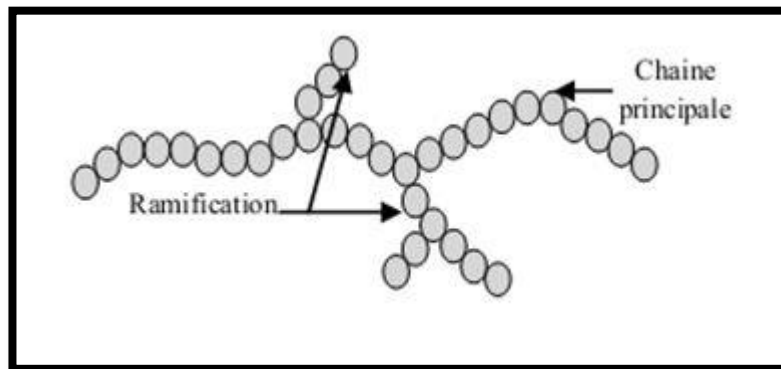


Figure. I.7: représentation schématique d'un polymère bidimensionnel : le carbone graphite

### I.5.3. les 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.8)

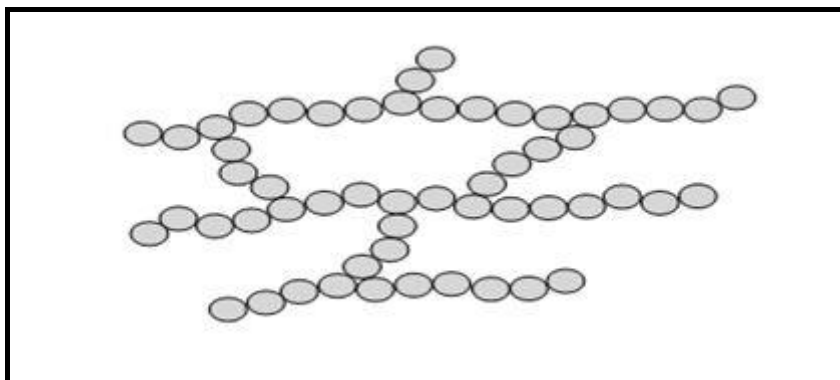


Figure. I.8 : représentation schématique d'un polymère tridimensionnel

## I.6. Polymérisation :

La polymérisation est l'association des monomères sous l'action de la chaleur, de la pression, ou de rayons UV ou de amorceur (catalyseur) qui sont les plus souvent des peroxydes. Cette association peut aussi se produire sans intervention extérieure, mais il faut un temps beaucoup plus long (cela explique que la conservation prolongée de certains monomères est difficile) [9].

### I.6.1. Divers procédés de polymérisation :

Les différents procédés de polymérisation sont :

#### a. Polymérisation en masse.

La polymérisation en masse met en jeu le monomère et un amorceur soluble dans le monomère. Généralement la réaction ne peut avoir lieu que sous des pressions et températures élevées et le polymère obtenu présente une pureté élevée.

#### b. Polymérisation en solution

Dans une polymérisation en solution, le système réactif est constitué du monomère, d'un amorceur soluble dans le monomère et d'un solvant également miscible au monomère. Ce procédé permet d'opérer à des températures plus basses et d'extraire plus efficacement la chaleur de réaction. Comparée à la polymérisation en masse, la polymérisation en solution nécessite une opération supplémentaire : la séparation du polymère et du solvant. Par ailleurs, les impuretés du solvant sont susceptibles de polluer le polymère.

#### c. Polymérisation en émulsion.

Elle est caractérisée par le fait que les substances en présence pour la réaction forment deux phases non miscibles. Le polymère se forme soit dans l'une des phases, soit à la surface de séparation des phases.

#### d. Polymérisation par addition.

On appelle polymérisation par addition (ou polyaddition) l'assemblage de monomères sans formation d'un produit de réaction.

#### e. Polymérisation par condensation.

On parle de polymérisation par condensation ou polycondensation dans le cas où le produit de réaction est formé [8].

### I.6.2. Synthèses des polymères :

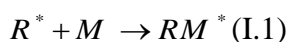
La réaction chimique, ou le procédé, permettant la synthèse de polymères à partir de molécules réactives qui peuvent être des monomères est dite polymérisation. On distingue deux types de réactions chimiques qui permettent la polymérisation de polymères :

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

### ➤ Les polymérisations en chaîne

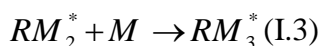
La polymérisation radicalaire suit un mécanisme de réaction en chaîne. L'espèce active est un radical libre, elle s'applique à un grand nombre de monomères. Cette polymérisation comporte trois étapes essentielles : l'amorçage, la propagation et la terminaison de chaînes. [10]

- **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  $RM^*$

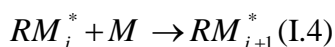


- **Propagation :** La propagation est la séquence des réactions d'addition du monomère  $M$  sur un centre actif  $RM^*$ , conduisant ainsi à la croissance de la chaîne macromoléculaire.

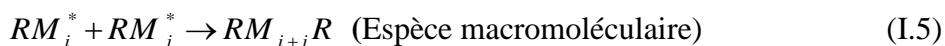
●



.....



- **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



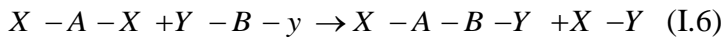
### ➤ Les polymérisations par étapes

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, ...).

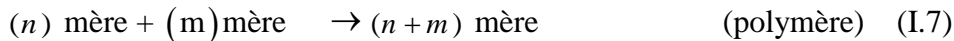
La formation de macromolécules résulte de réactions successives entre deux fonctions chimiques ( $X, Y...$ ) portées par des molécules comportant au moins deux fonctions chimiques. Les réactions se produisent par simple chauffage ou en présence de catalyseur ; elles s'arrêtent lorsque l'on refroidit 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  $H_2O$  un alcool ou  $HCl...$ , sont appelées réactions de polycondensation.

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



Monomère + monomère  $\rightarrow$  dimère bifonctionnel



### I.6.3.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.6.3.1.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.9. 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 [9].

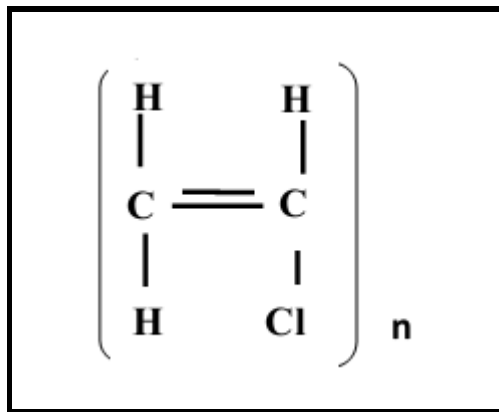


Figure. I.9: Chlorure de vinyle.

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. [11]

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 de soudage aisément.

#### I.6.3.1.1.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.6.3.1.2 Propriétés du PVC :**

Le PVC est très polyvalent. A l'état brut, le PVC est sensible à l'action du rayonnement ultraviolet (Vieillissement accéléré). Les fabricants ajoutent au mélange des photo-stabilisants 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.6.3.1.3 Utilisation du PVC**

Il est utilisé comme gainage et isolant de câbles d'énergie électrique jusqu'à 10 kV environ et des câbles de télécommunications basse fréquence [11].

### **I.7. 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).[4]

## **Conclusion**

Dans ce chapitre nous avons donné quelques généralités sur les polymères qui sont des isolants solides présentant de bonnes propriétés physico-chimiques qui les rendent plus utilisés dans les domaines de l'industrie. En pratique aucun isolant n'est parfait, c'est pourquoi il est nécessaire de définir certaines propriétés comme la rigidité diélectrique, ainsi que les différents types de caractérisation, c'est l'objet du chapitre suivant.

## **Chapitre II : Vieillessement électrique des polymères**

## Chapitre II : Vieillessement électrique des polymères

### II.1.Introduction :

Le vieillissement pose des problèmes de plus en plus importants dans l'utilisation grandissante des polymères. Il se traduit au niveau des matériaux par des modifications de structure et par des coupures de chaînes macromoléculaires

### II.2.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 (arborescences électriques) des isolants en présence d'humidité, d'impuretés ioniques sous l'influence de la température. Des réactions électrochimiques peuvent également conduire à une dégradation des propriétés du matériau. Dans certaines circonstances il peut apparaître des arborescences électrochimiques. Les différentes étapes du processus sont [12] (figure II.1)

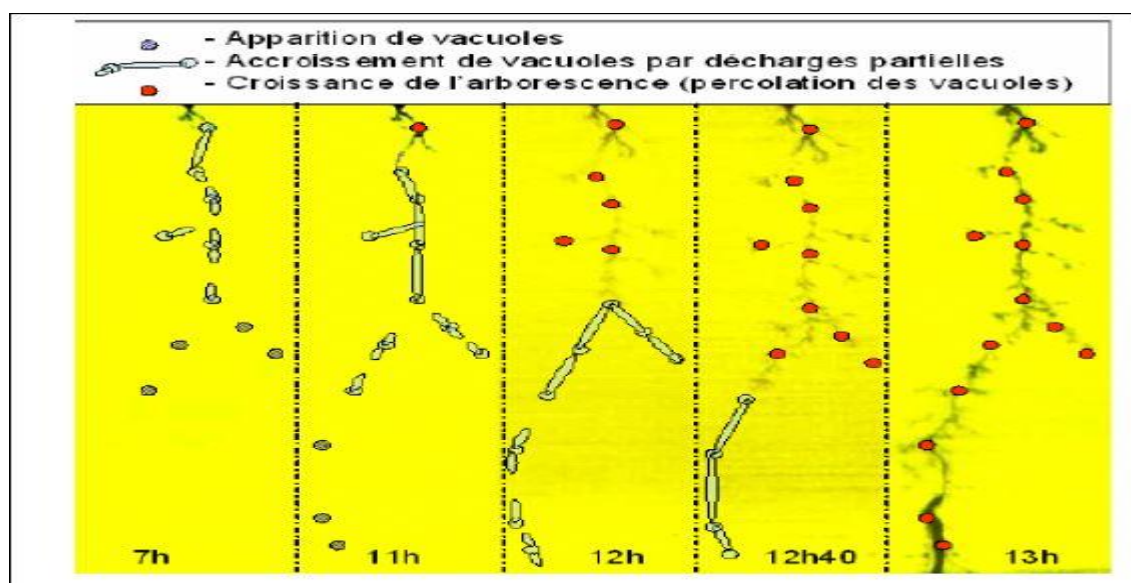
**Etape 1 :** Le matériau est en équilibre sous champ faible ou nul. En moyenne, le champ électrique n'a aucune action sur la structure : s'il y a création de défauts, ils le sont sous forme métastable. La structure peut donc revenir à son état initial.

**Etape 2 :** Le champ est suffisant pour créer de nouveaux défauts à partir de défauts initiaux de façon irréversible. Ce processus entraîne une augmentation de la densité de charges au sein du matériau

**Etape 3 :** Sous l'action combinée du champ électrique et du temps, la densité de défauts est telle que la probabilité pour qu'ils se groupent en amas n'est pas nulle.

**Etape 4 :** Les porteurs dont le libre parcours moyen est de plus en plus grand, au sein de ces amas, sont susceptibles d'acquérir des énergies importantes donc de produire des défauts de dimensions plus importantes qui peuvent apparaître sous forme d'arborescences par exemple.

**Etape 5 :** La rupture se fait selon un mécanisme de percolation entre les amas des défauts.



**Figure. II.1:** Arborescence électrique observée dans le volume d'une résine époxy en configuration pointe/plan à laquelle a été superposée la théorie de la percolation de A.K. Joncher & R. Lacoste [13].

Le développement des polymères de synthèse a permis l'élaboration de matériaux possédant des propriétés spécifiques. Dans ce chapitre on présente quelques caractéristiques, telles que les caractéristiques électriques, mécaniques, physiques, thermiques et physico-chimiques des matériaux et les différentes méthodes de caractérisation.

## II.3. Les propriétés électriques des polymères :

### II.3.1. 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. (Figure II.2)

La résistivité superficielle est calculée par la relation:

$$\rho_s = R_s \cdot \frac{P}{g} \quad (\text{II.1})$$

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.

