

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
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 DIPLOME DE
MASTER EN ELECTROTECHNIQUE
SPECIALITE : RESEAUX ELECTRIQUES**

Présenté par :

ABDELAHFID Abderrahmane

KHALFA Taibe Amine

THEME

**ETUDE EXPERIMENTALE DE LA DECHARGE
COURONNE SOUS TENSION ALTERNATIVE 50 HZ**

Soutenu devant le jury composé de :

M. H.RAHALI	MCA	Président
M. E. BELHITECHE	MAA	Encadreur
M. A. CHOUCYOU	MCA	Examineur

Année Universitaire : 2020/ 2021

Remerciements

A l'issue de cette fin de travail nous adressons nos remerciements premièrement à dieu tout puissant pour la volonté, la santé et la patience qu'il nous a donné durant toutes ces longues années d'études.

Nos remerciements s'adressent à notre encadreur Dr El'hadi BELHITECHE pour la confiance qu'il nous a fait en nous proposant ce sujet. Qu'il soit remercié pour avoir dirigé nos travaux, pour la documentation qu'il a mis à notre disposition et ses expériences qui nous ont permis de mener à bien ce projet de fin d'études.

Nous remercions également:

- ❖ Messieurs les membres de jury pour avoir accepté d'examiner notre travail.
- ❖ Tous les enseignants qui nous ont orientés le long des cinq années de la graduation.
- ❖ Tous le personnel administratif du département Génie électrique de l'université de M'sila.
- ❖ Toute la promotion électrotechnique 2021.

Abdelhafid

Khalifa

Dédicaces

نحمد الله سبحانه وتعالى الذي تتم بنعمته الصالحات ونصلي ونسلم علي رسوله الكريم ,في البداية أود أن أشكر كل من ساعدني علي جمع معلومات هذا البحث وأتمني من الله أن ينفع به كل طالب علم و المدرسين ,كما أتمني ان يكون مستوي البحث العلمي المقدم اليوم علي نفس المستوي الذي تأملون والله ولي التوفيق.

أهدي عملي المتواضع هذا إلى من كانا سببا في وجودي،إليك يا قرة العين وبهجة البيت وبسمة الحياة ومصدر الحب و الأفراح أمي الغالية

إلى من علمني معنى الحياة ولم يبخل علي بما يملك وكان لي سندا وعونا طيلة حياتي، إلى القلب الطيب

وأغلى إنسان في الوجود أبي الحبيب.

إلى جميع إخوتي العزاء وجميع العائلة الفاضلة وجميع الصحب والأحباب.

SOMMAIRE

SOMMAIRE

LISTE DES FIGURES

1^{ERE} CHAPITRE

DECHAGES ELECTRIQUES DANS LES ISOLANTS SOLIDES

I.1 INTRODUCTION.	1
I.2 MATERIAUX ISOLANTS.	1
I.2.1 Définition d'un isolant.	1
I.2.2 Types d'isolants.	1
I.2.3 Les contraintes de système d'isolation.	3
I.3 DECHARGES ELECTRIQUES.	4
I.3.1 Un peu d'histoire.	4
I.3.2 Décharge électrique et plasma dans la nature.	4
I.3.3 Les premières expériences.	5
I.4 MECANISMES DES DECHARGES.	7
I.4.1 Avalanche électronique.	7
I.4.2 Charge d'espace.	8
I.4.3 Forme de la charge d'espace.	8
I.4.4 Détachement et recombinaison.	9
I.5 MECANISMES DE CLAQUAGE DES ISOLANTS GAZEUX.	9
I.5.1 Influence de la pression.	9
I.5.2 Mécanisme de TOWNSEND (Basse Pression).	10
I.5.3 Mécanisme de STREAMER (Haute pression).	11
I.6 LOI DE PASCHEN.	12
I.7 DEFERENTS TYPES DES DECHARGES.	12
I.7.1 Décharge électrique de surface.	13
I.7.2 Décharges glissantes.	14
I.7.3 Décharges couronnes.	14
I.8 APPLICATION DES DECHARGES A COURONNES.	15
I.8.1 Production d'Ozone.	15
I.8.2 Traitement de surface.	15
I.8.3 Élimination de l'électricité statique.	16
I.9 AVANTAGE DE LA DECHARGE COURONNE DANS UN RESEAU.	16
I.10 PROBLEMES LIES AUX DECHARGE COURONNE.	16

2^{EME} CHAPITRE

METHODES DE CARACTERISATION DES POLYMERES

II.1 INTRODUCTION.	18
II.2 LES PROPRIETES ELECTRIQUEQ DES POLYMERES.	18
II.2.1 Résistivité superficielle.	18
II.2.2 Rigidité diélectrique.	19
II.3 CARACTERISATION PHISICO-CHIMIQUE.	19
II.3.1 La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier « FTIR ».	20
II.3.2 Principe.	20
II.3.3 Détecteur d'infrarouge.	20
II.3.4 Applications.	21
II.4 OBSERVATION MICROSCOPIQUE (MEB).	22
II.4.1 Historique.	22
II.4.2 Analyse microscopique.	22
II.4.3 Constitution d'un microscope électronique à balayage (MEB).	23
II.4.4 Principe de fonctionnement du MEB.	23
II.4.5 Les électrons secondaires.	25
II.4.6 Les électrons rétrodiffusés.	25
II.4.7 Les rayons X.	25
II.5 PROPRIETES MECANIQUES.	26
II.5.1 Le module d'élasticité E (module d'Young).	26
II.6 PROPRIETES THERMIQUES.	27
II.6.1 Dilatation thermique.	27
II.6.2 Claquage thermique.	28
II.7 CONCLUSION.	28

3^{EME} CHAPITRE

MATERIAU ET METHODES

III.1. Introduction	34
III.2. Polymère	34
III.2.1. Définition	34
III.3. Présentation du matériau étudié	34
III .4. Polyméthacrylate de méthyle (PMMA)	34

III.4.1. Le principe de production du monomère MAM	34
III.4.2. préparation du polyméthacrylate de méthyle	34
III.4.3. Propriétés du polyméthacrylate de méthyle	34
III.4.3.1. Propriétés thermiques	35
III.4.3.2. Propriétés chimiques	35
III.4.3.3. Propriétés physiques du PMMA	35
III.4.3.4. Propriétés mécaniques du PMMA	36
III.4.3.5. Propriétés électriques du PMMA	37
III.5. Utilisation du PMMA	37
III.6. Recyclage du PMMA	38
III.7. Différents types du PMMA	38
III.8. Préparation des échantillons	38
III.9. Conditions d'essais	38
III.10. Dispositif expérimental	39
III.11. Conclusion	41

4^{EME} CHAPITRE

RESULTATS ET INTERPRETATIONS

IV.1. Introduction	42
IV.2. Méthodes de calcul	42
IV.2.1. Résistivité	42
IV.2.2. Permittivité relative	42
IV.2.3. Facteur de pertes diélectriques	42

IV.2.4. Angle de contact et travail d'adhésion	42
IV.3. Présentation des résultats obtenus	44
IV.3.1. La résistivité	44
IV.3.2. La permittivité	44
IV.3.3. Facteur de pertes	45
IV.4. Interprétation des résultats	46
IV.5. Mesure de l'angle de contact et travail d'adhésion	47
IV.6. Analyses physico-chimiques	49
IV.7. Conclusion	52
Conclusion générale	53
Références bibliographiques	54
Résumé	56

Liste des figures

CHAPITRE 1

Fig. (I.1) : Les contraintes auxquelles est soumis un système d'isolation.	3
Fig. (I.2) : Foudre (Photo Fédération Française de Montagne et d'Escalade)	4
Fig. (I.3) : Aurore boréale.	5
Fig. (I.4) : Machine de Watson.	6
Fig. (I.5) : Schéma du générateur de Van de Graaf.	7
Fig. (I.6) : Avalanche électronique.	8
Fig. (I.7) : Forme de la charge d'espace.	8
Fig. (I.8) : Influence de la pression.	9
Fig. (I.9) : Mécanisme de STREAMER (Haute pression).	11
Fig. (I.10) : Tension de claquage pour différents gaz en fonction du produit p.d.	13
Fig. (I.11) : Décharges à barrière diélectrique.	13
Fig. (I.12) : Système à décharges glissantes.	14

CHAPITRE 2

Fig. (II.1) : Dimensions des électrodes.	18
Fig. (II.2) : Schéma de principe d'un spectromètre FT-IR.	21
Fig. (II.3) : L'interféromètre de Michelson et chemin optique dans le Spectromètre TF-IR.	21
Fig. (II.4) : Schéma de principe d'un microscope électronique à balayage (MEB).	24
Fig. (II.5) : Signaux produits par l'interaction d'un électron primaire avec l'échantillon	25
Fig. (II.6) : Diagramme contrainte-déformation.	26

CHAPITRE 3

Figure III.1. Réaction 1	35
Figure III.2. Réaction 2	35
Figure III.3 . Préparation du polyméthacrylate de méthyle	35
Figure III.4. Schéma de dispositif expérimental	39
Figure. III.5. Transformateur d'essai	39

Figure III.6. Le pupitre de commande	40
Figure III.7. Dispositif expérimental	40

CHAPITRE 4

Fig. IV.1. Angle de contact et tensions interfaciales	43
Figure IV.2. Variation de la résistivité en fonction de la fréquence	45
Fig.IV.3. Variation de la permittivité relative en fonction de la fréquence	45
Fig. IV.4. Variation du facteur de pertes en fonction de la fréquence	47
Fig.IV.5 Angle de contact d'une goutte d'eau sur un échantillon vierge du PMMA	47
Fig.IV.6. Dispositif de mesure de l'angle de contact.	48
Fig.IV.7. Variation de l'angle de contact en fonction du temps de vieillissement	48
Fig.IV.8. Evolution du travail d'adhésion en fonction du temps de vieillissement	49
Fig.IV.9. Spectre du PMMA vierge et vieilli sous décharges durant 8 heures	50
Fig. IV.10. Micrographies MEB du PMMA.	51

Introduction générale

Introduction générale

Grace à leurs excellentes propriétés électriques, thermiques et mécaniques, les polymères synthétiques trouvent actuellement de nombreuses applications touchant pratiquement tous les domaines technologiques (microélectronique, aérospatiale, optique, métallurgie, biomédicale et agroalimentaire) [1]. Cependant, certains polymères ne possèdent pas de bonnes propriétés de surfaces exigées dans certaines applications telles que l'impression, la peinture, le collage, l'emballage, etc. Ils présentent aussi dans le domaine des isolations l'inconvénient d'être plus vulnérables à l'action des décharges de surface qui provoquent leur dégradation [2].

Le problème est lié essentiellement au caractère hydrophobe et apolaire, c'est-à-dire à leur surface chimiquement inerte, qui se traduit par une faible énergie de surface et à un angle de contact assez élevé avec l'eau et d'autres liquides polaires [3]. C'est pourquoi, dans certaines applications industrielles où une surface aux propriétés hydrophiles est recherchée, le traitement de surface des polymères est d'une importance considérable permettant de modifier les propriétés de cette surface sans affecter ses propriétés de volume.

Plusieurs techniques ont été développées pour le traitement de matériaux polymères, telles que le traitement par l'ozone [4,5], le traitement par rayonnement [4-6] et les traitements par décharges électriques. Ces derniers englobent les traitements par décharges plasmas froids [6-8] et les traitements par décharge couronne [9,10]. Ce sont des techniques relativement récentes et parmi les plus fiables.

Durant les vingt dernières années, des recherches sont axées sur l'évolution des techniques modernes qui étudient la charge d'espace dans les matériaux isolants [11], sur les mesures du potentiel de surface et à leur interprétation [12,13] et sur la caractérisation de surface d'isolants solides. Cependant, l'étude de l'hydrophobicité de polymères sous contrainte électrique reste encore mal connue [14-16]. La compréhension de l'évolution de l'état de surface des polymères est essentielle dans le développement de la fabrication de divers matériels tels que les isolateurs, les matériaux photosensibles utilisés dans les photocopieuses, etc. L'une des méthodes utilisées pour cela est la mesure de l'angle de contact. Cette mesure rend compte de l'aptitude d'un liquide à s'étaler sur une surface par mouillabilité. La méthode consiste à mesurer l'angle formé par la tangente au profil d'une goutte déposée sur le substrat, avec la surface du substrat. Elle permet aussi de mesurer l'énergie de surface du liquide ou du solide. Elle permet aussi la discrimination de la nature polaire ou apolaire des interactions à

l'interface liquide-solide. On peut ainsi déduire le caractère hydrophile ou hydrophobe d'une surface.

L'objectif de notre travail est l'étude de l'influence du vieillissement électrique sur les propriétés diélectriques et l'hydrophobicité d'un polymère : Poly méthyle méthacrylate (PMMA) sous tension alternative de fréquence 50 Hz. Ce matériau, à l'instar des autres polymères, présente, par rapport aux isolants classiques, l'avantage d'avoir des propriétés mécaniques meilleures, une mouillabilité plus faible, d'être plus légers et mis en œuvre plus facilement [17].

Pour mener à bien ce travail, nous avons reparti le manuscrit en quatre chapitres. Dans le premier chapitre, nous donnerons quelques généralités sur les décharges électriques des polymères. Le deuxième chapitre sera consacré aux différentes méthodes de caractérisation des polymères. Au chapitre trois, nous présenterons le matériau étudié et les montages expérimentaux utilisés. Dans le dernier chapitre, nous présenterons les résultats expérimentaux obtenus. Nous terminerons notre travail par une conclusion générale et quelques perspectives.

Chapitre I :
Décharges électriques dans
les isolants solides

I.1. Introduction

Les phénomènes des décharges électriques, étudiés pourtant depuis près de deux siècles, font toujours l'objet de recherche active auprès des scientifiques. On pourrait s'étonner de cet état de fait mais on comprendrait vite que cela n'est dû qu'à la très grande complexité du phénomène et des mécanismes qui le constituent. Cependant de grandes avancées ont été faites ces dernières décennies dans l'amélioration des moyens de diagnostic des premiers instants de la décharge et donc dans l'étude des mécanismes d'initiation. Cela a permis d'accroître les connaissances sur le phénomène.

Dans ce chapitre, nous donnerons quelques généralités sur les différents types d'isolants . Et quelques théories sur les mécanismes d'initiation d'une décharge électrique dans l'air.

I .2.Matériaux isolants

Les matériaux isolants trouvent des applications dans un grand nombre de dispositifs de production, de transport, de distribution et d'utilisation de l'énergie électrique. Ils ont joué un rôle prépondérant dans les progrès faits par les matériels électriques. Ils constituent sans aucun doute les facteurs clés du développement des matériels électrotechniques de demain.