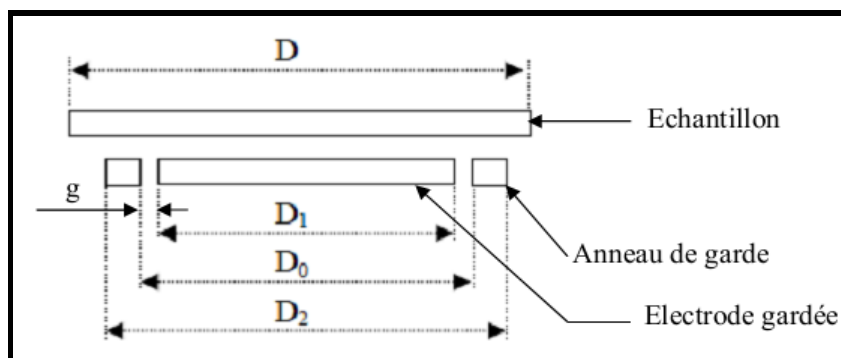


Figure. II.2: Dimensions des électrodes

Pour que les polymères puissent être utilisés comme isolants ils doivent avoir une résistivité élevée, supérieure à  $10^9 \Omega \cdot \text{cm}$  [14].

### II.3.2. 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.

Dans un système d'électrodes plan-plan, le champ électrique  $E$  est calculé par la formule suivante :

$$E = U / d \quad (\text{II.2})$$

Avec :

$U$  : la tension appliquée à l'isolant (kV)

$d$  : épaisseur de l'isolant (mm).

### II.3.3. 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 :

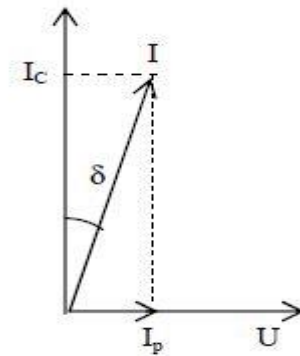
$$\epsilon_r = C_x / C_v \quad (\text{II.3})$$

La permittivité absolue  $\mathcal{E}$  est le produit de la permittivité relative  $\epsilon_r$  par la permittivité du vide  $\mathcal{E}_o$  :

$$\mathcal{E} = \epsilon_r \mathcal{E}_o \quad (\text{II.4})$$

Avec : ( $\mathcal{E}_o = 8,85 \cdot 10^{-12}$  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  $tg \delta$  (figure II.3) [15].



**Figure. II.3: diagramme de Fresnel pour un condensateur contenant un diélectrique imparfait.[15]**

Avec :

$I_c$  : Courant de charge

$I_p$  : Courant de perte d'énergie dans de diélectrique (dues à la polarisation).

$$\operatorname{tg} \delta = \varepsilon_r / \varepsilon_0 \quad (\text{II.5})$$

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.4.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.4.1 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.4).[16]

### II.4.2. 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. Ce dernier 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, quel que soit leur état physique en surface.

### II.4.3. 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.

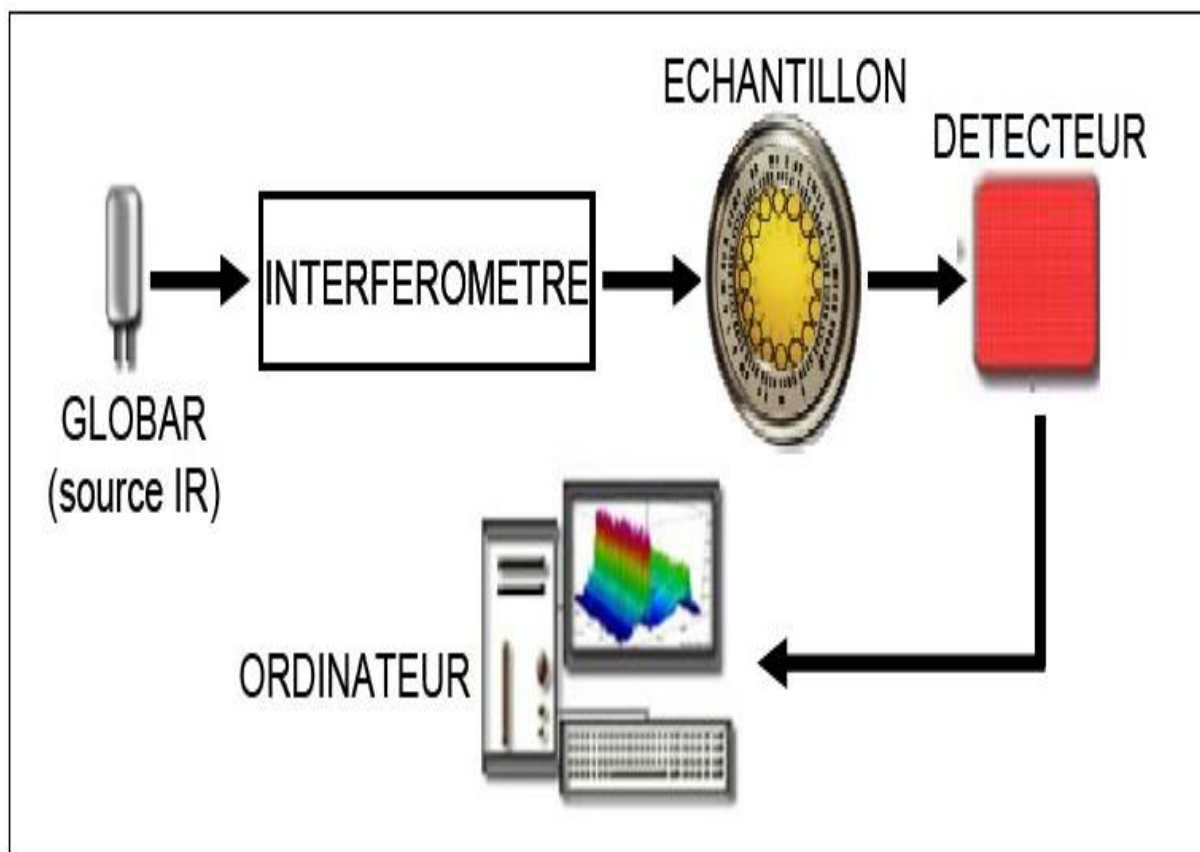


Figure. II.4: Schéma de principe d'un spectromètre FT-IR

#### L'interféromètre

La figure II.5 Montre l'exemple de l'interféromètre de Michelson

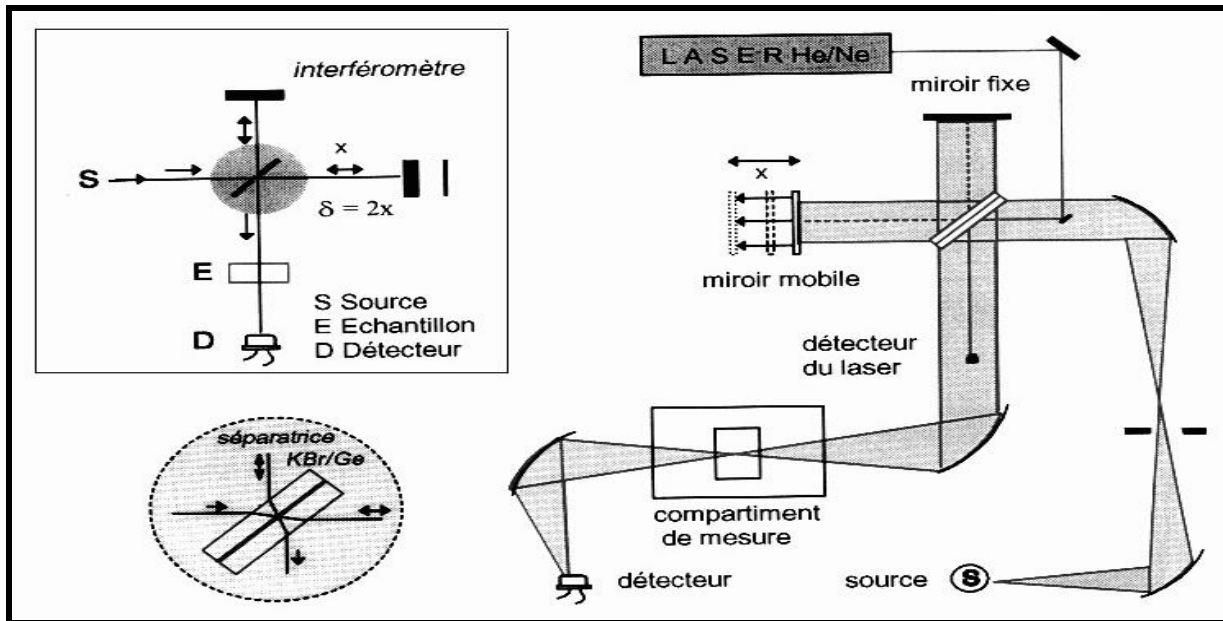


Figure. II.5: L'interféromètre de Michelson et chemin optique dans le Spectromètre TF-IR

#### II.4.4 .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.5.Observation microscopique (MEB) :

#### II.5.1.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.5.2. 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.5.3. Constitution d'un microscope électronique à balayage (MEB) :**

La figure II.6 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.

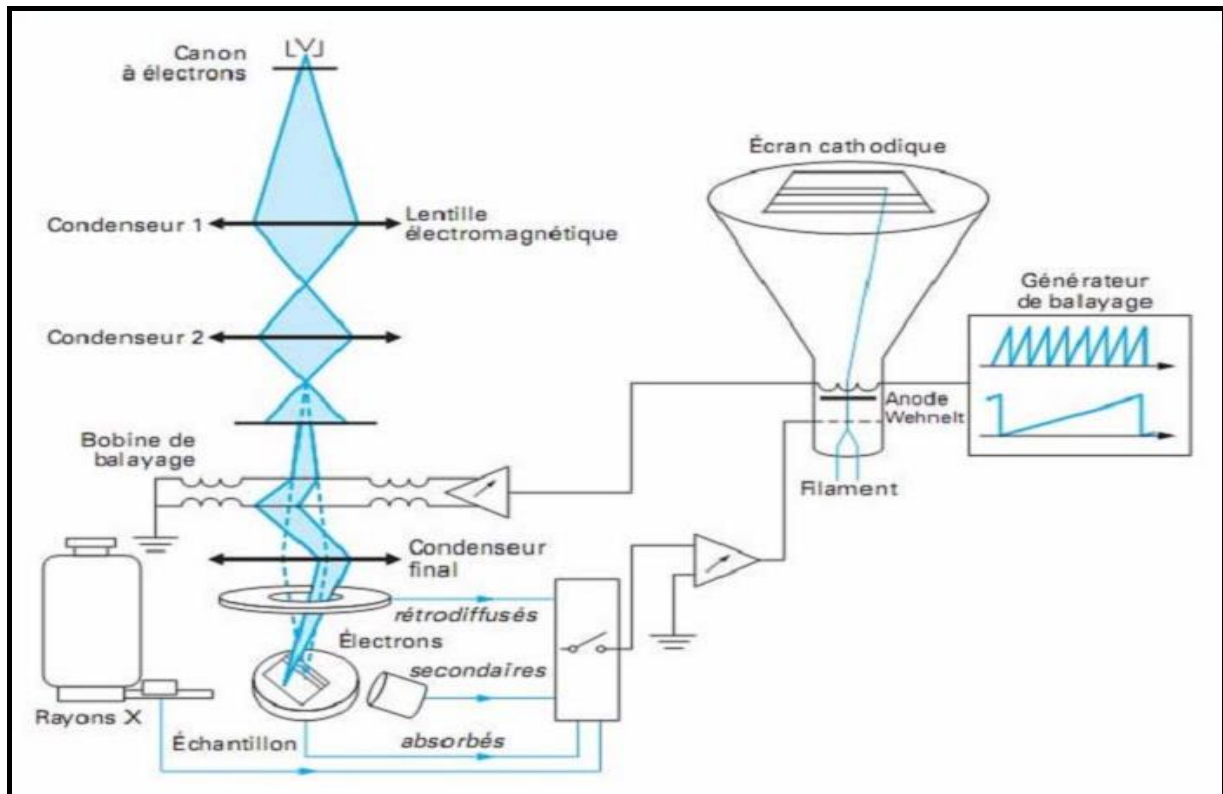


Figure. II.6: Schéma de principe d'un microscope électronique à balayage (MEB)

#### II.5.4. 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.7). 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.5.5. 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.

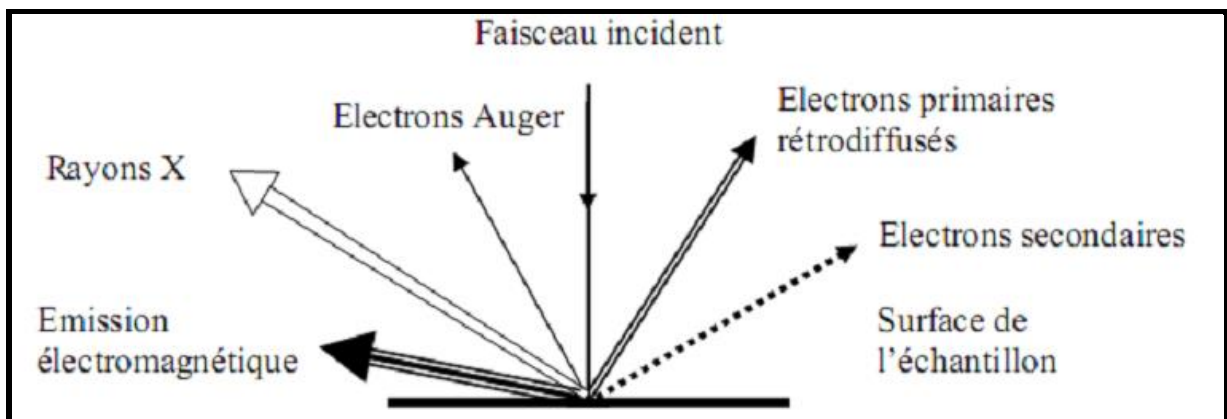
À chaque point d'impact correspond un signal électrique. L'intensité de ce signal électrique dépend à la fois de la nature de l'échantillon au point d'impact et de la topographie de l'échantillon au point considéré. Ainsi, en balayant le faisceau sur l'échantillon, on obtient une cartographie de la zone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

### II.5.6. 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.5.7. 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.7: 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.6. 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.

### II.6.1. Le module d'élasticité $E$ (module d'Young) :

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.

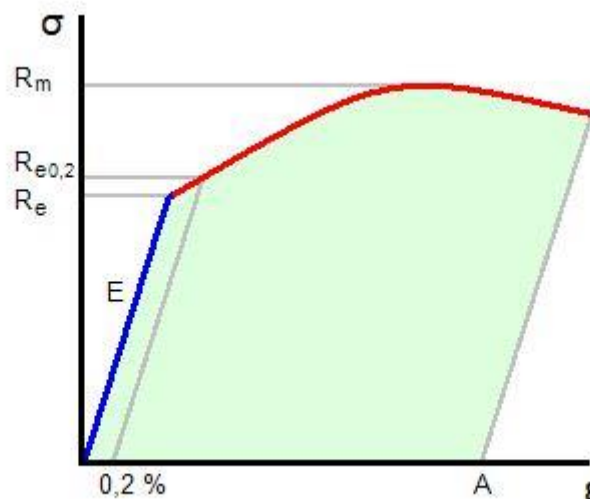
Le physicien britannique Thomas Young (1773-1829) avait remarqué que le rapport entre la contrainte de traction appliquée à un matériau et la déformation qui en résulte (un allongement relatif) est constant, tant que cette déformation reste petite et que la limite d'élasticité du matériau n'est pas atteinte.[17]

La loi d'élasticité est la loi de Hooke :

$$\Sigma\sigma = E\varepsilon \quad (\text{II.6})$$

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.8: 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.

## II.7. 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.7.1. 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 :

$$L = L_0 \{1 + \alpha(T - \Delta T_0)\} \quad (\text{II.7})$$

$\alpha$  : coefficient de dilatation linéaire.

$L$  : longueur d'un échantillon dilaté à  $T$ .

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

### II.7.2. 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 possibilités 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), cela nous donnera une meilleur compréhension sur le comportement des matériaux soumis à une contrainte externe (champ électrique, température, humidité ...etc.).

Dans le chapitre suivant, nous décrirons en détail la préparation des échantillons qu'on va utiliser, ainsi que le montage expérimental et les conditions dont lesquelles s'effectueront les essais.

A decorative horizontal border with a scroll-like appearance on the left and right sides, containing the chapter title.

## **Chapitre III : Matériaux et Méthodes**

## Chapitre III : Matériaux et Méthodes

### III.1.Introduction :

Dans notre travail on s'intéresse au vieillissement électrique du polychlorure de vinyle (PVC) qui est largement utilisé dans le monde industriel notamment en génie électrique comme isolant.

Dans ce chapitre nous présentons ce matériau, ainsi que les montages expérimentaux utilisés pour les mesures lors des essais.

### III.2.Présentation du matériau utilisé :

#### III.2.1. le polychlorure de vinyle (PVC) :

La première découverte de PVC par E. Baumann date de 1872[18]. Ce polymère est largement utilisé dans le monde industriel, il se classe en deuxième position après le polyéthylène. La large utilisation du PVC dans la fabrication des câbles moyenne tension, comme isolant et matériau de gaine de protection revient, d'une part à son faible coût de revient et d'autre part à ses bonnes qualités d'isolation électrique. La souffrance de ce matériau de la mauvaise stabilité thermique, freine son utilisation comme un isolant dans les câbles HT.

#### III.2.2.Formule molécule de PVC :

Le PVC a pour formule chimique  $(\text{CH}_2\text{CHCl})_n$  (figure III.1). Il est obtenu par polymérisation radicalaire du monomère chlorure de vinyle  $\text{CH}=\text{CHCl}$ . [19]

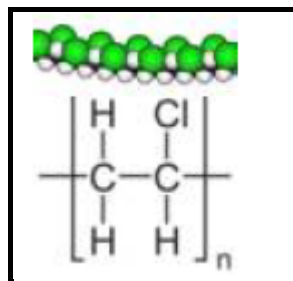


Figure. III.1: polychlorure de vinyle

#### III.2.3. Caractéristiques et propriétés d'usage du PVC :

##### ➤ Caractéristiques :

Le PVC offre une excellente résistance au vieillissement, aux agressions chimiques, aux rayons ultraviolets, à la corrosion, aux chocs et à l'usure ; il est léger et a de bonnes propriétés d'isolation électrique, thermique et phonique. Grâce à cette résistance, 65% des articles fabriqués en PVC ont des durées de vie supérieures à 15 ans, 24% entre 2 et 15 ans, 12% de moins de 2 ans. [20].

##### ➤ Comportement au feu :

Le PVC se décompose dans une flamme en libérant de l'acide chlorhydrique gazeux mais il est auto extinguable. Les PVC plastifiés brûlent plus facilement. [21]

### ➤ Propriétés physico-chimiques :

Le PVC est un polymère atactique donc essentiellement amorphe, mais il arrive que, localement sur de courts segments de chaînes, le PVC soit syndiotactique et puisse s'organiser en phase cristalline, mais le taux de cristallinité ne dépasse jamais 10 à 15%. [22].

- ✓ La masse volumique des compositions de PVC varie entre 1 et 2 g/cm<sup>3</sup> à la température ambiante. [23].
- ✓ Le PVC transmet mal la flamme, mais sa combustion entraîne le dégagement de gaz corrosifs et de fumées.
- ✓ Thermiquement, il vieillit bien. Plusieurs chercheurs ont apporté leurs contributions à l'étude de vieillissement thermique du PVC [23-25].
- ✓ Il résiste au fluage à température élevée mais il reste aux basses températures.
- ✓ La température de transition vitreuse du PVC est élevée, elle se situe entre 75 °C et 80°C ce qui le rend impropre à de nombreuses applications (câble par exemple) sans l'adjonction de plastifiants. Avec l'emploi de plastifiants, la température de transition vitreuse se situe entre -10 °C et -5 °C. [23].

### ➤ Propriétés électriques

Le PVC a de bonnes propriétés isolantes mais les pertes électriques dans les matériaux sont suffisamment importantes pour permettre le soudage par haute fréquence. [26].

- ✓ Le facteur de pertes diélectriques à 50Hz et 20 °C est de l'ordre de  $15 \times 10^{-3}$ .
- ✓ La constante diélectrique à 50Hz et 20°C est de l'ordre de 3.4.
- ✓ La résistivité transversale est de l'ordre de 1016 Ω.cm.

### ➤ Propriétés mécaniques

- ✓ Le PVC a une bonne résistance à la traction qui est de l'ordre de 5.5 à 6 kgf/mm<sup>2</sup>.
- ✓ L'allongement à la rupture est de l'ordre de 100% pour les produits non plastifiés et 200 à 400% pour les produits plastifiés.

### ➤ Propriétés chimiques :

Le PVC sans plastifiant possède une bonne résistance aux produits chimiques :

Acides, bases, huiles, alcools, hydrocarbures aliphatiques. Par contre, il est sensible aux hydrocarbures aromatiques et chlorés. Le PVC souple est beaucoup plus sensible aux agents chimiques.

### ➤ Propriétés thermiques [27] :

- ✓ Conductivité thermique : elle est d'environ  $0,2 \text{ w.m}^{-1}.\text{k}^{-1}$ .
- ✓ Capacité thermique massique : elle est d'environ  $1046 \text{ J.kg}^{-1}.\text{k}^{-1}$
- ✓ Pouvoir calorifique : il est de 17 kJ/kg environ, pour les PVC non plastifiés et de valeur supérieure mais variable suivant la formulation pour les PVC plastifiés.
- ✓ Température de ramollissement Vicat : La température de ramollissement Vicat pour les PVC non plastifiés se situe entre 65 et 85 °C. pour des mélanges de PVC et de PVC chlorés, elle peut atteindre des valeurs supérieures à 100°C ;
- ✓ Température de fléchissement sous charge : elle ne s'applique qu'aux PVC non plastifiés. Elle varie de 55 à 70 °C :

- ✓ selon les formulations et peut atteindre 90°C.

### III.2.4.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 chlore de vinyle. La polymérisation s'effectue systématiquement en autoclave.

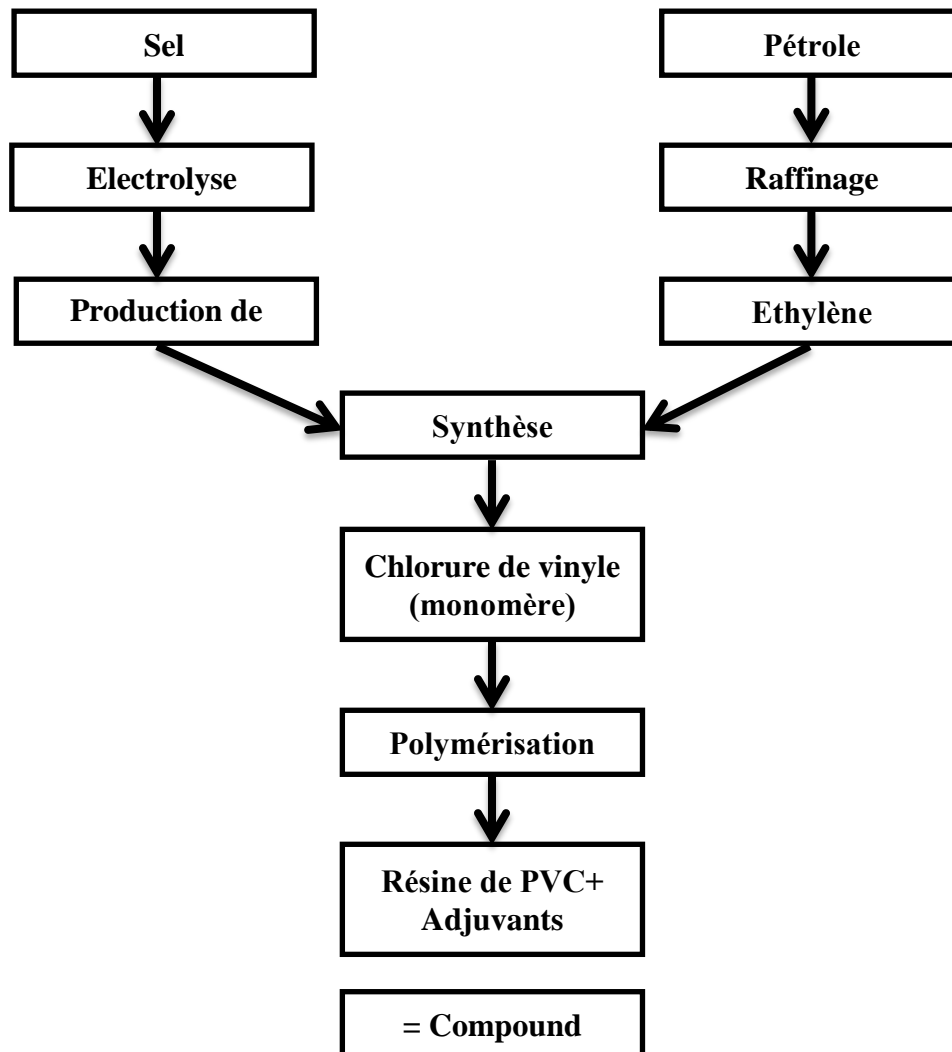


Figure. III.2: Tableaux de fabrication du PVC

### III.2.5. Utilisation du PVC :

Le poly (chlorure de vinyle) connaît encore un taux d'expansion élevé. Dans sa forme rigide, il est très utilisé pour la fabrication de tuyauteries, aisément assemblées au moyen d'un collodion dans le tétrahydrofurane. Cette application est liée à son faible coût, son inertie chimique et sa très bonne résistance au vieillissement à la température ambiante. Il est aussi très utilisé pour l'emballage alimentaire.