Les matériaux utilisés aujourd'hui sont extrêmement nombreux et variés. Le choix et l'emploi posent les problèmes les plus délicats, il doit répondre à un processus complexe. Le plus difficile à maîtriser est non seulement l'interaction de toute les contraintes que peuvent influencer sur la tenue du système d'isolation mais aussi de l'impact sur l'environnement et la sécurité des biens et des personnes.

I.2.1. Définition d'un isolant

Un isolant est une substance qui a une conductivité électrique suffisamment faible pour être utilisée afin de séparer des pièces conductrices portées à des potentiels différents . Une façon plus simple de définir un matériau isolant est de dire qu'il est caractérisé par une résistivité électrique très élevée.

I.2.2. Types d'isolants

On peut grouper les isolants dans deux grandes classes :

Les isolants organiques et les isolants inorganiques en général, les isolants organiques tels que le caoutchouc, le papier l'huile, le coton, les matériaux thermoplastiques, etc.... sont composés de longues chaînes moléculaires de carbone et d'hydrogène. Ils ne peuvent pas supporter des températures élevées sans se décomposer.

Par ailleurs, les isolants inorganiques tel que le mica, la porcelaine, l'air peuvent tolérer des températures dépassant parfois 100 °c.

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

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

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

I.2.2.1. Les isolants solides

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

Les premiers isolants solides utilisés ont été ramassés dans la nature : bois sec, soufre, ambre, caoutchouc, etc Parmi les isolants solides on trouve les polymères.

I.2.2.2. Les isolants liquides

Les isolants liquides sont souvent utilisés dans l'isolation des machines électriques, car en plus l'isolation, ils jouent aussi le rôle de refroidissement.

L'huile minérale est l'un des isolants les plus utilisés dans les matériels électriques (transformateur à grande puissance, les condensateurs.....). Mais ils sont inflammables à une certaine température proche de 150°C [18].

I.2.2.3. Les isolants gazeux

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

1.2.3. Les contraintes de système d'isolation

Les contraintes auxquelles est soumis un système d'isolation sont :

- **Contraintes électriques** : champ électrique, charge d'espace, décharge partielle, arborescence électrique, etc....
- **Contraintes thermiques** : échauffement des conducteurs par effet joule et par effet de Foucault, pertes magnétiques (transformateur), pertes diélectriques, etc....

- **Contraintes mécaniques** : effort sur les conducteurs, forces dues aux mouvements (machines tournantes), vibrations, forces de charge (isolateur de ligne), etc....
- **Contraintes climatiques** : rayonnement solaire, intempéries, pollutions (marine, industrielle), humidité, pluie, gel, air, ozone, etc....
- **Contraintes radiatives** : dans les applications nucléaires, spatiale, médicale, résistants aux rayonnement, etc..
- **Contraintes environnementales** : impact sur l'environnement en termes de rejet de toute nature (gazeux, solides, liquides), la toxicité des produits, traitement en fin de vie (recyclage), etc....

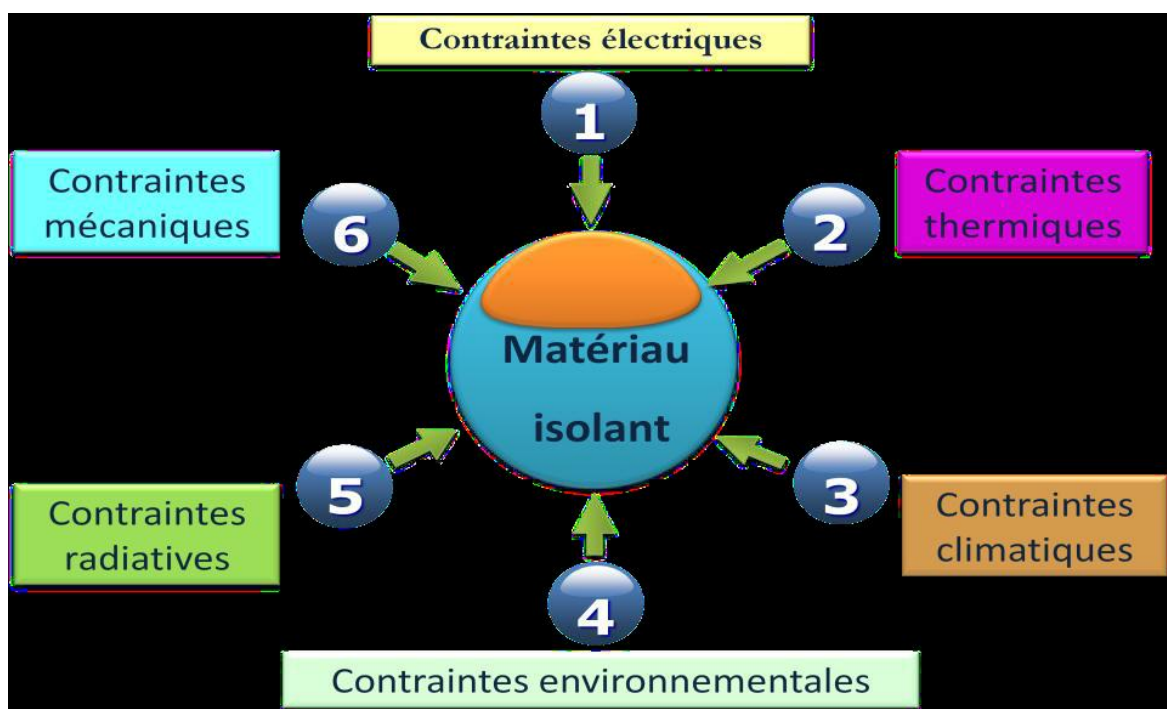


Figure I.1. Les contraintes auxquelles est soumis un système d'isolation. [19]

I.3. Décharges électriques

I.3.1. Un peu d'histoire

Les premières tentatives de compréhension des plasmas et des décharges électriques ne sont pas récentes, même si l'apparition du concept de plasma ne date que des années 1930.

Des phénomènes naturels, souvent spectaculaires, mettent en jeu des arcs et des plasmas. Ils ont intrigué les hommes et motivé des recherches qui débouchent aujourd'hui sur l'utilisation Industrielles des plasmas.

Mais d'abord, définissons ce que sont un arc et un plasma. Un arc électrique est une décharge lumineuse à travers un gaz, caractérisé par une grande densité de courant et un faible gradient de potentiel. Le plasma est défini comme étant le quatrième état de la matière, en suivant les états « solide-liquide-gaz » et défini aussi comme étant un gaz partiellement ou totalement ionisé. Après avoir montré où l'on observe ces phénomènes, nous verrons quels sont les chercheurs qui ont contribué à leur compréhension.

I.3.2. Décharge électrique et plasma dans la nature

Deux phénomènes naturels connus mettent en jeu les éléments que nous étudions.

- **La foudre** : lorsque de l'air froid recouvre de l'air chaud, les conditions sont favorables au déclenchement des orages. De violents courants d'air verticaux entraînent l'humidité, les fragments de glace, les grêlons et les gouttelettes d'eau à l'intérieur des nuages. On ne connaît pas encore exactement les mécanismes à l'origine de la tension qui se forme dans les nuages d'orage, mais cette tension est influente sur des dizaines, voir des centaines de kilomètres. Lorsque la tension est suffisante, on peut observer des éclairs entre les nuages et le sol (25% d'entre eux) ou entre les nuages eux-mêmes (figure I.2). Ces arcs ont des vitesses de propagation de l'ordre de 200km/sec. Leur tension est de l'ordre de 100 millions de Volts et ils sont parcourus par un courant de 30000 Ampères. Ce sont donc des phénomènes développant beaucoup de puissance et très visibles pour l'homme. [20]



Figure I.2. Foudre (*Photo Fédération Française de Montagne et d'Escalade*)

- **Aurore polaire** : les aurores polaires apparaissent, vues depuis la Terre, comme des taches ou des bandes de lumière, souvent striées, un peu comme des rideaux lumineux se balançant dans un courant d'air (figure I. 3). Elles sont surtout de couleur verte ou rouge. On peut les observer pendant plusieurs

dizaines de minutes. On les observe à des latitudes voisines de 70 degrés, c'est à dire en Scandinavie, au Nord de la Sibérie, au Canada, en Alaska, ou - au Sud - aux abords du continent Antarctique. Ces lumières aurorales sont émis à des altitudes comprises entre 80 et 150 kilomètres, dans l'ionosphère. La lumière des aurores provient des collisions entre des particules rapides provenant de la magnétosphère et les atomes et ions de l'ionosphère. Les aurores boréales sont les aurores polaires que l'on observe dans l'hémisphère Nord ; les aurores australes sont observées dans l'hémisphère Sud.

[20]



Figure I.3. Aurore boréale

- Beaucoup d'autres phénomènes naturels font intervenir les plasmas, mais se développent ailleurs que sur terre. Les étoiles, les comètes... peuvent être constituées de plasma et génèrent des vents de plasmas autour d'eux. En cela, l'élément que nous étudions a beaucoup marqué l'imagination commune ; l'homme a cherché à comprendre, puis à domestiquer ce phénomène.

I.3.3. Les premières expériences

C'est au XVIII^e siècle que l'on s'est rendu compte que la foudre et l'électricité étaient deux phénomènes liés. Les scientifiques de l'époque ont cherché à comprendre l'origine des phénomènes liés, notamment, à l'électricité statique. Ensuite, ils créèrent le vocabulaire pour expliquer ces phénomènes ; voici quelques expériences et étapes historiques marquantes dans la compréhension et la formalisation de ces phénomènes :

Expérience sur la foudre : lorsque les premières recherches en électrostatique furent menées, on remarqua assez vite que des éléments chargés de manière électrostatique émettaient des étincelles. Même si le phénomène électrique n'était pas bien connu (la polarité n'était pas connue), on rechercha un moyen d'exploiter ce phénomène (machine de Watson). C'est vers 1750, que l'Abbé Nollet et

Franklin énumérèrent les points communs entre la foudre et les étincelles qu'ils étudiaient. En 1752, Franklin fit une expérience qui permit de prouver le lien existant entre les deux phénomènes : l'expérience consistait à tenir un cerf-volant à l'aide d'un long fil humide à l'extrémité duquel il avait attaché une clef métallique. Il put constater la présence de petite étincelles qui lui permit de confirmer que de la foudre était de nature électrique.

Machine de Watson : dans le même temps, Watson utilisait une machine pour allumer des substances inflammables. Cette machine est composée de quatre globes de verre, frottés simultanément par des coussins fixes. Les charges étaient généralement transmises à une épée suspendue à des cordons de soie, au-dessus du flacon contenant le liquide à enflammer.

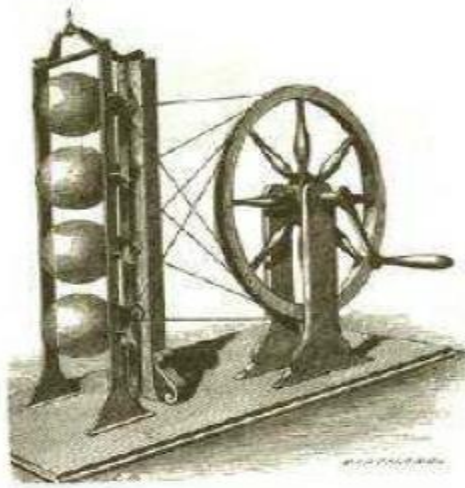


Figure I.4. Machine de Watson

- Au cours du XIX siècle, Faraday, qui travaillait à l'institution royale d'Angleterre, décrit beaucoup d'expériences et inventa les terminologies pour les expliquer. Il définit notamment, les termes « électrode », « anode », « cathode », « ion », « anion » et « cation ».

- Apparue après 1841, la lampe électrique à arc émet entre deux électrodes de graphite une lumière très brillante qui ne convient pas à l'usage domestique. Elle fut utilisée pour l'éclairage public avant d'être supplanté dans ce domaine par la lampe d'Edison

- le générateur de Van de Graaf a été mis au point vers 1930 pour produire de très hautes tensions (1MV). Le principe de fonctionnement est assez simple : un moteur entraîne une courroie qui transporte les charges électriques créées par frottement entre celle-ci et un matériau non-conducteur. Si ce type de générateur fut utilisé pour l'étude des accélérateurs de particules, aujourd'hui il sert

surtout à faire des présentations pédagogiques. La tension maximale atteignable dépend de la surface de la sphère (30kV par cm de rayon environ) et peut monter jusqu'à plusieurs millions de Volts.

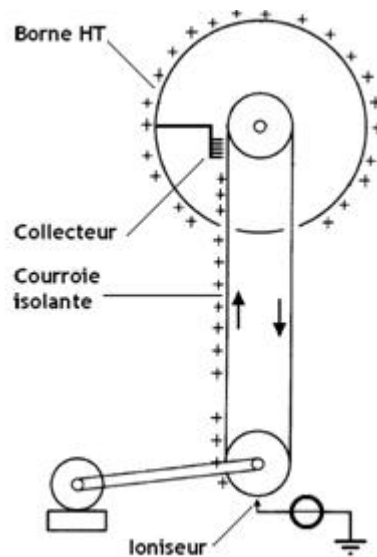


Figure I.5. Schéma du générateur de Van de Graaf [21]

On peut remarquer que depuis les origines et pendant longtemps, ce sont des générateurs électrostatiques qui ont été utilisés à des fins de recherche scientifique sur les phénomènes physiques liés aux claquages. La plupart des applications actuelles utilisent des générateurs électriques et sont utilisées à des fins industrielles

I.4. Mécanismes des décharges

I.4.1. Avalanche électronique

On considère deux électrodes planes placées dans un gaz et soumises à une tension élevée.

➤ Electron primaire :

Créé par ionisation grâce à des agents naturels tels que les rayonnements cosmiques et la radioactivité de la terre.

➤ Description de l'avalanche :

L'électron primaire e_0 accélère par le champ E entre en collision avec un atome $A1$ et l'ionise, $A1$ libère un électron et devient lui-même un ion positif. Les électrons e_0 et e_1 ionisent par collision deux atomes $A2$ et $A3$ qui libèrent deux électrons e_2 et e_3 . Ces quatre électrons entrent en collision avec 4 autres atomes qu'ils ionisent \Rightarrow avalanche électronique. La multiplication des électrons se poursuit suivant ce processus jusqu'à ce que l'avalanche arrive à l'anode (figure I.6).

➤ Remarque :

- L'avalanche prépare le chemin au claquage du gaz.

- Un atome ionise fournit un électron et devient lui même un ion positif ; Il y a autant d'électrons dans l'avalanche que d'ions positifs. Chaque collision ionisante produit une paire électron-ion positif.
- L'avalanche progresse dans le sens oppose au champ électrique (Cathode – anode).

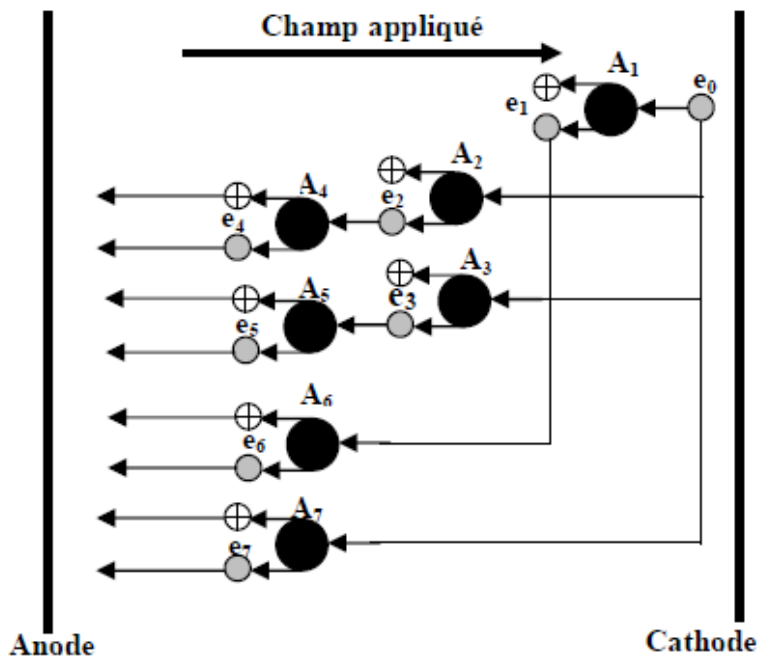


Figure I.6 . Avalanche électronique

I.4. 2. Charge d'espace

Les électrons plus rapides sont absorbés par l'anode, tandis que les ions positifs lourds et plus lents forment entre les électrodes un ensemble de charges qu'on appelle « Charge d'espace ».

I.4.3. Forme de la charge d'espace

Comme l'avalanche débute près de la cathode et finit sur l'anode, elle présente la forme d'un cône. Elle progresse dans le sens oppose a E (figure I.7).

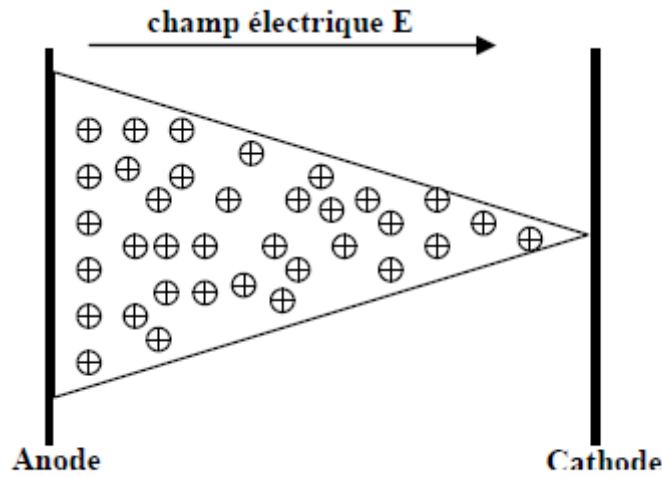
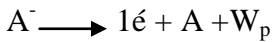


Figure I.7 . Forme de la charge d'espace

I.4.4. Détachement et recombinaison

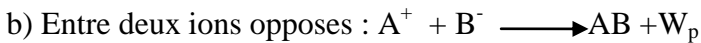
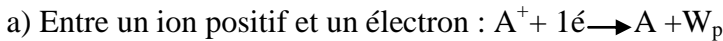
I.4.4.1. Détachement d'électron

Détachement : Quand l'ion négatif cède l'électron supplémentaire.



I.4.4.2. Recombinaison

Quand deux charges opposées se recombinent pour former une particule neutre (inverse de la photo ionisation)



I.5. Mécanismes de claquage des isolants gazeux

C'est dans le gaz que le mécanisme de claquage a été le mieux élucidé et des bases théoriques ont été élaborées. Le mécanisme de claquage dans les solides et les liquides n'est pas encore aussi bien établi.

I.5.1. Influence de la pression



Figure I.8. Influence de la pression.

Durant l'avalanche électronique les électrons rapides sont absorbés par l'anode, tandis que les ions positifs moins rapides forment dans le gaz une charge d'espace. La taille de la charge d'espace dépend de la pression du gaz :

➤ **Basse pression :**

Comme la densité atomique est faible, la charge d'espace est telle qu'elle génère un champ électrique E_c faible et négligeable \Rightarrow mécanisme de TOWNSEND.

➤ **Haute pression :**

La densité atomique est grande, la charge d'espace est volumineuse ; Elle crée un champ E_c Considérable qui joue un rôle important dans le claquage \Rightarrow mécanisme de STREAMER

I.5.2. Mécanisme de TOWNSEND (Basse Pression)

Pour les distances faibles (max. 1 m), la théorie de Townsend est valable pour des pressions inférieures à 0,1 à 1 atmosphère tandis que la théorie de Streamer est valable pour les hautes pressions (≥ 1 atm).

Phase 1 : Un électron primaire situé près de la cathode provoque une avalanche électronique primaire.

Phase 2 : Les électrons sont absorbés par l'anode tandis que les ions positifs bombardent la cathode avec leur énergie cinétique pour extraire des électrons secondaires.

Phase 3 : Les électrons (secondaires) émis de la cathode par bombardement créent de nouvelles avalanches secondaires et provoquent le claquage du gaz.

➤ **Remarque**

- Dans le mécanisme de Townsend, l'étincelle de la décharge se produit dès que la cathode émet des électrons secondaires.
- La décharge de Townsend se situe entre 10^{-8} et 10^{-6} A, elle est donc peu lumineuse. La Luminosité est à peu près uniforme dans tout l'espace compris entre les électrodes.

I .5.2.1. Coefficients α et γ

- Coefficient d'ionisation α : nombre d'électrons créés par ionisation par un électron sur 1 cm de parcours.
- Coefficient γ : nombre d'électrons secondaires émis par bombardement de la cathode par un ion positif.

Le premier coefficient de Townsend, appelé aussi coefficient d'ionisation, est plus élevé dans les gaz rares à cause de leur facilité d'ionisation (néon, argon, vapeur métallique...). Ce coefficient est par contre plus petit dans le cas des gaz électronégatifs.

I .5.2.2 La relation de Townsend

En 1914 Townsend a proposé l'introduire d'un coefficient d'ionisation α (appelé premier coefficient de Townsend) pour traduire mathématiquement ce phénomène d'ionisation [22]. Ce coefficient dépend du champ réduit E/N (avec N désignant la densité du gaz) et son inverse $1/\alpha$ représente le libre parcours moyen d'un électron entre deux collisions ionisantes. L'apparition d'un électron primaire au niveau de la cathode se traduit par l'arrivée de $e^{\alpha d}$ électrons au niveau de l'anode. Ce processus est appelé "avalanche électronique". La relation de Townsend s'écrit alors :

$$I = I_0 \cdot e^{\alpha d}$$

Avec I : courant (A)

I_0 : courant initial dû aux électrons primaires (A)

d : distance inter-électrode (m)

α : premier coefficient de Townsend (m⁻¹)

La probabilité de produire des électrons secondaires se traduit par l'introduction d'un second coefficient de Townsend γ . Le critère d'auto-entretien de la décharge (nombre adimensionnel) s'écrit alors :

$$\gamma \cdot (e^{\alpha d} - 1) = 1$$

C'est le critère de Townsend.

1.5.3. Mécanisme de STREAMER (Haute pression)

Le mécanisme se déroule comme suit :

Phase 1 : Un électron primaire se trouvant près de la cathode provoque une avalanche électronique primaire. La vitesse des électrons étant 100 fois environ supérieure à celle des ions, l'avalanche se développe comme un nuage d'électrons laissant derrière elle une charge d'espace positive (Figure I.9.a). Les électrons sont absorbés par l'anode, tandis que les ions positifs forment dans le gaz une charge d'espace positive. Le champ E_c de cette charge est maximal en tête d'avalanche (Figure I.9.a).

Phase 2 : Des électrons secondaires sont créés par photo-ionisation autour de la charge d'espace. Ces électrons provoquent en tête d'avalanche de petites avalanches secondaires (Figure I.9.b). Le champ de la CE renforce le champ entre la tête de l'avalanche et la cathode et crée également une composante radiale.

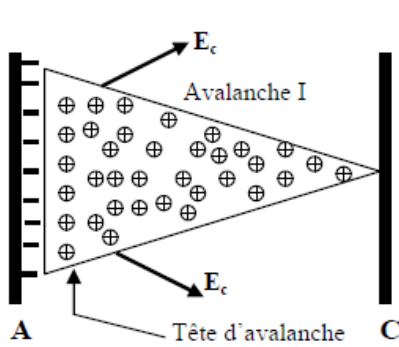


Figure I.9.a

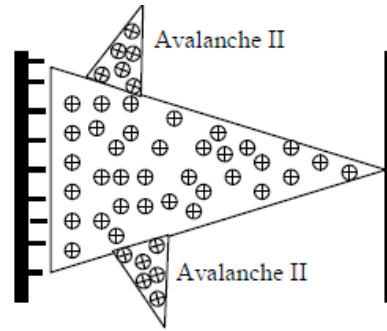


Figure I.9.b

Origine des électrons secondaires : La tête d'avalanche est le siège d'une importante activité (collisions entre électrons et ions positifs) qui est source de photons qui sont absorbés par le gaz environnant. En particulier, les molécules d'azote excitées peuvent émettre des photons ayant une énergie supérieure à 13 eV qui est suffisante pour ioniser les molécules d'oxygène dont l'énergie d'ionisation n'est que de 12,2 eV.

Phase 3 : La charge d'espace augmente en volume et devient un « Streamer ». De nouvelles avalanches secondaires viennent s'ajouter à l'avalanche primaire et le Streamer progresse (Figure I.9.c). Quand il touche la cathode, à ce moment se produit le claquage (Figure I.9.d).

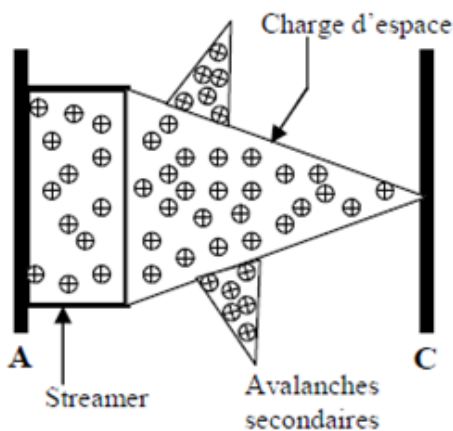


Figure I.9.c

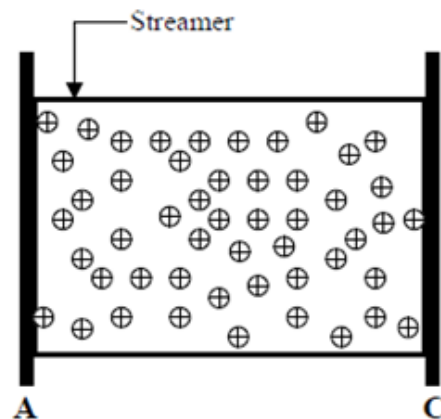


Figure I.9.d

I.6. Loi de Paschen

La tension d'alimentation minimale pour déclencher la décharge est appelée tension de claquage. Il existe une relation qui lie la valeur de cette tension de claquage à la pression du gaz et de la distance inter-électrode: la loi de Paschen. Cette loi est habituellement représentée par la courbe caractéristique $U_c = f(p.d)$, (figure I.10) où p est la pression et d la distance inter électrode, et dépend de la nature du gaz introduit. [22]

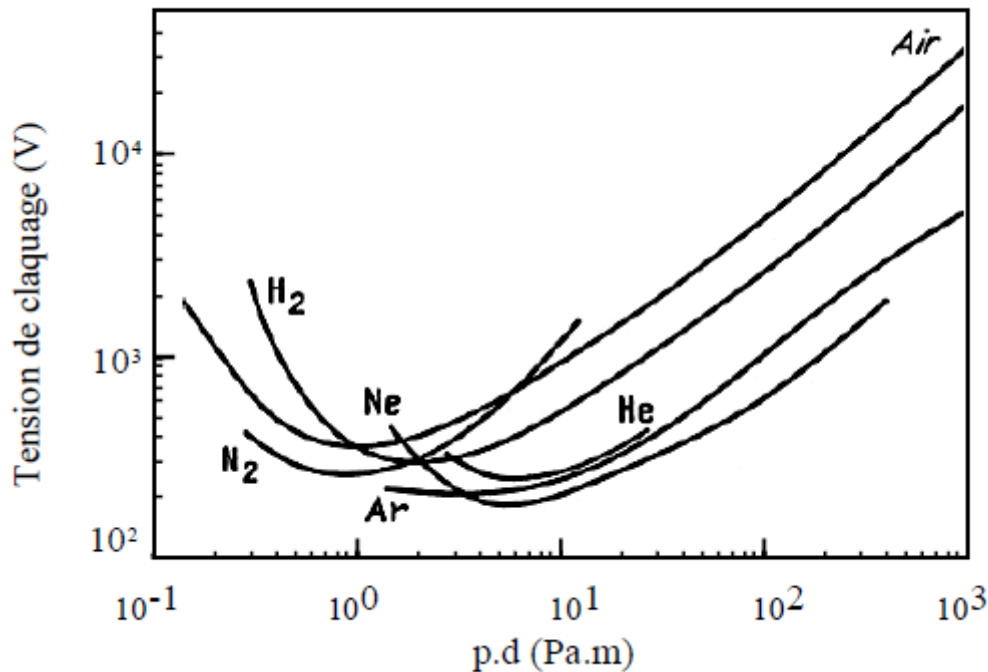


Figure I.10. Tension de claquage pour différents gaz en fonction du produit $p.d$ [22].

I.7. Différents types des décharges

I.7.1. Décharge électrique de surface

La décharge électrique de surface désigne une décharge qui se produit en contact avec la surface d'un diélectrique solide placé dans un fluide isolant. On peut distinguer deux catégories de décharges se produisant à la surface d'un solide isolant.