Depuis quelques décennies, le PVC trouve de nombreuses applications dans le bâtiment (huisseries) ou il apporte son caractère ignifuge. Les fibres de PVC ; obtenues par filage à sec à partir

de collodions dans le tétrahydrofurane, servent à faire des tissus d'ameublement imputrescibles et auto-ignifuges.

Enfin, le caractère qui nous intéresse dans notre travail est l'isolation électrique. Le PVC est utilisé comme gainage et isolant de câbles d'énergie électrique.

### III.3.Préparation des échantillons :

Dans nos essais, nous avons utilisé des échantillons du PVC en forme de disque de 12 cm de diamètre et 2 mm d'épaisseur, fabriqués spécialement pour la recherche par l'entreprise ENICAB de Biskra.

Le schéma du dispositif expérimental utilisé dans cette étude est représenté sur la figure III.3.

Le système d'électrodes que nous avons utilisé est un système plan-plan pour avoir un champ électrique uniforme, les électrodes sont de forme circulaire de 5cm de diamètre. Le champ est obtenu en alimentant les deux électrodes à l'aide d'une tension alternative délivrée par un transformateur d'essai dont les caractéristiques sont les 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.

Les échantillons ont été vieillis sous un champ électrique de  $7 \text{ kV/mm}$ .

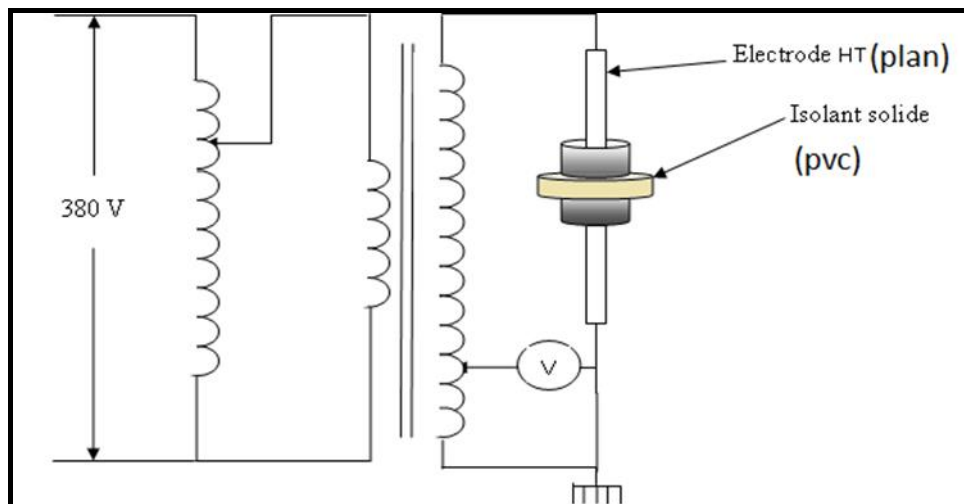


Figure. III.3:Dispositif expérimental

### III.4 Mesure de propriétés diélectriques :

Nous avons étudié la variation de la résistivité, de la permittivité relative  $\epsilon_r$  et le facteur de dissipation  $tg\delta$  (angle de pertes) du polymère en fonction de la durée de la contrainte appliquée (champ électrique uniforme) et de la fréquence. En utilisant un LCR mètre (figure III.4), nous avons mesuré le facteur de dissipation  $tg\delta$ , la capacité C et la résistance R en fonction de la fréquence.



Figure. III. 4: La spectroscopie d'impédance ( LCR mètre )

Nous avons calculé la permittivité relative et la résistivité d'après les équations suivantes :

$$\epsilon_r = \frac{e.C}{S.\epsilon_0} \quad (\text{III.1})$$

Avec :

$e$  : épaisseur de l'échantillon (m)

$C$  : la capacité entre les deux électrodes (C)

$\epsilon_0$  : la permittivité du vide,  $\epsilon_0 = 8,85 \cdot 10^{-12}$  F/m

$S$  : la surface de l'échantillon (m<sup>2</sup>)

$$\rho = \frac{R.s}{e} \quad (\text{III.2})$$

$R$  : la résistance du solide (k $\Omega$ )

### III.5. Présentation du laboratoire de haute tension :

Nous avons réalisé nos essais au laboratoire de haute tension du département d'électrotechnique de l'université mouloud MAMMARI de Tizi-Ouzou. Le laboratoire est équipé d'une cage de Faraday,(figure.III.5), d'un transformateur d'essai figure (III.6), dont les caractéristiques sont les 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. (figure.III.7)



Figure. III.5: Laboratoire haut tension

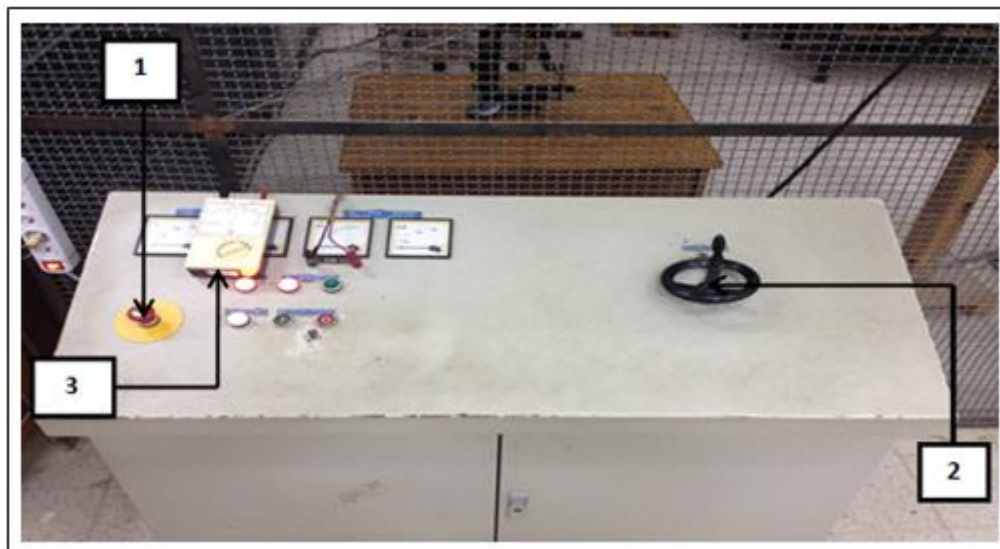


Figure. III.6 : Pupitre de commande

- |   |  |
|---|--|
| 1 | Bouton d'allumage et d'arrêt d'urgence |
| 2 | Curseur pour régler la tension         |
| 3 | Voltmètre                              |



**Figure. III.7: Transformateur d'essai**

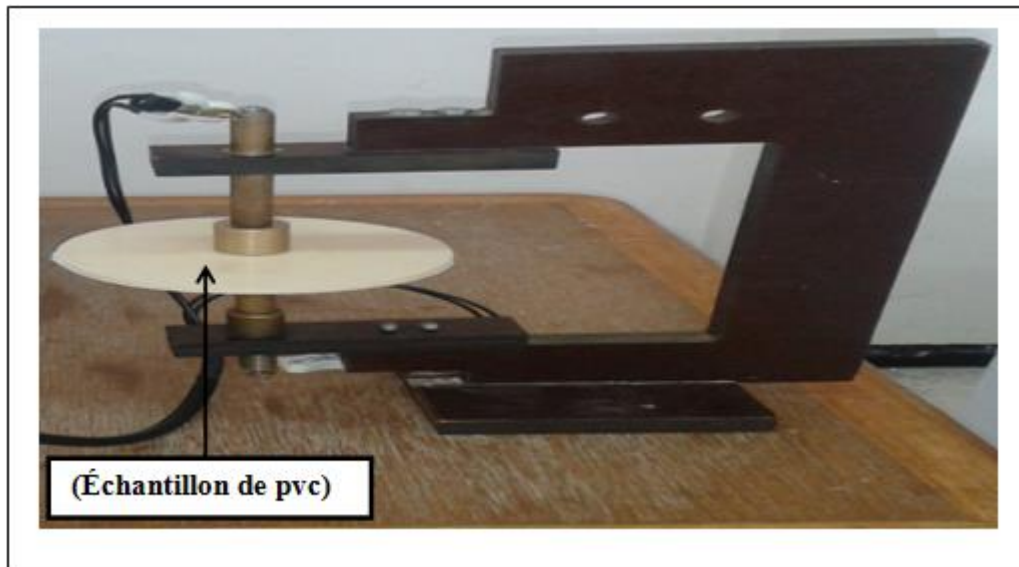
### **III.5.1. Les électrodes :**

Nous avons utilisé les électrodes planes en cuivre de diamètre 5cm, (figure.III.8).

Les deux électrodes sont portées par un support en bakélite (figure.III.9) conçu de façon à avoir l'axe de l'électrode haut tension perpendiculaire à l'électrode mise à la terre.



**Figure. III. 8: Electrodes utilisées**



**Figure. III.9: Dispositif expérimental.**

### **III.6.Conclusion**

Dans ce chapitre on a décrit les méthodes expérimentales, et le matériau utilisé (pvc). Elles comprennent la préparation des échantillons, les dispositifs de mesure ainsi que les méthodes de caractérisation électrique, à savoir la résistivité, la permittivité et le facteur de pertes diélectriques en fonction de la variation de la fréquence et du temps de vieillissement. Puis nous avons présenté le laboratoire de la haute tension de l'université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou.

## **Chapitre IV : Résultats de l'étude expérimentale**

## Chapitre IV : Résultats de l'étude expérimentale

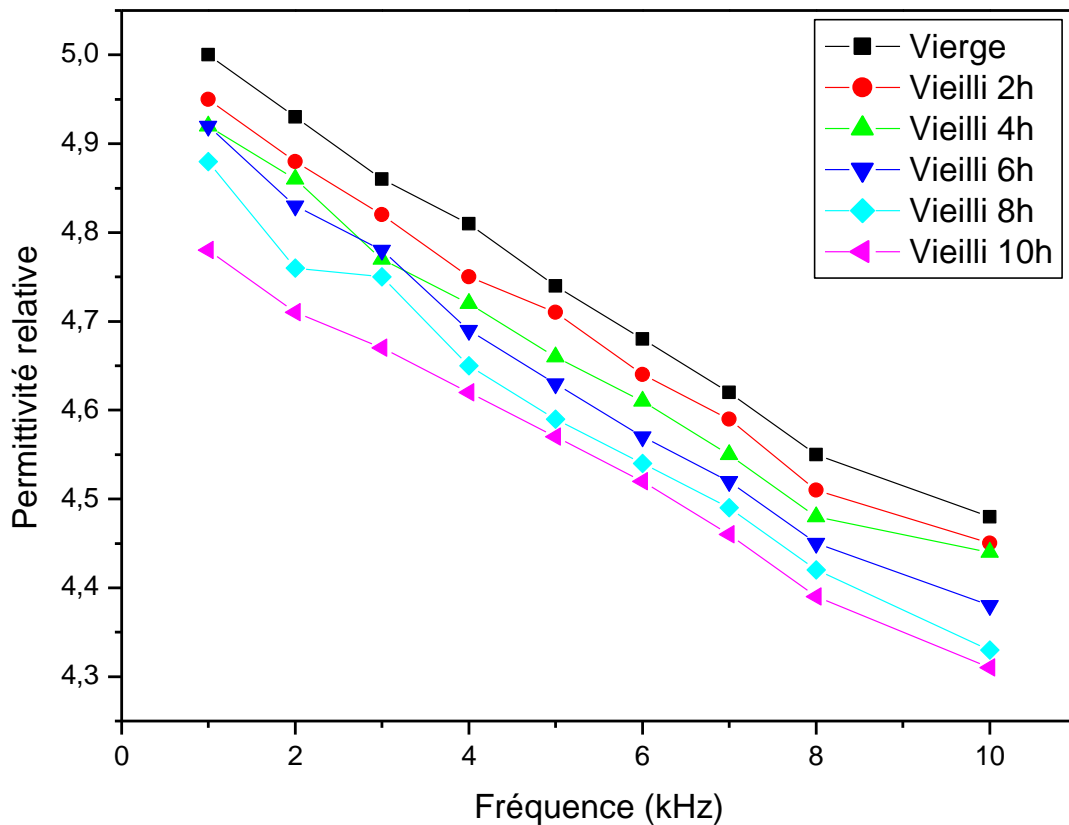
### IV.1 Introduction :

Dans ce chapitre nous allons présenter les résultats de notre étude expérimentale sur les effets de vieillissement électrique sur les propriétés diélectrique de PVC. Nous avons également évalué l'état de la dégradation de l'isolant par des observations MEB et par des analyses FTIR ainsi les résultats de l'hydrophobicité on suit on donnera les différentes interprétations de ces résultats.