I.7.1.1. Les décharges à barrière diélectrique (DBD)

Les décharges à barrière diélectrique (DBD) ou les isolant gazeux et solide sont généralement en série entre les deux électrodes, la décharge se développe d'abord dans le volume du gaz avant qu'elle se propage sur la surface du solide (Figure I.11).

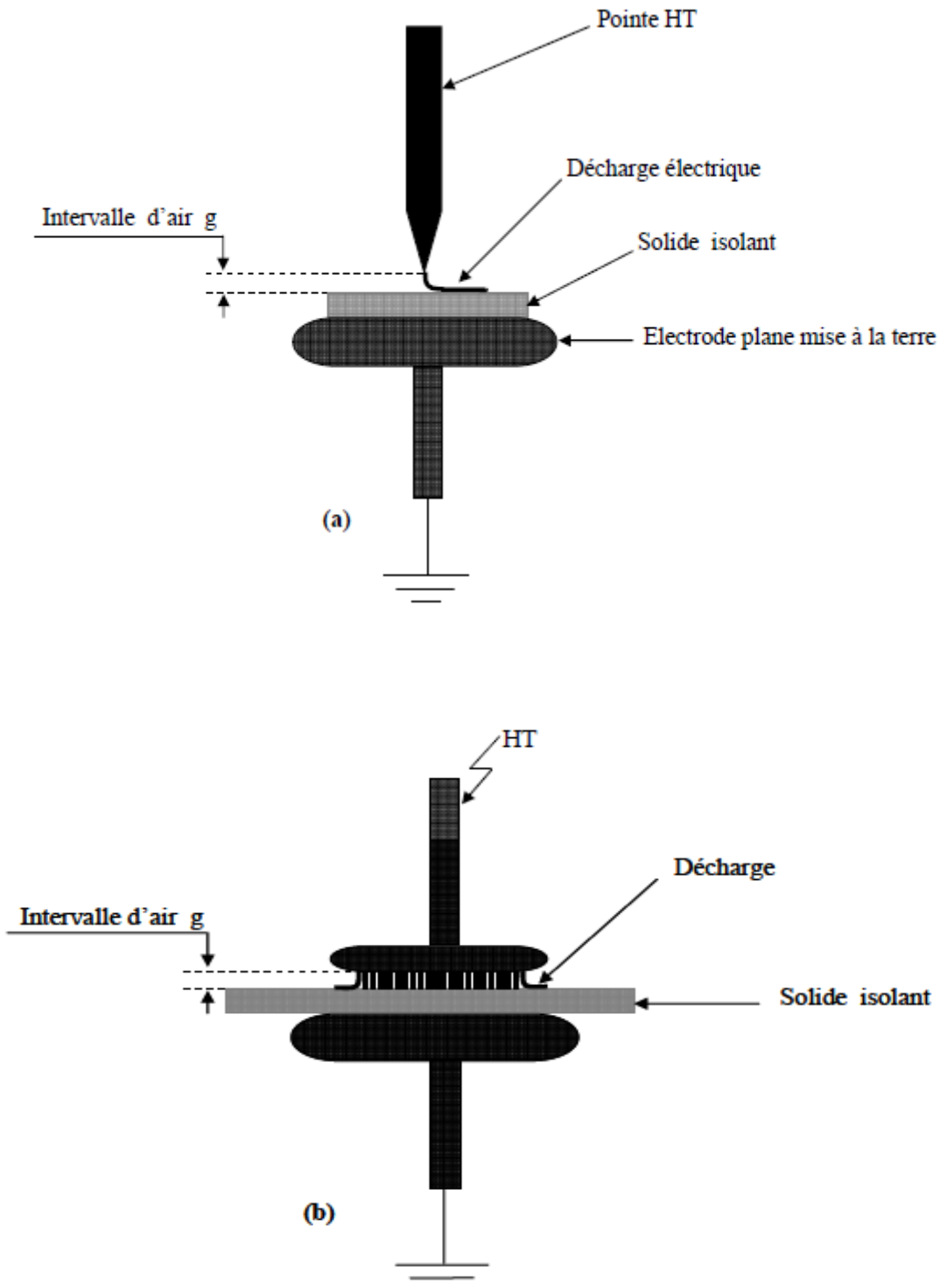


Figure I.11. Décharges à barrière diélectrique

a) système pointe-plan

b) système plan-plan

On distingue deux types de (DBD).

I.7.1.1.1. Décharges à barrière diélectrique volumique

Les décharges à barrière diélectrique volumique utilisent généralement des tensions alternatives à valeur moyenne nulle. Elles s'établissent entre deux électrodes séparées l'une de l'autre par un isolant.

I.7.1.1.2. Décharges à barrière diélectrique surfacique

Cette décharge est établie entre au moins deux électrodes placées de part et d'autre d'un diélectrique: elle est dite surfacique car il n'y a plus, comme précédemment, d'espace gazeux entre les électrodes (le diélectrique occupe tout l'espace inter-électrodes).

I.7.2. Décharges glissantes

Les décharges glissantes ou les deux électrodes sont en contact avec la surface du diélectrique solide. La décharge électrique prend naissance et se développe dans le gaz en restant en contact avec la surface de solide isolant sur laquelle se propage.[22]

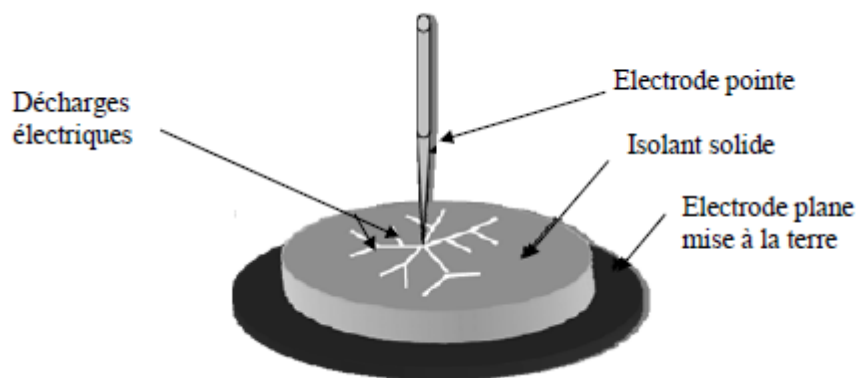


Figure I.12. Système à décharges glissantes

I.7.3. Décharges couronnes

Par le terme " décharge couronne ", on se réfère généralement à un ensemble de phénomènes se produisant, dans un milieu gazeux, au voisinage d'un conducteur de faible rayon de courbure, soumis à un champ électrique intense. Lorsque, au voisinage d'un fil mince et plus généralement au voisinage d'une surface à faible rayon de courbure, le champ électrique dans l'air atteint une certaine valeur, dite critique, les atomes s'ionisent et le phénomène se manifeste visuellement par l'apparition d'une gaine lumineuse entourant le fil comme une couronne de couleur bleu violette. C'est la l'origine historique de l'expression " effet couronne ".

On peut définir la décharge couronne comme l'ensemble des phénomènes liés à l'apparition d'une conductivité suite à l'ionisation d'un gaz entourant un conducteur porté à une haute tension

I.7.3.1. Tension d'apparition de l'effet couronne

I.7.3.1.1. Champ électrique critique (formule de Peek)

Pour évaluer le seuil de l'effet couronne à la surface de l'anode, Peek, en s'inspirant de la théorie de Townsend proposée en 1920, a suggéré pour la première fois une loi empirique établie en géométrie cylindrique dans l'air ambiant, et en tension alternative. Cette équation est appelée depuis la loi de Peek .

$$E_c = E_0 \delta m_1 m_2 \left(1 + \frac{0,308}{\sqrt{\delta r}} \right)$$

Avec : $E_0 = 30 \text{ kV/cm}$: Valeur de crête du champ électrique en conditions normales.

r : Rayon du conducteur en cm.

m_1 : Coefficient qui tient compte de l'état de surface du conducteur (l'irrégularité géométrique du conducteur).

m_2 : Coefficient qui prend en considération l'influence de la pollution des conducteurs

δ : Densité de l'air.

$$\delta = \frac{P}{P_0} \frac{273 + t_0}{273 + t}$$

$P_0 = 760 \text{ mm Hg}$, $t_0 = 25^\circ\text{C}$

Le terme $\left(1 + \frac{0,308}{\sqrt{\delta r}} \right)$ est appelé correction de Peek, il tient compte du fait que plus le rayon du conducteur est petit, plus il est difficile d'ioniser loin de ce conducteur. Cette difficulté d'ioniser est due au fait que le champ électrique décroît très rapidement en s'éloignant du conducteur.

I.7.3.1.2. Tension de seuil d'apparition de l'effet couronne

Il est plus intéressant de connaître U_c , (tension d'apparition de l'effet couronne) que E_c (champ critique d'apparition de l'effet couronne), ainsi on aura :

$$E_c = E_0 \delta m_1 m_2 \left(1 + \frac{0,308}{\sqrt{\delta r}} \right) r \text{Ln} \left(\frac{2h}{r} \right)$$

I.8. Application des décharges à couronnes

Dans cette section nous allons évoquer quelques usages des décharges à couronnes, en commençant par la plus ancienne :

I.8.1. production d'Ozone

L'ozone sert essentiellement au traitement de l'eau (dépollution), en éliminant les bactéries, les virus et les odeurs désagréable. La production d'ozone « O_3 » à pression atmosphérique, est réalisée à partir de l'air ($4N_2 + O_2$), de l'oxygène (moléculaire à son état fondamentale) « O_2 », ou d'autres mélanges gazeux composés d'oxygène et d'azote « N_2 » (moléculaire à son état fondamentale).

I.8.2. Traitement de surface

Le traitement de surface par plasma consiste à modifier l'état d'une surface par l'une des méthodes génériques : gravure, dépôt et la modification de la chimie de surface.

➤ Gravure

On peut à l'heure actuelle graver (réalisation de motifs dans le substrat par érosion de celui-ci) des plaques de silicium à des vitesses $4000\mu\text{m}/\text{min}$ en utilisant les DBD pour plasma.

➤ Dépôt en surface d'une couche mince d'un matériau donné (métal, semi-conducteur, diélectrique, polymère)

Les premières études ont été faites par Okazaki et al en 1950 ou ils ont montré qu'une décharge homogène à pression atmosphérique pouvait être utilisée pour polymériser des films organique de polytetrapoly-éthylène.

➤ Modification de la chimie de surface

La modification de la chimie de surface peut être la fonctionnalisation, le greffage, le dopage par implantation et diffusion ou stérilisation ; c'est à l'aide de plasmas froids que sont réalisées un grand nombre de membranes polymères.

I.8.3.Élimination de l'électricité statique

Dans l'industrie l'électricité statique est la source de dysfonctionnements gênants, car elle provoque des décharges néfastes aux dispositifs électroniques ou des collages de poussière sur des produits souhaités purs, c'est pourquoi la société Valitec a développé un système utilisant l'injection supersonique d'ions afin d'éliminer l'électricité statique dans de gros débits de production.

I.9. Avantage de la décharge couronne dans un réseau

Quand le champ superficiel dépasse le seuil critique, les charges créées par effet couronne éliminent par neutralisation une partie des charges du conducteur. Ceci provoque la diminution du champ superficiel et du potentiel du conducteur. On dit que l'effet couronne est un régulateur de tension. Donc la décharge couronne amortit les surtensions sur les lignes surtout les surtensions dues à la foudre. Lorsque l'effet couronne se produit autour du conducteur dans l'air environnant celui-ci acquiert une grande conductivité et le diamètre du conducteur tend à augmenter, ce qui

paradoxalement réduit le champ électrique. Des calculs récents effectués sur des modèles simulés d'une ligne de 220 kV soumise à une onde de choc 1,2/50 μ s simulant une surtension atmosphérique, l'atténuation de la surtension atteint 60% quand on s'éloigne de 7 km du point d'impact de cette surtension.

I.10. Problèmes liés aux décharges couronne

Les décharges couronnes peuvent produire des bruits audibles et des perturbations sur les fréquences radio, en particulier à proximité des lignes à haute tension. Elles représentent également une perte de puissance. Enfin, les réactions qu'elles provoquent dans l'atmosphère pourraient avoir un impact sur la santé. C'est pourquoi les installations de transport d'énergie sont conçues pour minimiser la formation des décharges couronne. Les décharges de couronne sont particulièrement à éviter dans :

- Les installations de transmission électrique où elles provoquent une perte d'énergie et du bruit
- La plupart des équipements électriques : transformateurs, machines électriques (aussi bien générateurs que moteurs), etc. où elles endommagent progressivement les isolants amenant à une détérioration prématurée dans équipements ;
- Toutes les situations nécessitant une tension importante mais où la production d'ozone doit être minimale.

I.11. Conclusion

Dans la première partie de ce chapitre nous avons donné quelques généralités sur les différents types isolants.

Dans la deuxième partie du chapitre, nous avons présenté les mécanismes des décharges électriques et les différents types : les décharges à barrière diélectrique, les décharges surfacique et décharge couronne avec leurs domaines d'application. Dans le chapitre qui suit, nous allons présenter les méthodes de caractérisation des polymères.

Chapitre II :
Méthodes de caractérisation
des polymères

II.1.Introduction

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

II.2.Les propriétés électriques des polymères

II.2.1. Résistivité superficielle

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

La résistivité superficielle est calculée par la relation:

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

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

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

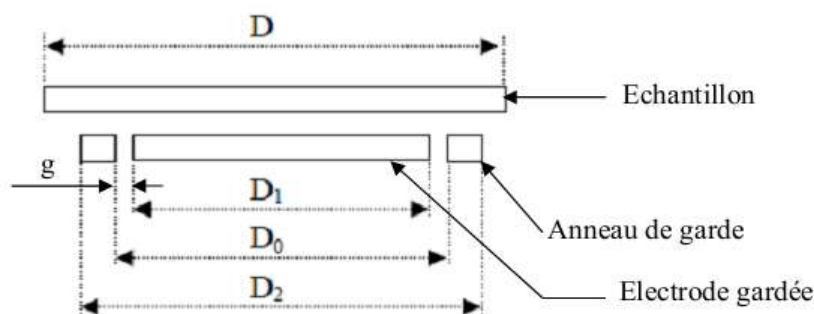


Fig. II.1 : Dimensions des électrodes

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

II.2.2 Rigidité diélectrique

La rigidité diélectrique d'un milieu isolant représente la valeur maximum du champ électrique que le milieu peut supporter avant le déclenchement d'un arc électrique (donc d'un

court-circuit). On utilise aussi l'expression champ disruptif. Pour un condensateur, quand cette valeur est dépassée, l'élément est détruit. La valeur maximale de la tension électrique appliquée aux bornes, est appelée tension de claquage du condensateur.

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

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

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

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

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

Avec :

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

d : épaisseur de l'isolant (mm).

II.2.3 Permittivité et facteur de dissipation diélectrique

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

$$\epsilon_r = C_x / C_v$$

La permittivité absolue ϵ est le produit de la permittivité relative ϵ_r par la permittivité du vide ϵ_o :

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

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

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

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

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

II.3 Caractérisation physico-chimique

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

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

La spectroscopie infrarouge dans le domaine de longueur d'onde de l'infrarouge moyen (entre 2.5 et 25 μm) 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 cm^{-1}). (figure II.2).[23]

II.3.2 Principe

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

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

II.3.3 Détecteur d'infrarouge

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

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

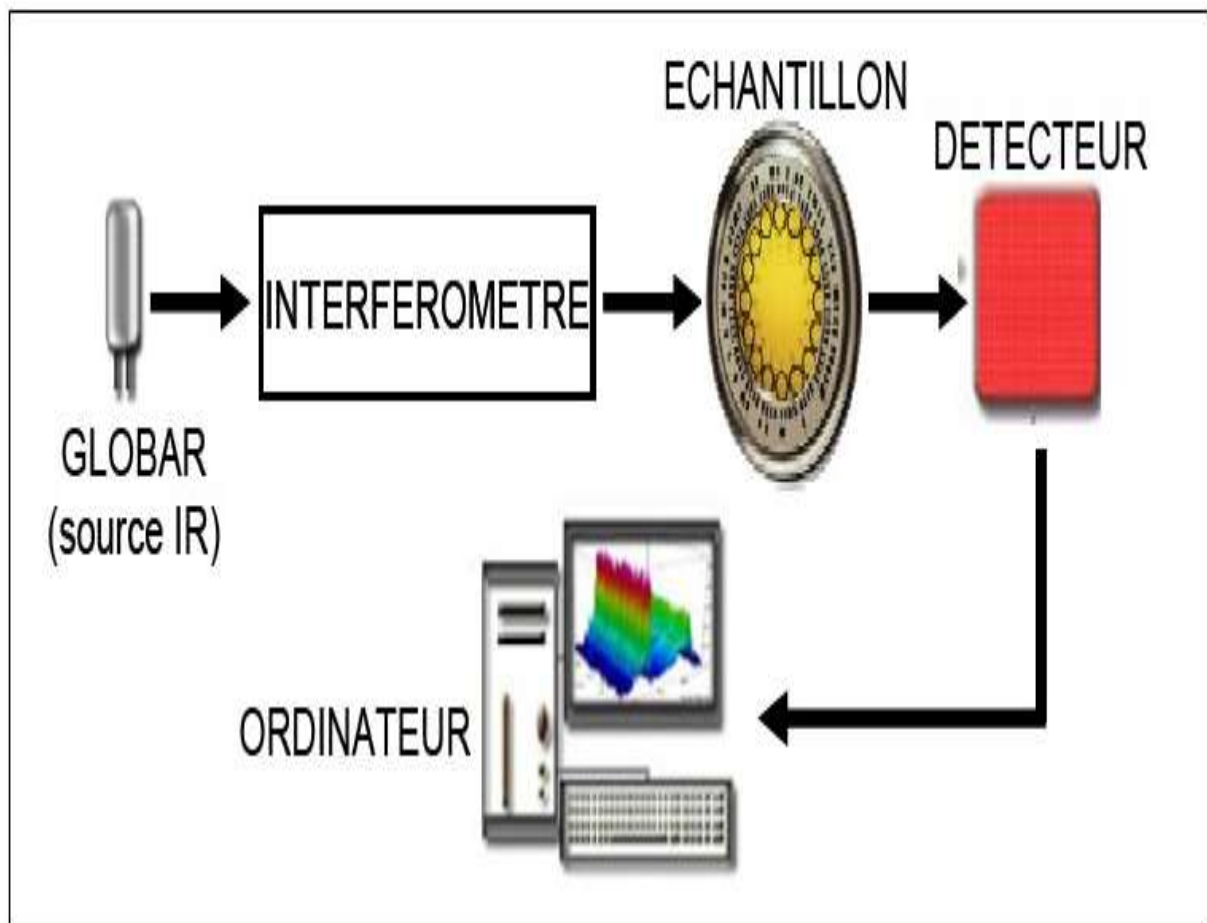


Figure II.2 : Schéma de principe d'un spectromètre FT-IR

L'interféromètre

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

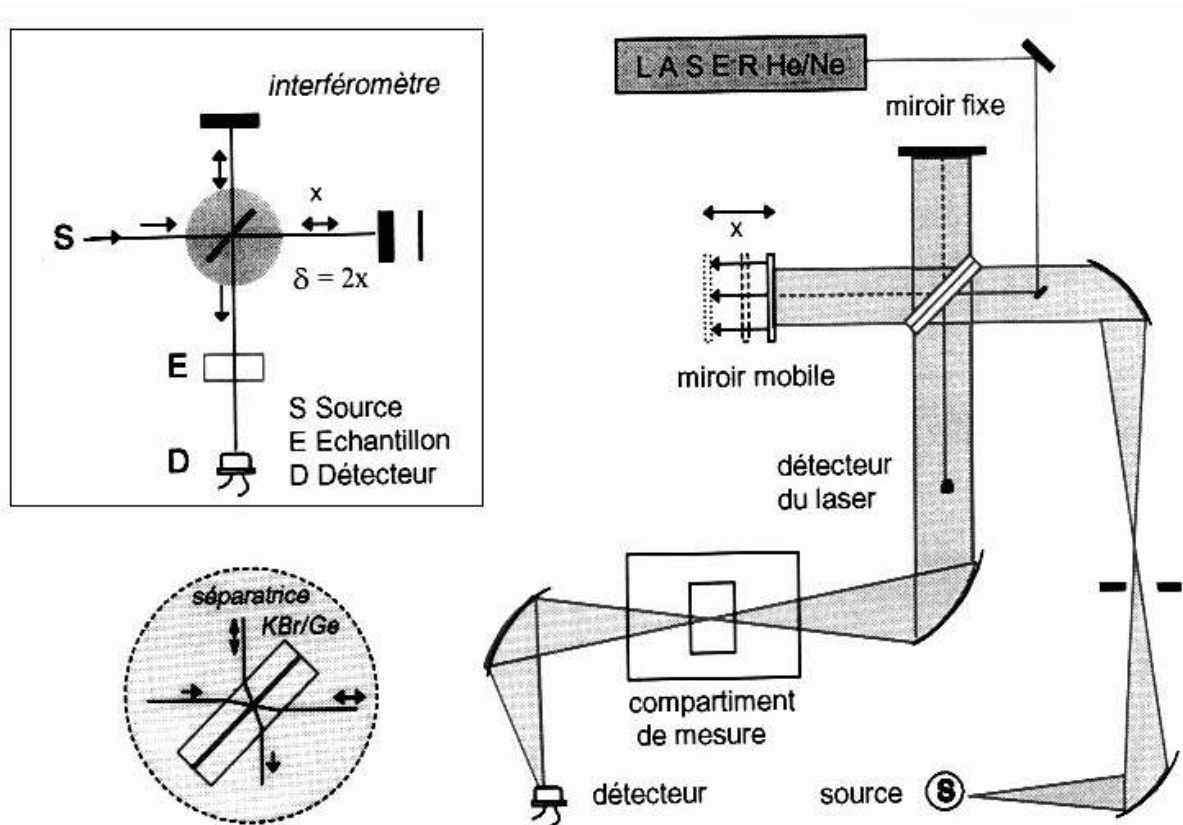


Figure II.3 :L'interféromètre de Michelson et chemin optique dans le Spectromètre TF-IR

II.3.4 Applications

Les infrarouges sont utilisés dans de nombreux domaines :

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

II.4.Observation microscopique (MEB)**II.4.1 Historique**

Les premiers travaux décrivant le principe du microscope électronique à balayage remontent à 1935 et sont dus à l'ingénieur allemand Max Knoll (1897-1969). Par la suite, le scientifique allemand Manfred Von Ardenne construisit en 1938 la première microscopie à balayage par transmission en ajoutant des bobines de balayage au microscope électronique en transmission. En 1942 le physicien et ingénieur russe Vladimir Zworykin a utilisé microscope électronique à balayage pour examiner la surface de l'échantillon.

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

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

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

II.4.2 Analyse microscopique

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

Parmi toutes les particules utilisables pour construire une image (protons, photons, rayons X, électrons, etc.), les électrons constituent le meilleur choix. Ils sont, en effet, faciles à obtenir par chauffage sous vide d'un filament métallique, ils sont accélérés par un champ électrostatique et leur charge électrique les rend capables d'être déviés, c'est-à-dire focalisés par les champs électrostatiques ou électromagnétiques.

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

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

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

La figure VI.8 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.

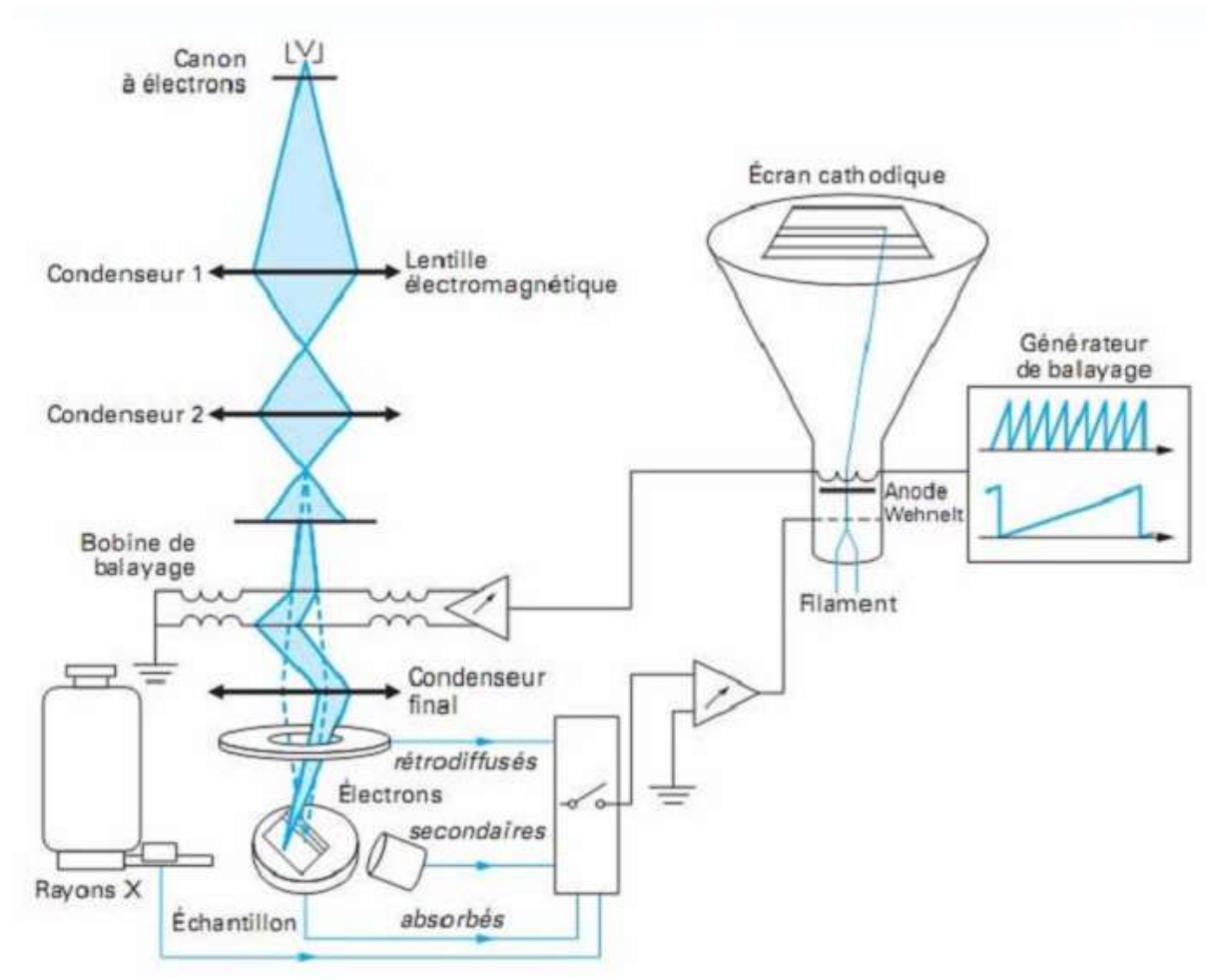


Fig. II.4 : Schéma de principe d'un microscope électronique à balayage (MEB) [23]

II.4.4 Principe de fonctionnement du MEB

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

II.4.5 Les électrons secondaires

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

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

II.4.6 Les électrons rétrodiffusés

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

II.4.7 Les rayons X

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

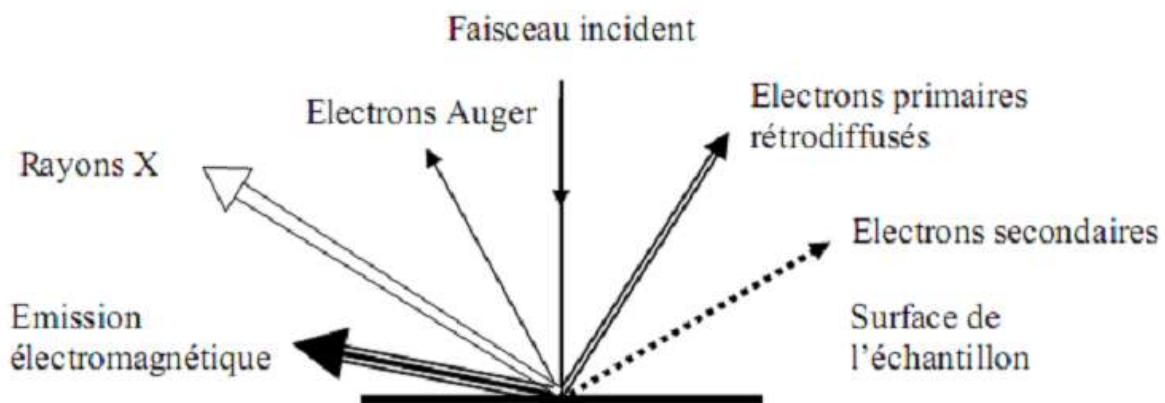


Figure II.5 : Signaux produits par l'interaction d'un électron primaire avec l'échantillon

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

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

II.5. Propriétés mécaniques

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

II.5.1 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..