### IV.2 Propriétés diélectrique du PVC :

#### IV .2.1 La permittivité diélectrique :

Les variations de la permittivité relative en fonction de la fréquence et du temps de vieillissement sont représentées sur la figure IV.1.

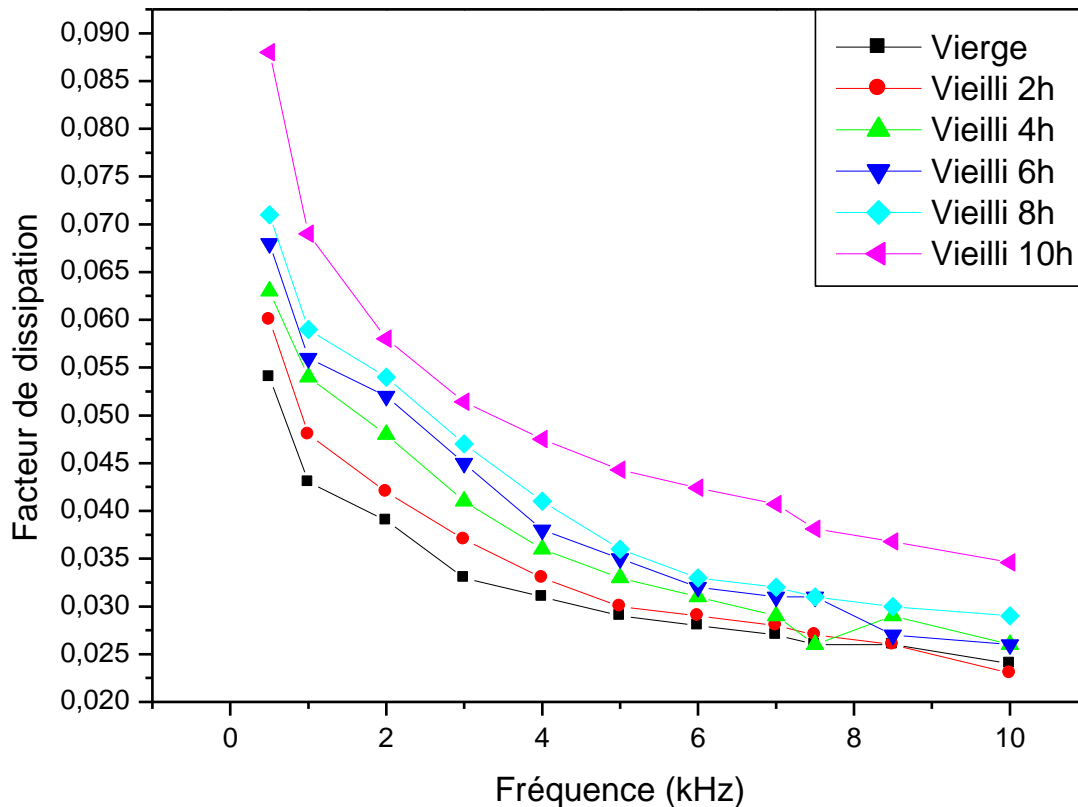


**Figure. IV. 1 : Variation de la permittivité relative du PVC en fonction de fréquence et de temps de vieillissement.**

La figure IV.1 montre l'influence de la fréquence et de la durée de vieillissement sur les propriétés diélectriques du PVC. L'augmentation de la fréquence et de la durée d'application de la contrainte électrique induit à la diminution de la permittivité relative. Les courbes ont les mêmes allures. Cela peut être expliqué par le réarrangement de la structure moléculaire et le phénomène de réticulation.[28]

### IV.2.2 Facteur de pertes diélectriques :

Les valeurs de  $tg\delta$  sont relevées directement sur LCR mètre, la figure IV.2 représente la variation du facteur de perte en fonction de la fréquence et en fonction du temps de vieillissement.



**Figure. IV. 2: Variation du facteur de pertes diélectriques du PVC en fonction de la fréquence et de temps de vieillissement.**

Nous constatons que  $tg\delta$  diminue avec l'augmentation de la fréquence et il augmente avec la durée d'application de la contrainte (champ électrique).

- Cette diminution pourrait s'expliquer par le fait qu'en faibles fréquences les dipôles permanents suivent facilement la variation du champ électrique. Le facteur de dissipation  $\epsilon_r$  tend à s'annuler. Avec l'augmentation de la fréquence le facteur de dissipation  $\epsilon_r$  augmente jusqu'à une valeur maximum. Puis il marquera une diminution aussi en augmentant la fréquence. En hautes fréquences les dipôles permanents ne se réorientent plus assez vite, donc induit à une polarisation d'orientation nulle. En fréquences intermédiaires les dipôles suivent aussi difficilement. Dans notre étude nous avons pu varier la fréquence de 1 à 10 kHz, situant ainsi dans une zone haute fréquence après le seuil [29].

Ceci peut être interpréter avec cette relation :

$$tg\delta = \frac{1}{C\omega R} \quad (III.1)$$

Avec,  $\omega = 2\pi f$ .

Quand  $f$  augmente  $tg \delta$  diminue. Et quand la fréquence tend vers les hautes fréquences  $\epsilon_r$  tend à s'annuler.

Pour de différentes valeurs de fréquence les valeurs de la permittivité et la résistivité diminuent avec l'augmentation de la durée de l'application de la contrainte électrique.

Le vieillissement électrique de cet isolant résulte une augmentation du facteur de pertes, ceci est peut être dû à la présence de vacuoles d'air qui se sont formé aux cours de son élaboration au laboratoire.

-L'élévation du facteur de pertes diélectriques peut s'expliquer aussi par la diminution de la viscosité du polymère, donc à une grande mobilité des porteurs de charges d'une part [ 30], et au phénomène d'oxydation qui conduit à la formation de composés carbonylés [ 31 ].

### IV.2.3 Résistivité superficielle :

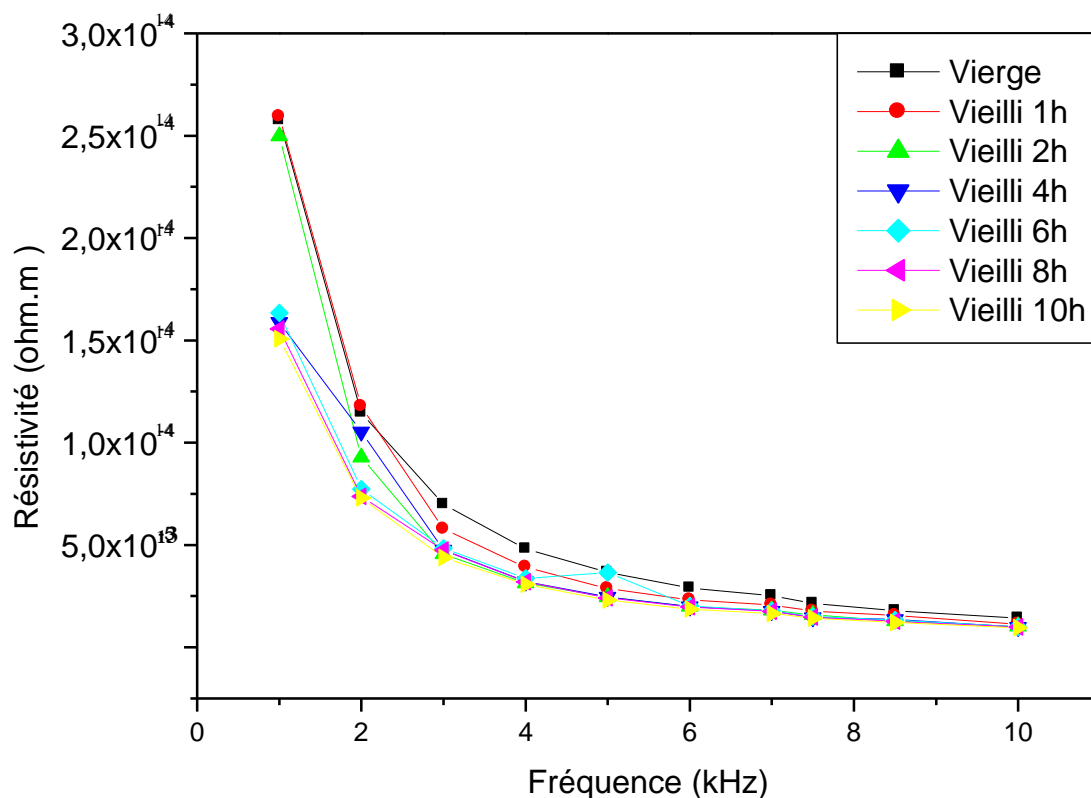


Figure. IV. 3: la variation de la résistivité en fonction de la fréquence et du temps de vieillissement.

La figure IV.3 représente la variation de la résistivité en fonction de la fréquence et du temps de vieillissement. Nous constatons que l'augmentation de la durée de vieillissement s'accompagne d'une diminution de la résistivité. Cela peut être expliqué par l'injection des porteurs de charge par les électrodes sur la surface du polymère.

On remarque aussi que l'augmentation de la fréquence induit une diminution dans les valeurs de la résistivité.

### IV.3. Observation au microscope électronique à balayage (MEB) :

L'observation visuelle des échantillons a montré un changement de couleur des régions soumises au champ électrique (figure IV.4),(figure IV.5).

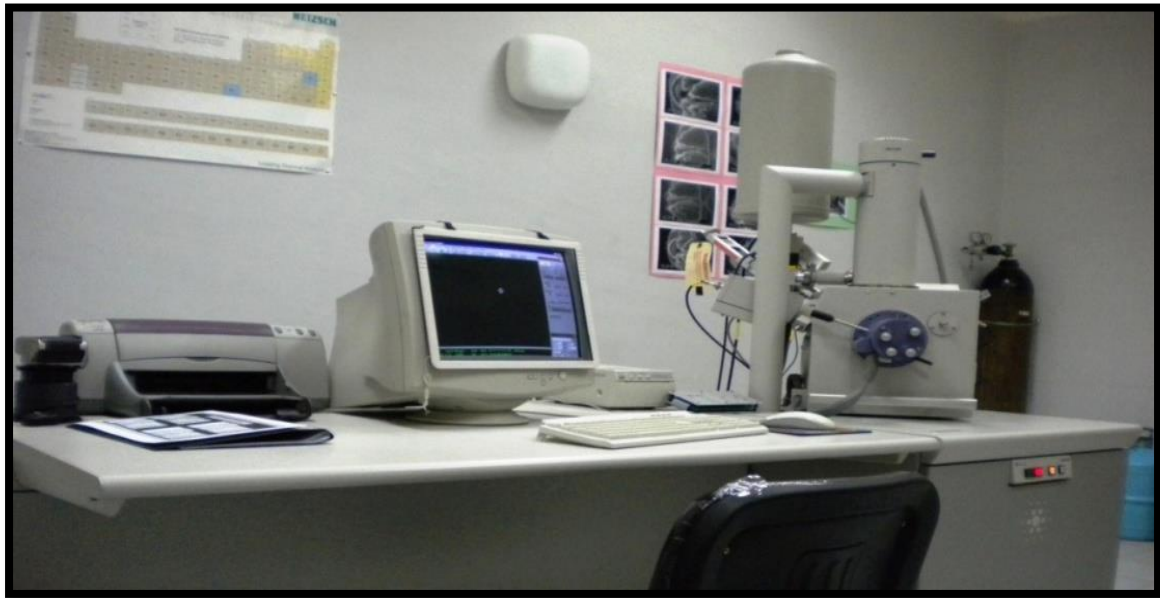
La topographie de ces régions a été observée à l'aide d'un microscope à balayage électronique (MEB) de marque Philips JOEL XL30 à filament de tungstène (figure IV.6).