La loi d'élasticité est la loi de Hooke :

$$\Sigma = E\varepsilon$$

où :

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

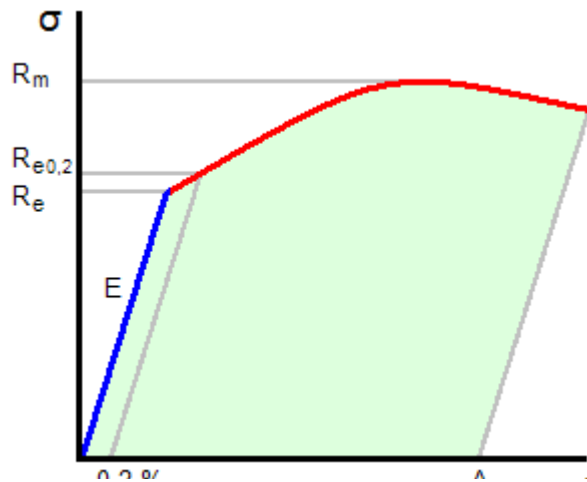


Figure II.6 :Diagramme contrainte-déformation

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

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

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

II.6. Propriétés thermiques

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

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

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

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

II.6.1 Dilatation thermique

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

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

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

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

α : coefficient de dilatation linéaire.

L : longueur d'un échantillon dilaté à T.

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

II.6.2 Claquage thermique

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

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

Les pertes diélectriques sont plus importantes en tension alternatives qu'en tension continue vue 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.

II.7. Conclusion

Nous avons vu dans ce chapitre les différents types de caractérisation des polymères isolants (électriques, physico-chimiques, mécaniques, thermiques), cela nous donnera une meilleure compréhension sur le comportement des matériaux soumis à une contrainte externe (Décharge couronne, 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 dans lesquelles s'effectueront les essais.

Chapitre III :

Matériau et méthodes

III.1. Introduction

Dans ce chapitre on va présenter le matériau étudié : le polyméthacrylate de méthyle (PMMA), ses propriétés et le dispositif expérimental utilisé pour effectuer les essais de vieillissement sous décharges couronne au laboratoire haute tension de Tizi-Ouzou.

III.2. Polymère**III.2.1. Définition**

Le polymère est un mot qui vient du grec « pollus » plusieurs, et « meros » partie. Un polymère est une macromolécule, organique ou inorganique, constituée de l'enchaînement répété d'un même motif, le monomère (du grec monos : un seul ou une seule, et meros ; partie), reliés les une aux autres par des liaisons covalentes.

III.3. Présentation du matériau étudié

Le polymère étudié dans cette étude est un matériau amorphe obtenu par polymérisation des monomères vinyliques. La polymérisation de ce matériau est obtenue par le processus de polymérisation radicalaire dans laquelle le centre actif est un radical.

III.4. Polyméthacrylate de méthyle (PMMA)

Le polyméthacrylate de méthyle (PMMA) est plus connu sous son premier nom commercial de Plexiglas, est un polymère thermoplastique transparent obtenu par polymérisation radicalaire. La cohésion est assurée par des enchevêtrements de chaînes ainsi que des liaisons faibles de type hydrogène et van der Waals. Le PMMA est un matériau très répandu qui présente une excellente transparence et qui a fait l'objet de nombreuses études.

III.4.1. Le principe de production du monomère MAM

Nous donnons dans ce qui suit le principe de fabrication des monomères constituant le PMMA et dénommés MAM. Le produit de départ est une cyanhydrine (obtenue à partir du propanone et d'acide cyanhydrique). Cette cyanhydrine est convertie (réaction 1, figure III.1) par l'acide sulfurique, sur la méthacrylamide. Ensuite l'action du méthanol en excès, en milieu acide sulfurique, sur la méthacrylamide fournit alors le méthacrylate de méthyle MAM (réaction 2, figure III.2).

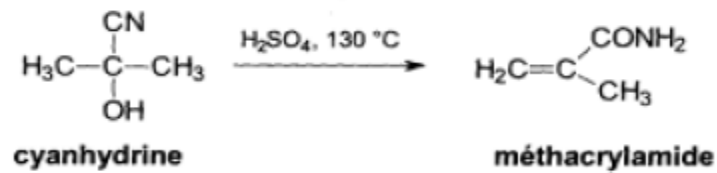


Figure III.1. Réaction 1



Figure III.2. Réaction 2

III.4.2. préparation du polyméthacrylate de méthyle

Le PMMA est un polymère vinylique, fabriqué par polymérisation radicalaire à partir du monomère méthacrylate de méthyle (MAM), comme la montre la figure III.3.

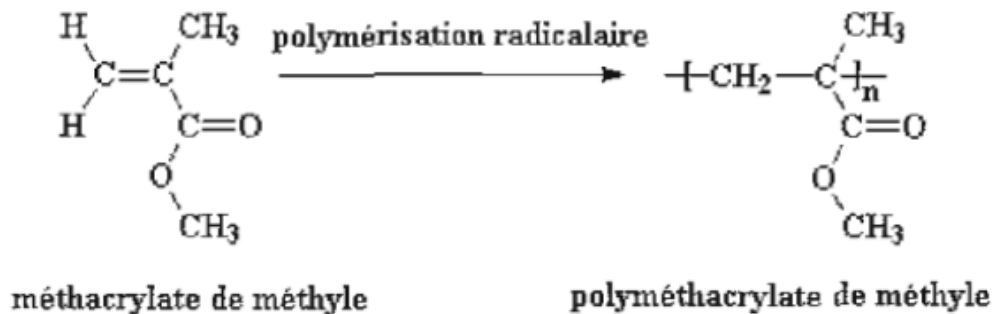


Figure III.3 . Préparation du polyméthacrylate de méthyle

III.4.3. Propriétés du polyméthacrylate de méthyle

III.4.3.1. Propriétés thermiques

- Température d'utilisation en continu : 85°C ;
- Température de déformation sous charge de 1,85N/mm² : 105°C ;
- Température de transition vitreuse : 110 à 135°C ;
- Conductivité thermique : 0,18 W/°C ;
- Point de fusion : 210°C

III.4.3.2. Propriétés chimiques

Le PMMA est sans odeur et inchangé par :

- Les solutions de la plupart des produits chimiques, acides organiques et minéraux .
- Les solutions alcalines diluées.

Le PMMA est attaqué par :

- L'acétone , l'alcool éthylique ;
- Le chlore liquide, le phénol ;
- L'ammoniaque ;
- L'eau oxygénée à plus de 40 %, l'essence térébenthine, les hydrocarbures et le méthanol à 3%

Si dans la structure du PMMA les groupes de méthyle(CH_3) attachés aux atomes de carbone sont remplacés par les atomes simples d'hydrogène, on obtient l'acrylate de polyméthyle, un matériel caoutchouteux mou blanc.

III.4.3.3. Propriétés physiques du PMMA

Le PMMA possède les propriétés physiques suivantes :

- Il est léger et sa densité est de $1,19 \text{ g/cm}^3$, environ la moitié de celle du verre ;
- Il ne se brise pas car il est doté d'une grande résistivité aux chocs ;
- L'angle de réflexion de lumière est de 41° à 42° , ce qui permet la réalisation de fibre optique.

III.4.3.4. Propriétés mécaniques du PMMA

- Le polyméthacrylate de méthyle est rigide à température ambiante. Il est dur et cassant (rupture au choc de 0,2 à 0,3 J/cm avec un faible allongement à la rupture en traction de 4 à 10 %)
- Le PMMA présente une grande résistance au vieillissement
- Sa contrainte de rupture à la flexion est de 9 à 12 daN/mm²
- Contrainte maximale de compression : 97 à 117 MPa

III.4.3.5. Propriétés électriques du PMMA

Les principales propriétés du PMMA sont résumées ci-dessous .

- Rigidité diélectrique de 15 à 20 kV/mm ;
- Résistance superficielle 10^{15} à $10^{16}\Omega$;
- Résistance transversale 10^{15} à $10^{16}\Omega.cm$;
- Facteur de pertes diélectriques : Il est de l'ordre 10^{-2} pour une fréquence de 50Hz ;
- Permittivité relative pour une fréquence de 50 Hz 3.3

III.5. Utilisation du PMMA

On distingue :

- enseigne, bandeaux lumineux, panneaux signalétiques et publicitaires ;
- PLV, présentoir, gravure, ameublement, agencement de magasin, décoration ;
- pièces industrielles ;
- accessoires de sécurité ;
- balle de contact ;
- prothèse dentaire ;
- implant en ophtalmologie ;
- membranes pour hémodialyseurs... ;
- fibres optiques ;
- art (objets design, sculpture) ;
- lentilles d'appareils photographiques économiques (jetables) - la polymérisation en masse permet l'obtention de pièces sans contraintes internes, possédant donc un indice de réfraction constant et isotrope ;
- support d'impression directe avec encres UV pour les tableaux photographiques ;
- instruments de musique : certains modèles de batteries (Ludwig et Tamburo, entre autres) ;
- réservoir de cigarettes électroniques.

Le PMMA possède de nombreux avantages dont deux principaux : il est transparent et résistant. Il peut remplacer le verre dans la fabrication de vitres car il permet une excellente transmission de la lumière. Il transmet jusqu'à 92 % de la lumière visible, soit plus que le

verre. Pour sa résistance aux ultraviolets, il est utilisé pour les vitrages, les protections de tuiles ou certains éléments de voiture (feux arrière).

III.6. Recyclage du PMMA

Le PMMA peut être fondu puis remoulé, mais c'est surtout par dépolymérisation qu'il peut être recyclé facilement. Par chauffage, le PMMA redonne son monomère de départ, le MMA. Celui-ci peut alors être réutilisé pour une nouvelle polymérisation.

III.7. Différents types du PMMA

➤ PMMA choc

Pour renforcer les propriétés du PMMA, tout en restant transparent, on ajoute un élastomère à base d'acrylate de butyle préparé en polymérisation en émulsion dont l'indice de réfraction est proche de celui du PMMA.

➤ PMMA chaleur

L'acide méthacrylique est utilisé pour améliorer la tenue thermique de la pièce finie.

III.8. Préparation des échantillons

Pour nos essais, nous avons préparés des échantillons sous forme des disques de diamètre de 3 cm et d'épaisseur 3 mm à l'aide d'un laser. Pour les films, nous avons dissout des morceaux de PMMA dans l'acétone (C_3H_6O) jusqu'à obtention d'une solution (gel transparent), en suite nous avons étalé la solution obtenue sur des disques en verre à l'aide d'une lame. Après quelques heures, l'acétone s'est évaporée ce qui a permet la formation d'un film ayant une épaisseur très fine de l'ordre de quelques micromètres.

III.9. Conditions d'essais

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

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

Dans nos essais, nous avons utilisé une tension de 12 kV.

III.10. Dispositif expérimental

Le schéma du dispositif expérimental utilisé dans cette étude est représenté sur la figure III. 4. Les décharges électriques ont été obtenues en alimentant les deux électrodes à l'aide d'une tension alternative délivrée par un transformateur d'essai figure III.5, dont les caractéristiques sont: $U = 100 \text{ kV}$, $f = 50 \text{ Hz}$, $S = 10 \text{ kVA}$, la variation de la tension se fait à l'aide d'un autotransformateur qui se trouve au niveau du pupitre de commande figure III.6.

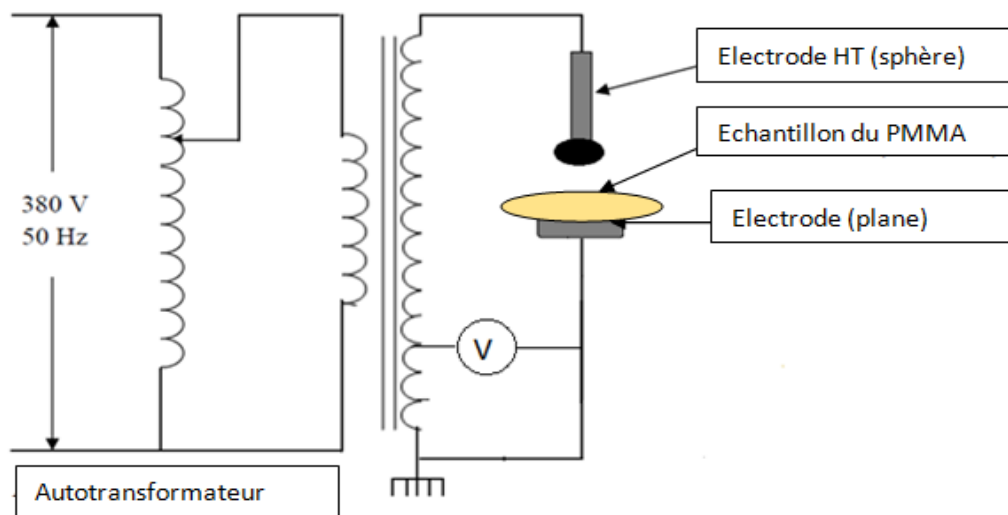


Figure III.4. Schéma de dispositif expérimental



Figure. III.5. Transformateur d'essai

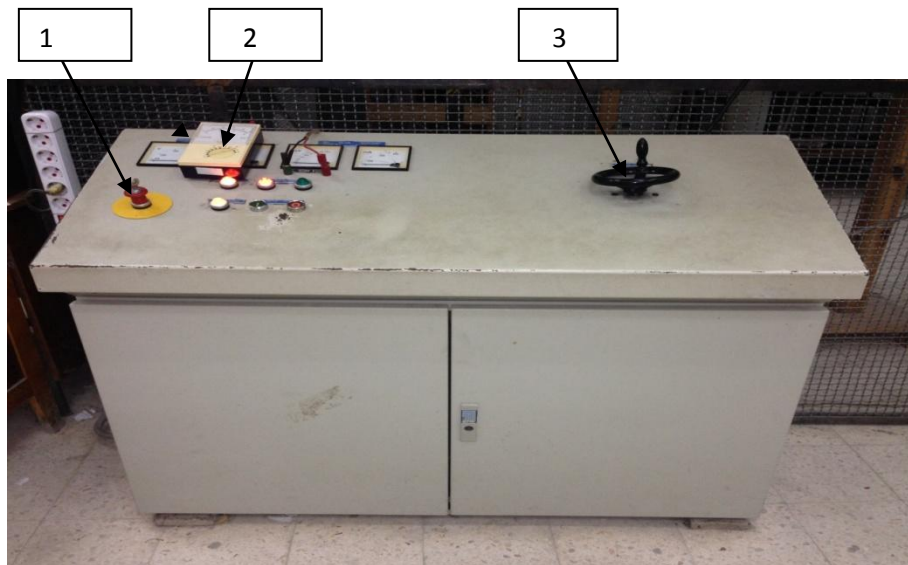


Figure III.6. Le pupitre de commande

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

Une tension U est appliquée à l'électrode haute tension en forme de sphère de 6 mm de rayon, l'électrode plane étant mise à la terre. L'échantillon de PMMA, placé en série avec un intervalle d'air d'épaisseur d , est ainsi soumis à des décharges dans un système sphère-plan.