Figure. IV. 4: Echantillons de PVC : a) Vierges

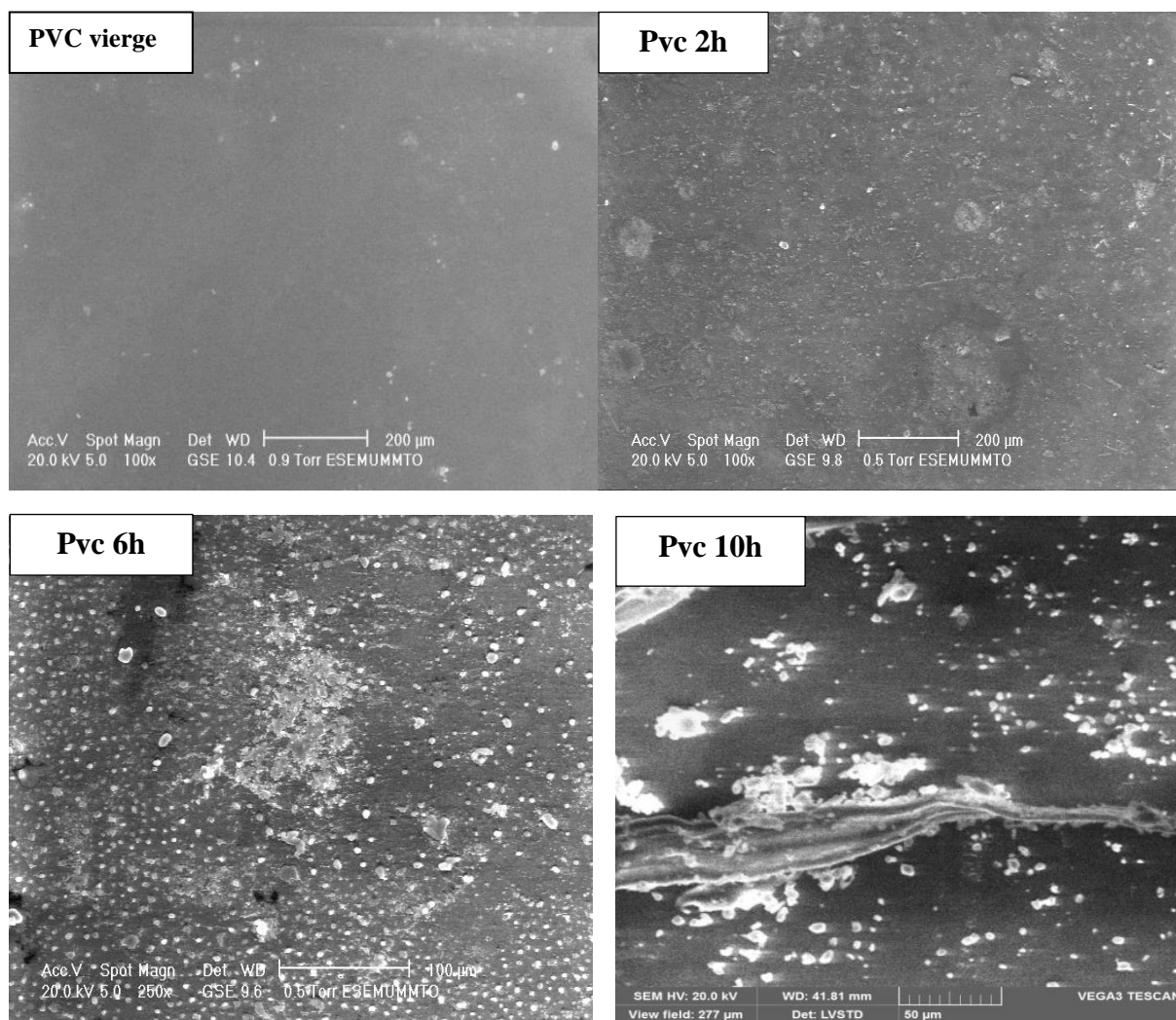


Figure. IV. 5: Echantillons de PVC : b) Vieilli pendant 10 heures



**Figure. IV. 6:Microscope Electronique à Balayage (MEB).**

L'analyse par MEB des surfaces des échantillons vierge et vieillis est donnée sur la figure IV.7



**Figure. IV. 7:Micrographies MEB du PVC.**

La figure IV.7 montre les micrographies d'échantillons du PVC. L'échantillon vierge présente une surface lisse, homogène exempte de toute dégradation, tandis que les échantillons soumis au vieillissement montrent des zones ayant subi des dégradations. Des cratères prennent naissance et se développent à la surface de l'échantillon. On remarque aussi la présence de points blancs qui dénotent la dégradation du matériau.

#### IV.4. Analyses FTIR :

Les analyses par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) ont été faites à l'aide d'un appareil de type Shimadzu 8400s (figure IV.8). Elles nous donnent les transformations chimiques subies par l'échantillon: apparition ou disparition de groupements fonctionnels sous l'effet du champ électrique (figure IV.9).

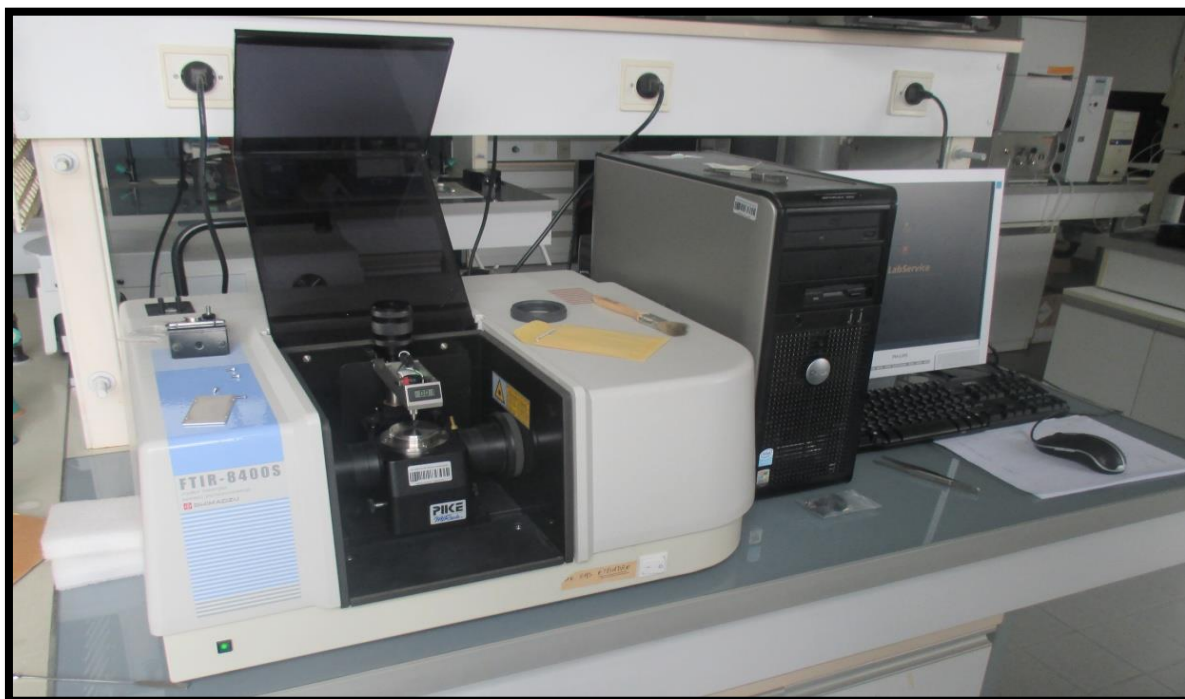


Figure. IV. 8: FTIR – 8400s Shimadzu.

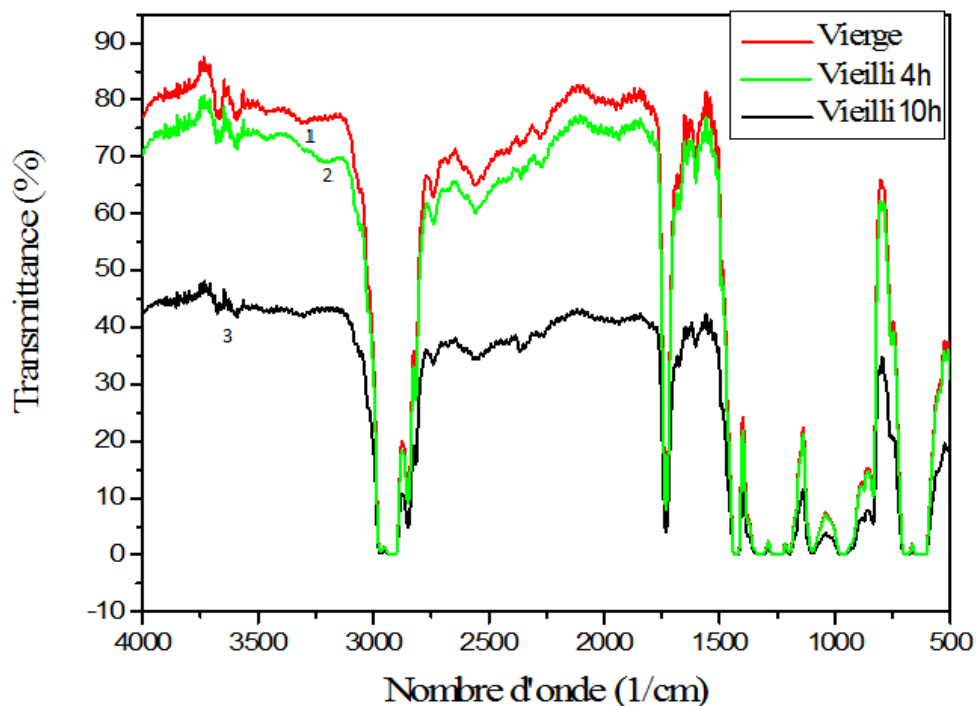


Figure. IV. 9: Spectres FTIR du PVC.

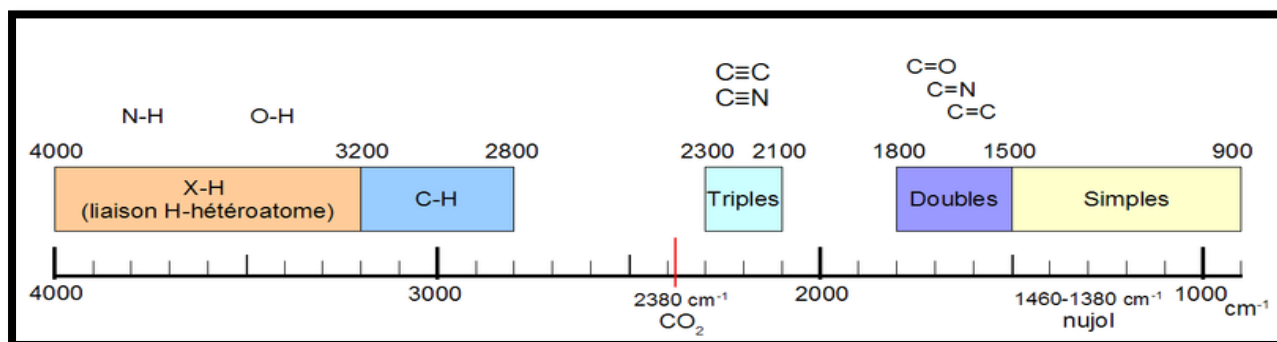


Figure. IV. 10: Aperçu des longueurs d'ondes d'absorption pour les molécules organiques.

La figure IV.9 montre qu'après 4 heures de vieillissement, on constate la disparition du pic 1 ( $3300\text{ cm}^{-1}$ ) qui correspond au groupement intermoléculaire O-H et apparition du pic 2 ( $3150\text{ cm}^{-1}$ ) qui correspond au groupement intermoléculaire C-H, donc il y a rupture de la liaison O-H et naissance de la liaison C-H. Après 10 heures, la structure chimique du PVC a changé : disparition du pic 2 et diminution de l'intensité des pics 3 sous l'effet du champ électrique.