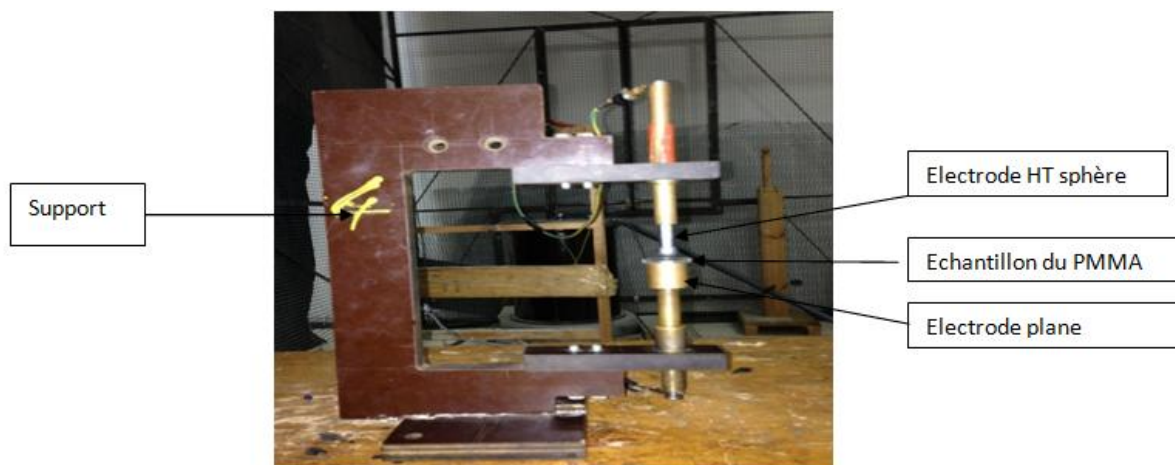


Figure III.7. Dispositif expérimental

III.11. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons donné les généralités sur les polymères et le polymère utilisé dans notre essai, les propriétés de poly méthacrylate de méthyle (PMMA), et nous avons décrit les équipements utilisés dans nos investigations expérimentales. Dans le chapitre suivant, nous allons présenter et interpréter les résultats obtenus.

Chapitre IV :

Résultats et interprétations

IV.1. Introduction

Dans ce chapitre nous allons présenter dans un premier temps, les résultats de mesures effectuées et leurs interprétations. L'expérimentation consiste en l'étude de l'influence du vieillissement électrique (décharge couronne) et la fréquence sur les paramètres diélectriques (résistivité, permittivité et facteur de pertes), ainsi que l'angle de contact. En second, nous allons mettre en évidence la dégradation du matériau par une analyse microscopique (MEB) et la transformée de Fourier à infrarouge (FTIR).

IV.2. Méthodes de calcul

Le LCR mètre nous donne les valeurs de la résistance (R), la capacité (C). Donc pour le calcul de la résistivité (ρ) et de la permittivité (ϵ_r) on utilise les méthodes de calcul suivantes :

IV.2.1. Résistivité

$$\rho = \frac{R.S}{e} \quad [\text{k}\Omega \cdot \text{Cm}], \text{ avec :}$$

R : la résistance du solide en k Ω .

S : la surface de l'électrode en Cm²

e : l'épaisseur de l'isolant en Cm.

IV.2.2. Permittivité relative

$$\epsilon_r = \frac{C.e}{\epsilon_0} \quad , \text{ avec}$$

ϵ_0 : La permittivité du vide.

$$\epsilon_0 = 8.85 \cdot 10^{-12} \text{ F/m}$$

IV.2.3. Facteur de pertes diélectriques

Le facteur de pertes est donné directement par le LCR mètre.

IV.2.4. Angle de contact et travail d'adhésion

- *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.1. 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 interfaciales : solide-vapeur γ_{SV} , solide-liquide γ_{SL} et liquide-vapeur γ_{LV} . Des considérations géométriques simples, indiquées sur la figure IV.1, mènent à l'équation de Young [24,25]:

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

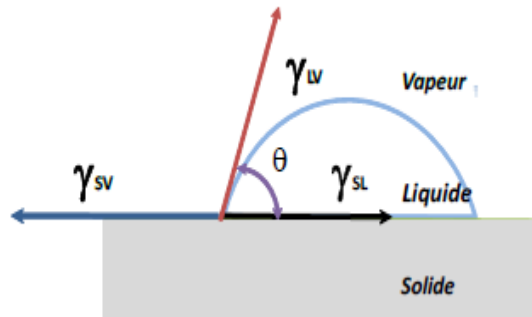


Fig. IV.1. Angle de contact et tensions interfaciales

- **Travail d'adhésion**

La notion de travail d'adhésion ou l'énergie d'adhésion W_{SL} a été introduite par Dupré [26] 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 :

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

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

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

γ_{LV} : énergie superficielle correspondant à l'interface liquide gaz (pour l'eau :

$$\gamma_{LV} = 72,8 \text{ mJ/m}^2).$$

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.

IV.3. Présentation des résultats obtenus

Nous avons fait vieillir les échantillons du PMMA sous décharges couronne avec une tension de 12kV dans des intervalles de temps différents (0, 2, 4, 6 et 8h) puis à l'aide du LCR mètre on mesure le facteur de perte, la capacité et la résistance R en variant la fréquence de 500 à 10000Hz, les résultats obtenus sont représentés sur les graphes suivants :

IV.3.1. La résistivité

La figure IV.2 montre la variation de la résistivité superficielle en fonction de la fréquence pour les différents temps de vieillissement.

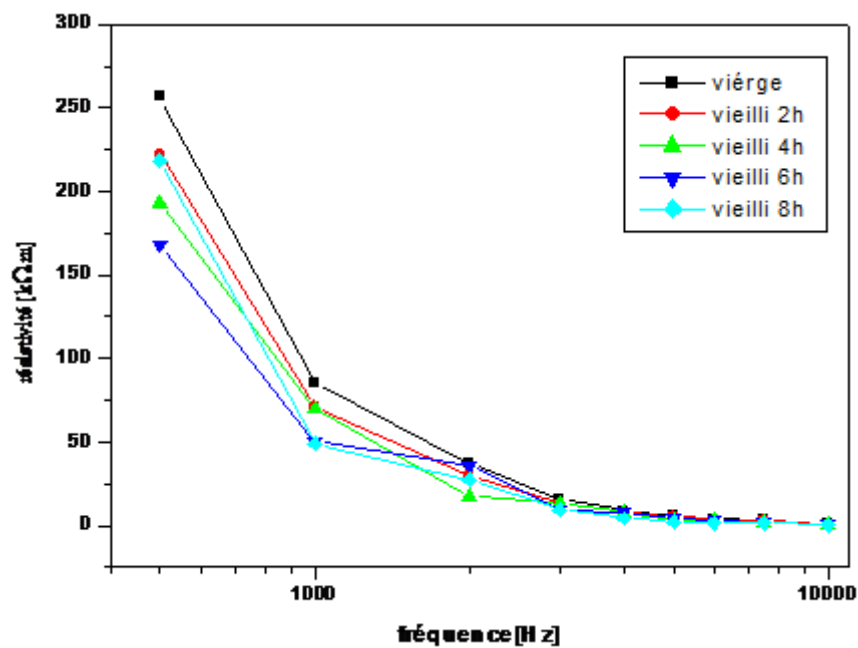


Figure IV.2. Variation de la résistivité en fonction de la fréquence

IV.3.2. La permittivité

La figure IV.3 montre la variation de la permittivité relative en fonction de la fréquence pour les différents temps de vieillissement.

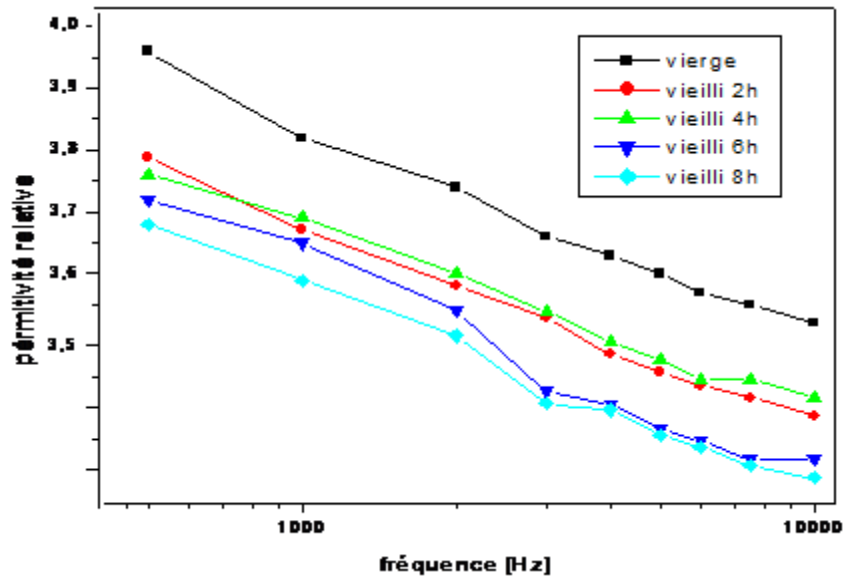


Fig.IV.3.Variation de la permittivité relative en fonction de la fréquence

IV.3.3. Facteur de pertes

La figure IV.4 montre la variation du facteur de pertes diélectriques en fonction de la fréquence pour les différents temps de vieillissement.

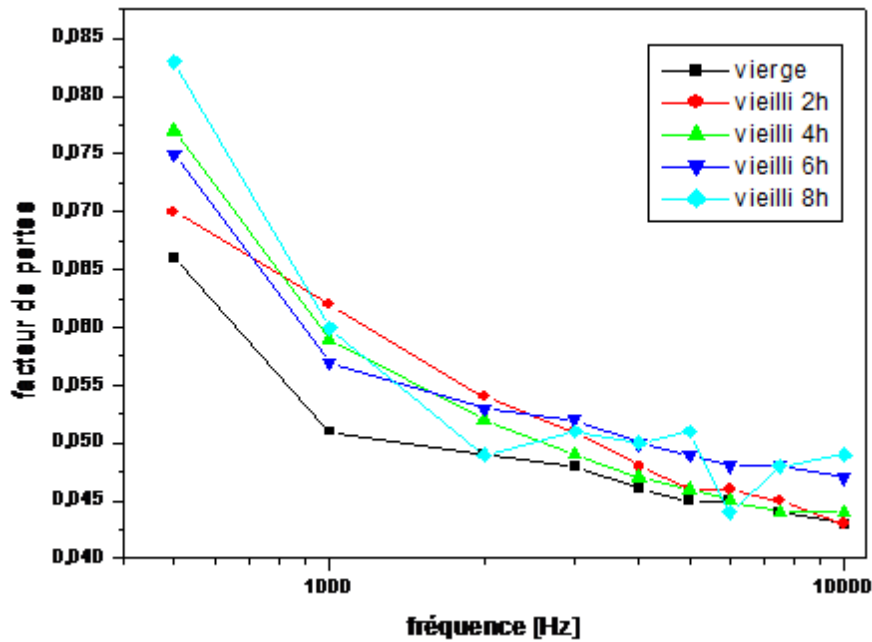


Fig. IV.4.Variation du facteur de pertes en fonction de la fréquence.

IV.4. Interprétation des résultats

Les précédentes figures montrent l'influence de la fréquence et la durée de la tension appliquée (temps de vieillissement) sur les paramètres diélectriques du PMMA (résistivité, permittivité relative et facteur de pertes).

Les figures (IV.3), et (IV.4) ; montrent que les valeurs de la permittivité réelle, celle calculée (ϵ_r') et la permittivité imaginaire (ϵ_r'') qui représente physiquement le facteur de dissipation ($\tan\delta$), diminuent avec l'augmentation de la fréquence.

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 ϵ_r'' tend à s'annuler. Avec l'augmentation de la fréquence le facteur de dissipation ϵ_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 500 à 10^4 Hz, situant ainsi dans une zone haute fréquence après le seuil.

Ceci peut être interpréter avec cette relation :

$$\tan\delta = \frac{1}{C\omega R}$$

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

Quant f augmente $\tan\delta$ diminue. Et quand la fréquence tend vers les hautes fréquences ϵ_r'' tend à s'annuler.

- **Influence de fréquences sur la résistivité :**

La figure (IV.2), montre que l'augmentation de la fréquence induit à une diminution dans les valeurs de la résistivité.

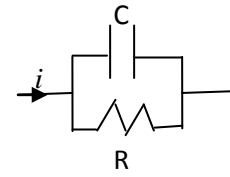
La résistivité est déduite de la mesure de la résistance à l'aide d'une relation qui dépend de la fréquence :

Pour un condensateur, $C^* = C_0(\epsilon_r' - i\epsilon_r'')$

L'admittance d'un tel condensateur est :

$$Y = i \omega C = \omega C_0 \varepsilon_r'$$

Elle est équivalente à l'admittance du circuit suivant :



$$\text{Où : } Y = \frac{1}{R} + i \omega \varepsilon_r'' \text{ avec } C = \varepsilon_r' \omega$$

$$R = \frac{1}{C_0 \varepsilon_r'' \omega}$$

Donc :

$$\rho = \frac{s}{\varepsilon_r'' C_0 \omega e}$$

Donc la résistivité est aussi inversement proportionnelle à la fréquence.

IV.5. Mesure de l'angle de contact et travail d'adhésion

Après chaque deux heures de vieillissement des échantillons de PMMA sous décharges couronne, 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 μl afin d'éviter l'effet de la gravitation sur la valeur de l'angle de contact. Entre 2 et 8 μl , l'angle de contact d'une goutte d'eau distillé est indépendant du volume de la goutte d'eau [27]. Des photos de la goutte d'eau sont prises à l'aide d'une caméra numérique (figures IV.5 et IV.6) 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.