## IV.5. Etude de l'hydrophobicité :

### IV.5.1.Principe de la mesure :

Le paramètre de base pour caractériser le mouillage d'un liquide sur un solide est l'angle de contact, défini sur la figure IV.11. 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 appelé angle de contact. La mesure de cet angle rend compte de l'aptitude d'un liquide à s'étaler sur une surface solide plane et dépend des interactions entre le solide et le liquide. A l'équilibre, la forme de la goutte est donnée par les tensions inter faciales : solide-vapeur  $\gamma_{SV}$ , solide-liquide  $\gamma_{SL}$  et liquide-vapeur  $\gamma_{LV}$ . Des considérations géométriques simples, indiquées sur la figure 2, mènent à l'équation de Young [33]:

$$\gamma_{SV} - \gamma_{SL} - \gamma_{LV} \cdot \cos \theta = 0 \quad (\text{IV.1})$$

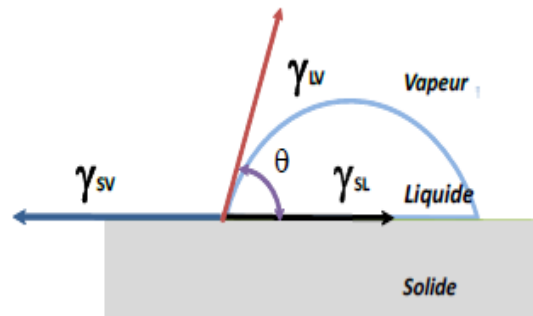


Figure. IV. 11:Angle de contact et tensions interfaciales.

### IV.5.2. Mesure de l'angle de contact :

Après chaque quatre heures de vieillissement des échantillons de PVC sous champ électrique, on procède à la mesure de l'angle de contact. Nous avons fixé le volume de la goutte d'eau déposée à l'aide d'une micro seringue sur la surface de l'échantillon à analyser entre 4 et 5  $\mu\text{l}$  afin d'éviter l'effet de la gravitation sur la valeur de l'angle de contact. Entre 2 et 8  $\mu\text{l}$ , l'angle de contact d'une goutte d'eau distillé est indépendant du volume de la goutte d'eau [34]. Des photos de la goutte d'eau (figure IV.12) sont prises à l'aide d'une caméra numérique (figure IV.13) et un traitement par un logiciel Autocad sur l'ordinateur nous permet de déterminer l'angle de contact. Il s'agit d'une procédure conforme au principe de fonctionnement d'un goniomètre.

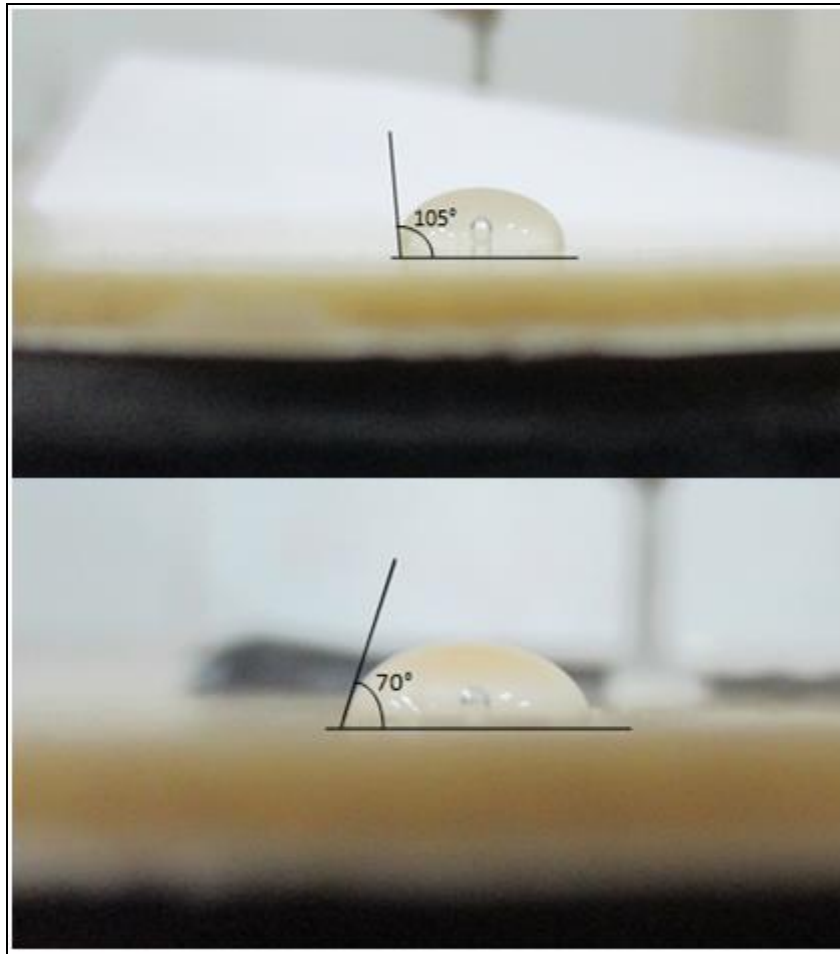


Figure. IV. 12: Angle de contact d'une goutte d'eau sur deux échantillons vierge et vieilli 10h.

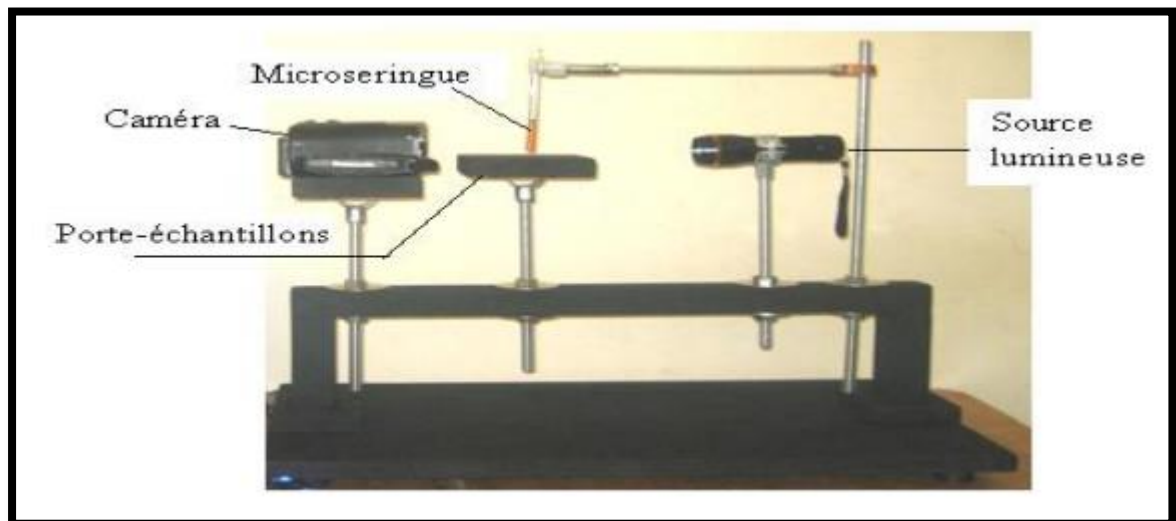
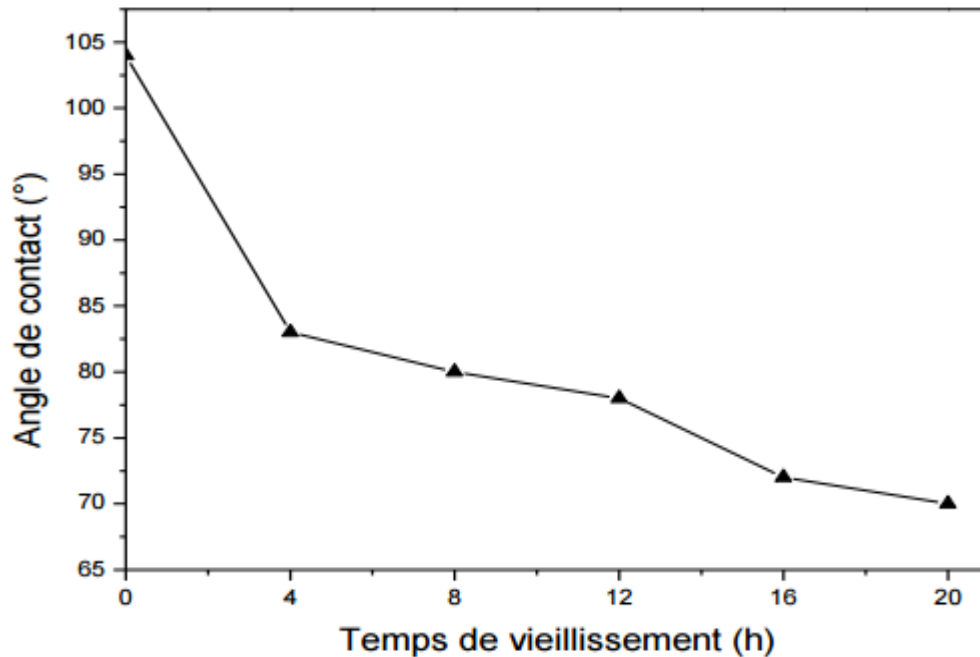


Figure. IV. 13: Dispositif de mesure de l'angle de contact.

Les valeurs obtenues sont représentées sur la figure IV.14 :



**Figure. IV. 14: Variation de l'angle de contact en fonction de temps de vieillissement.**

La figure IV.14 montre que l'angle de contact de l'eau décroît significativement avec le temps de vieillissement, passant de 105 degrés pour un échantillon non vieilli à 70 degrés après 20 heures de vieillissement. L'augmentation de la mouillabilité avec le temps de traitement est expliquée par une modification de la surface du PVC sous l'effet du champ électrique.

### IV.5.3. Travail d'adhésion :

La notion de travail d'adhésion ou l'énergie d'adhésion a été introduite par Dupré [35] en 1869. Elle est basée sur une approche thermodynamique de l'adhésion. L'équation de Dupré donne l'énergie par unité de surface qu'il faut fournir pour séparer un liquide L de la surface S qu'il mouille :

$$W_{SL} = \gamma_{SV} + \gamma_{LV} - \gamma_{SL} \quad (\text{IV.2})$$

En injectant l'équation 1 dans la relation de Dupré, on obtient:

$$W_{SL} = \gamma_{LV} (1 + \cos \theta) \quad (\text{IV.3})$$

$\gamma_{LV}$  : Energie superficielle correspondant à l'interface liquide gaz (pour l'eau :  $\gamma_{LV} = 72.8 \text{mj} / \text{m}^2$ )

Cette expression donne donc une relation directe entre l'angle de contact et l'énergie d'adhésion. Une mouillabilité totale correspond au maximum du travail d'adhésion. Les valeurs obtenues sont représentées sur la figure IV.15

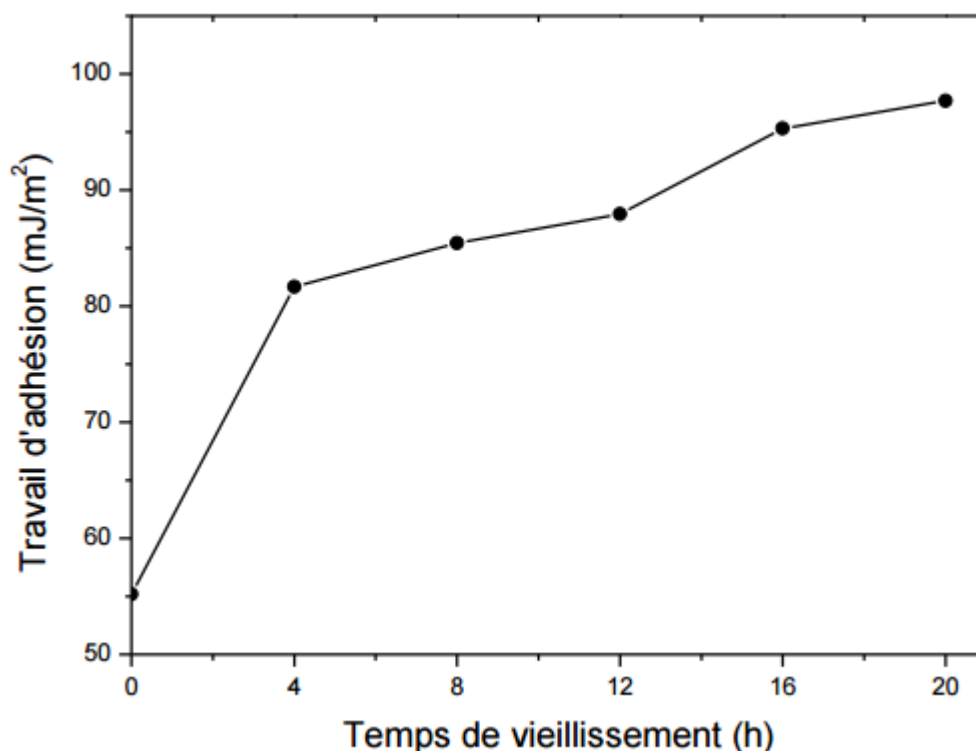


Figure. IV. 15: Variation de l'énergie d'adhésion en fonction de temps de vieillissement.

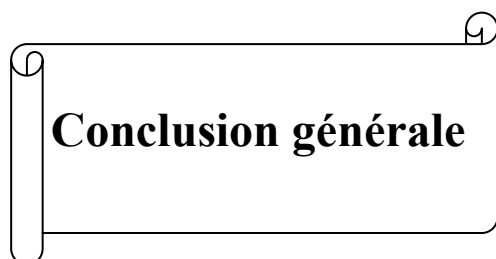
La figure IV.15 montre la variation du travail d'adhésion en fonction du temps de vieillissement, on remarque que plus le temps de vieillissement augmente le travail d'adhésion augmente. La diminution de l'angle de contact implique l'augmentation de  $\cos\theta$ , donc de l'énergie d'adhésion.

## IV.6. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons montré que la fréquence et la durée de vieillissement sont des paramètres qui influent sur les propriétés diélectriques du PVC.

L'augmentation de la durée de vieillissement engendre l'augmentation du facteur de pertes diélectriques et la diminution de la permittivité relative et de la résistivité superficielle. L'étude de l'hydrophobicité a montré que plus le temps de vieillissement augmente plus l'angle de contact diminue, plus l'énergie d'adhésion augmente, c'est-à-dire le polymère devient hydrophile.

Les résultats des analyses MEB et FTIR montrent la dégradation du PVC par l'apparition des cratères et des points blancs sur la surface des échantillons vieillis et qu'il y a eu le changement de la composition chimique du polymère étudié sous l'influence de la contrainte électrique.



**Conclusion générale**

## Conclusion générale

L'objectif de notre travail était l'étude de l'influence du vieillissement électrique sur les propriétés diélectriques et physico-chimique du polychlorure de vinyle (PVC) utilisé dans l'isolation des câbles de transport d'énergie électrique.

Dans la première partie, nous avons donné quelques généralités sur les polymères qui sont des isolants solides présentant de bonnes propriétés physico-chimiques qui les rendent plus utilisés dans les domaines de l'industrie. Nous avons vu par la suite, les différentes méthodes de caractérisation des polymères isolants (électriques, physico-chimiques, mécaniques, thermiques), cela nous a donné une meilleure compréhension sur le comportement des matériaux soumis à une contrainte externe (champ électrique, température, humidité ...etc.).

Dans la deuxième partie (expérimentale) de notre travail, nous avons décrit en détail la préparation des échantillons ainsi que le montage expérimental utilisé. Nous avons montré que la durée de l'application du champ électrique influence directement sur les propriétés diélectriques du PVC. L'augmentation de la durée de vieillissement engendre l'augmentation du facteur de pertes diélectriques et la diminution de la permittivité relative et de la résistivité superficielle. Ce qui dénote la dégradation du matériau.

Cette dégradation a été confirmée par les analyses MEB et FTIR. Les micrographies ont montré le changement de la surface des échantillons après vieillissement. Les spectres FTIR nous ont renseigné que la structure du PVC a changé sous l'effet du champ électrique.

L'étude de l'hydrophobicité a montré que plus le temps de vieillissement augmente plus l'angle de contact diminue, donc plus l'énergie d'adhésion augmente, c'est-à-dire le polymère devient hydrophile.

Comme perspectives, nous souhaitons pousser les durées de vieillissement encore plus loin avec d'autres valeurs du champ électrique et voir le comportement du matériau sous cette contrainte.



**Références bibliographiques**

## Références bibliographiques :

- [1] T. Toledo, « Calcul des contraintes électriques dans les isolations mettant en œuvre des matériaux semi-conducteurs non linéaires », Thèse de Doctorat, Ecole Centrale de Lyon, 2004.
- [2] M. Nedjar, « Evaluation de la tenue diélectrique à court et à long termes des polymères utilisés dans les dispositifs Haute Tension », Thèse de Doctorat, Université de Tizi-Ouzou, Algérie, 2003.
- [3] B. Fallou, C. Stevens, A.G. Day, « Méthodes complémentaires aux essais d'endurance thermique des matériaux isolants », CIGRE, Groupe 15-05, Septembre 1982.
- [4] A-f. Gourgues-Lorenzo et J-M.Haudin. Matériaux pour l'ingénieur ; 2006
- [5] J.C. Chaumel, D. Brossard, A. le Hir « pharmacie galénique bonne pratique de fabrication des médicaments » 9<sup>e</sup> édition. Elsevier Masson SAS ; 2009.
- [6] M. Nedjar, « Influence du vieillissement thermique sur les propriétés du PVC utilisé dans l'isolation des câbles de H.T », Thèse de Magister, U.T.O, Tizi-Ouzou ; Décembre 1991
- [7] D. Bouguedad, « Influence du vieillissement thermique sur les propriétés de l'éthylène propylène diène monomère (EPDM) », thèse, doctorat, UMMTO ; 2010
- [8] Jean-Claud Martin, « Incendies et explosions d'atmosphère » ; traité de sécurité intérieure. Presses polytechniques et universitaires romandes ; 2008.
- [9] Mohammed Adnane DOUAR « Recherche de matériaux isolants pour la conception d'une nouvelle génération de connecteurs électriques Haute Tension – Influence de la pollution sur les phénomènes de décharges partielles du contournement et de claquage » thèse doctorat, L'école centrale de Lyon ; 2014.
- [10] Michel Foutanille et Yves Gnanou « Chimie et physico-chimie des polymères » C311, paris ; 2010.
- [11] L'indispensable en polymères. Cycle universitaire scientifique. Geneviève M.L. Dumas et Roger I. Bien-aimé ; 2008
- [12] A.K. Jonscher, R. Lacoste, « On a cumulative model of dielectric breakdown in solids », IEEE, Transaction, on Electrical Insulation, Vol. EI-19, N°6, pp. 567-577, Décembre 1984.
- [13] O. Gallot-lavallee, « Etude de la charge d'espace et des phénomènes luminescents comme précurseurs du vieillissement électrique d'une résine époxy utilisée dans l'isolation haute tension », Thèse de Doctorat ès sciences, Université Paul Sabatier de Toulouse, 2004.
- [14] M. Belhiteche El Hadi, « Etude de la dégradation d'un solide isolant soumis aux décharges électriques de surface », Mémoire de MAGISTER, 2012
- [15] Bougueded Djaffar « influence de vieillissement thermique sur les propriétés de l'éthylène propylène diène monomère (EPDM) », thèse doctorat 2010.

- [16] M.Tahraoui, k.Zania, Thèse d'ingénieur, Option Réseaux Electriques, Département Electrotechnique, UMMTO Tizi-Ouzou, 2011.
- [17] Charles Kittel (trad. Nathalie Bardou, Évelyne Kolb), *Physique de l'état Solide* « Solidstate physics », détail des éditions, chap. 3.
- [18] J. W. Summers, "A review of Vinyl technology", *Journal of Vinyl & Additive Technology*, Vol. 3, N° 2, pp. 130-139, June 1997.
- [19] D. Braun, "Recycling of PVC", *Progress in Polymer Science*, Vol. 27, pp. 2171-2195, 2002.
- [20] V. Babrauskas, "Mechanisms and modes for ignition of low-voltage, PVC insulated electrotechnical products", *Fire and Materials*, Vol. 30, Issue 2, pp. 151-174, March/April 2006.
- [21] P.M.R.Tendero, A. Jimenez, A. Greco, A. Maffezzoli, "Viscoelastic and thermal characterization of cross-linked PVC", *European Polymer Journal*, Vol. 42, Issue 4, pp. 961-969, April 2006.
- [22] R. Bocaloglu, M. Fisch, "Degradation and stabilization of Poly(vinyl chloride). V. reaction mechanism of poly(vinyl chloride) degradation", *Polymer Degradation and Stability*, Vol. 47, pp. 33-57, 1995.
- [23] A. Mohamed Nadia, W. Sabaa Magdy, "Thermal degradation behaviour of Poly(Vinylchloride)-Poly(vinyl butyral) blends", *European Polymer Journal*, Vol. 35, pp. 1731-1737, 1999.
- [24] A. Jiménez, L. Torre, J.M. Kenny, "Thermal degradation of poly(vinyl chloride) plastisols base on low-migration polymeric plasticizers", *Polymer Degradation and Stability*, Vol. 73, pp. 447-453, 2001.
- [25] N. Khaleche, "Rupture par arborescence électrique du PVC vieilli thermiquement", Thèse de Magister, ENP, 1993
- [26] A. Marcilla, S. Garcia, J.C. Garcia-Quesada, "Study of the migration of PVC plasticizers", *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, Vol. 71, pp. 457-463, 2004.
- [27] M. Nedjar, A. Boubakeur, A. Bérroual, M. Bournane, "Thermal aging of Polyvinyl Chloride used in electrical insulation", *Annales de Chimie, Science des Matériaux*, Vol. 28, pp. 97-104, 2003.
- [28] E. Belhiteche, M.A. Handala, F. Zeboudj, "Evaluation of surface degradation of PVC under electrical aging using Dielectric Spectroscopy, SEM and FTIR analysis", *9<sup>th</sup> International Conference on Insulated Power Cables, Jicable'15 - Versailles 21-25 June, 2015*.
- [29] P. V. Notingher, M. Plopeanu, S. Grigorescu, Cristina Stancu "The influence of water trees on permittivity and loss factor of medium voltage cables polyethylene insulation" *International Conference on Solid Dielectrics, Potsdam, Germany, July 4-9, 2010*
- [30] A. Schmitz, "Measuring the Distribution of Oxydative Damages (OH-groups) by the method of Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) Attenuated Total Reflection (ATR) in Thin Polypropylene Films", *IEEE International Symposium on Electrical Insulation*, pp. 36-39. Anaheim, USA, 2000.
- [31] G. C. Montanari, "Chemical, physical and microstructural properties of thermally aged cables models", *IEEE International Symposium on Electrical Insulation*, pp. 764-768, 1988.

[32]F. Zeboudj, M.A. Handala, E. Belhiteche H. Goudjil, N. Kireche, “Influence of electrical stress on the dielectric properties of the epoxy resin used in the electrical machines insulation” 3ème RFMI, Hammamet, Tunisie, 27-29 Mars 2014.

[33] T. Young, « An essay on the cohesion of fluids », Phil. Trans. Roy. Soc. London, 95, pp 65- 87, 1805.

[34] W. D. Doyle, “Magnetization reversal in films with biaxial anisotropy,” in 1987 Proc.INTERMAG Conf., pp. 221–226.

[35] A. Dupré. « Théorie Mécanique de la Chaleur », Gautier- Villars, Paris 1869.

MEMOIRE DE FIN D'ETUDES EN VUE DE L'OBTENTION DE DIPLOME  
DE MASTER EN GENIE ELECTRIQUE

**SPECIALITE : RESEAUX ELECTRIQUES**

Proposé et dirigé par : **Mr. BENGUESMIA Hani.**  
**Mr. BELHITECHE El Hadi**  
Présenté par : **MEGUIRECHE Mohammed Ettayib.**

**Thème :**

**Influence de vieillissement électrique sur les propriétés d'un polymère isolant  
utilisé dans le transport d'énergie électrique**

**Résumé :**

Les polymères sont aujourd'hui largement utilisés dans le monde industriel. On les retrouve dans l'isolation des machines électriques, dans l'isolation de câbles électrique, etc. Cependant, quand ils (polymères) sont mis en service, ils sont vulnérables à l'action des paramètres environnementaux (température, humidité..etc.). Dans notre étude nous nous sommes intéressés à l'influence du vieillissement électrique sur les propriétés du PVC utilisé dans l'isolation de câbles de transport d'énergie électrique. La première partie de notre travail est consacrée à la recherche bibliographique, nous avons donné quelques généralités sur les polymères, ainsi que les différentes techniques de caractérisation. Nous avons montré que la durée de l'application du champ électrique influence directement sur les propriétés diélectriques du PVC. L'augmentation de la durée de vieillissement engendre l'augmentation du facteur de pertes diélectriques et la diminution de la permittivité relative et de la résistivité superficielle, ce qui dénote la dégradation du matériau. Cette dégradation à été confirmé par les analyses MEB et FTIR et l'étude de l'hydrophobicité.

**Mots clés :** Caractérisation, Propriétés diélectriques, PVC, vieillissement électrique

**N° d'ordre :** REs -229