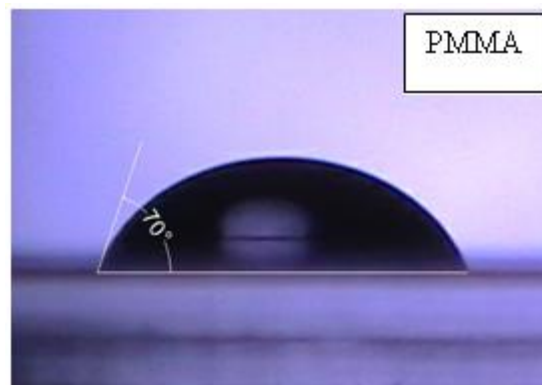


Fig.IV.5 Angle de contact d'une goutte d'eau sur un échantillon vierge du PMMA

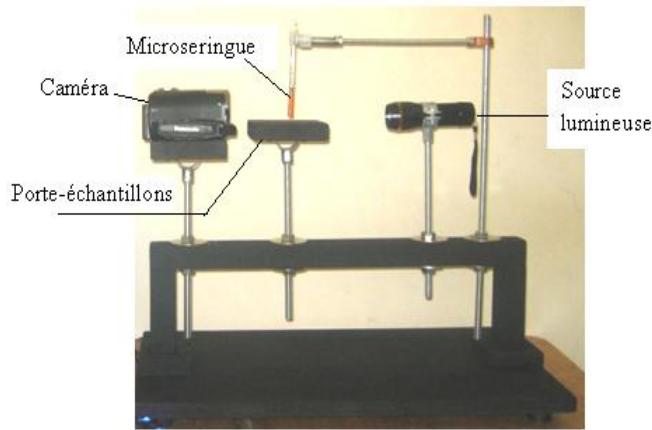


Fig.IV.6. Dispositif de mesure de l'angle de contact.

La figure IV.5 montre qu'à l'état vierge, la goutte d'eau s'étale plus sur la surface du PMMA. Avec le vieillissement, nous remarquons (figure IV.7), l'angle de contact décroît après le traitement par décharge couronne, passant de 70 degrés pour un échantillon non traité à 41 degrés après 6 heures sous décharges.

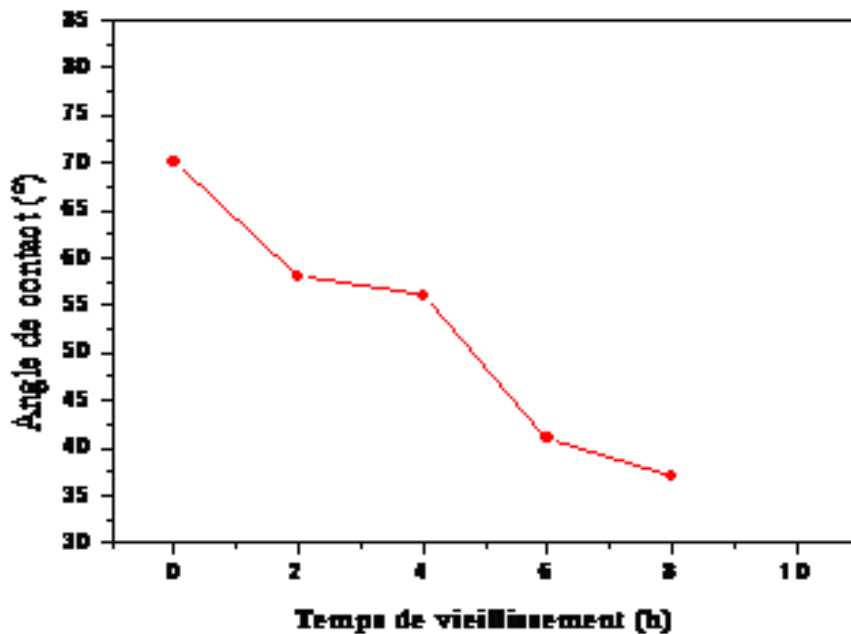


Fig.IV.7. Variation de l'angle de contact en fonction du temps de vieillissement

L'augmentation de la mouillabilité avec le temps de traitement est expliquée par une modification de la surface du polymère (PMMA) sous l'action d'espèces neutres activées produites par la décharge couronne. Ces espèces réagissent avec la surface de l'échantillon pour créer des entités chimiques fonctionnelles responsables de l'augmentation de la mouillabilité [32].

La figure IV.8 montre la variation du travail d'adhésion en fonction du temps de vieillissement.

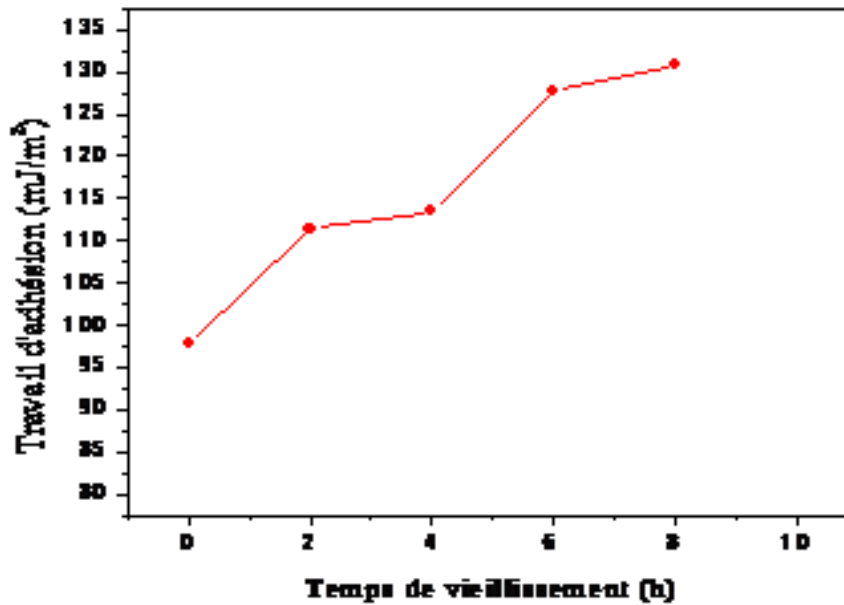


Fig.IV.8. Evolution du travail d'adhésion en fonction du temps de vieillissement

La figure IV.8 montre la variation du travail d'adhésion que nous avons calculé en utilisant le modèle de Young-Dupré, en fonction du temps de vieillissement.

Nous constatons que le temps de traitement modifie notablement les propriétés d'adhérence de Kapton. La diminution de l'angle de contact θ implique l'augmentation de $\cos \theta$, donc de l'énergie d'adhésion (d'après l'équation 3). Le travail de l'équipe de Zisman [28-31] a montré que l'angle de contact d'un liquide sur un solide est influencé par la composition chimique de la surface. L'apparition des groupements à la surface des échantillons que nous allons voir dans ce qui suit, augmente la composante dipolaire des forces d'adhésion et explique l'augmentation de W_{SL} . D'un autre côté, la décharge entraîne la formation des charges libres qui augmentent la conductivité superficielle.

IV.6. Analyses physico-chimiques

A. Analyse par FTIR

Les analyses par spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier ont été faites à l'aide d'un appareil de type Shimadzu 8400. Elles nous donnent les transformations chimiques subies par les échantillons de PMMA : apparition ou disparition de groupements fonctionnels sous l'effet des décharges couronne.

Le PMMA est un matériau qui absorbe de l'eau quand il est exposé à l'air libre, ce que montrent les pics 1, 2, 3 qui apparaissent respectivement à 3440 cm^{-1} , 3550 cm^{-1} et 3650 cm^{-1} (Figure.IV.9). Cela correspond à une fixation de molécules à la surface du matériau. L'analyse FTIR montre une diminution de la longueur de ces pics du spectre de l'échantillon due à l'évaporation en partie de cette eau sous l'action des décharges couronne durant 8 heures. Nous constatons aussi la formation d'une bande large à 3200 cm^{-1} correspondant à la vibration de la liaison O-H du groupement hydroxyle qui est apparu à la surface du matériau. En effet, avec l'extraction du groupement OCH_3 sous l'action de l'énergie $h\nu$ fournie par la décharge couronne et la participation de l'humidité ambiante, un hydroxyle OH va se lier au carbonyle $\text{C}=\text{O}$ pour donner un carboxyle COOH [33].

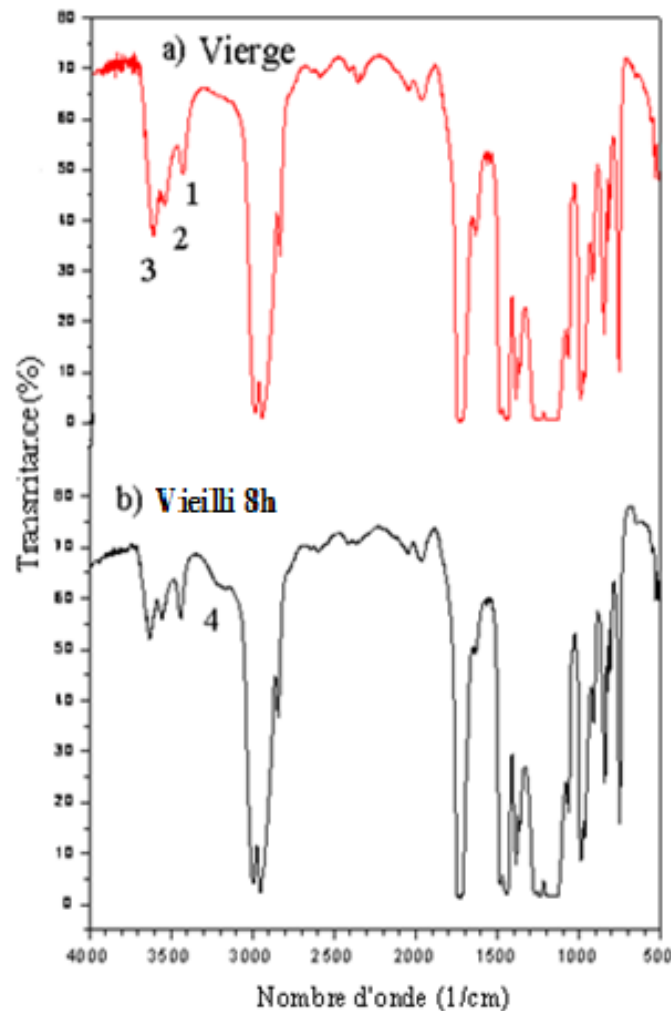


Fig.IV.9. Spectre du PMMA vierge et vieilli sous décharges durant 8 heures

B. Analyse microscopique par MEB

La figure IV.10 montre les micrographies des échantillons du PMMA avant et après vieillissement. Nous remarquons que l'échantillon vierge présente une surface lisse et homogène, tandis que l'échantillon soumis aux décharges couronne montre des zones ayant subi des dégradations, des cratères et zones blanchâtres apparaissent sur la surface du matériau.

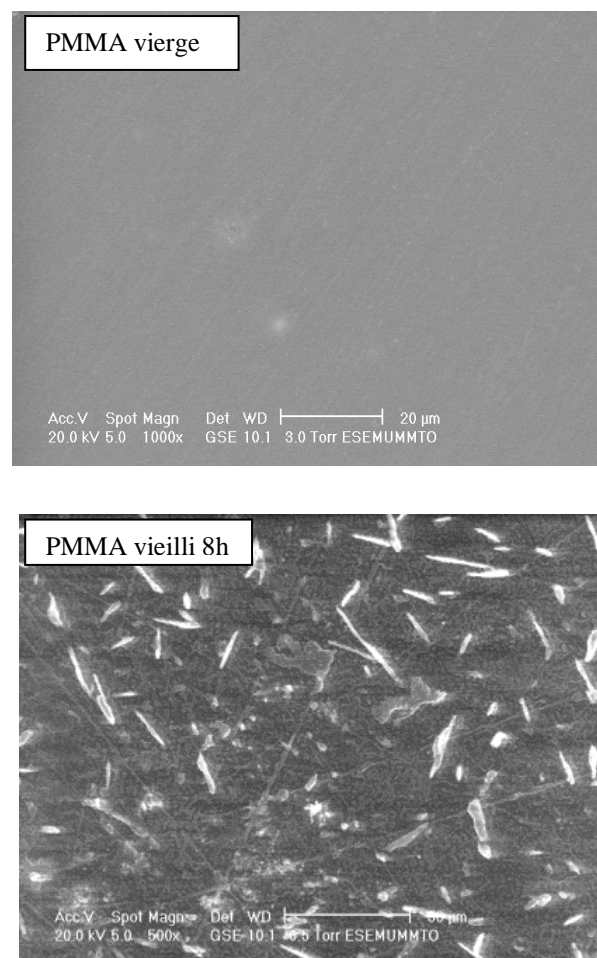


Fig. IV.10. Micrographies MEB du PMMA.

IV.7. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons étudié les effets de la décharge couronne sur les propriétés diélectriques du PMMA. Nous avons suivi l'évolution de la résistivité, de la permittivité relative, le facteur de dissipation ainsi que l'hydrophobicité (angle de contact) en fonction du temps de vieillissement et de la fréquence. La dégradation de la surface du matériau a été mise en évidence par les différentes techniques d'analyse utilisées (MEB et FTIR). Les images obtenues au microscope électronique à balayage (MEB) confirment que la surface du solide isolant a subi des dégradations. Les spectres FTIR ont montré que la structure du PMMA a changé.

Conclusion générale

Conclusion générale

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés à l'étude expérimentale de la décharge couronne sous tension alternative sur le matériau isolant, le Polyméthacrylate de méthyle (PMMA), en géométrie sphère-plan. Nous avons d'une part énoncé les généralités sur les décharges électriques, et d'autre part nous avons présenté les différentes méthodes de caractérisation des polymères. Nous avons montré que le temps de vieillissement et la fréquence influent sur les propriétés diélectriques (résistivité, permittivité relative et facteur de pertes) du PMMA. La décharge couronne fait changer l'état de surface du matériau par la diminution de son hydrophobicité (angle de contact). Grâce à l'utilisation de la technique du microscope électronique à balayage (MEB), des observations ont été effectuées sur l'évolution de la surface de l'isolant solide (PMMA) après vieillissement, des dégradations importantes de la surface du diélectrique ont été remarquées. La dégradation est d'autant plus importante que le temps de vieillissement est important. Un phénomène justifié par l'apparition des cratères et des zones blanchâtres à la surface des échantillons.. La caractérisation par l'infra rouge à transformé de Fourier (FTIR) à montré le changement de la structure chimique du polymère sous l'effet des décharges couronne.

Références bibliographiques

Références bibliographiques

- [1] C.M. Chan, T.M. Ko, H. Hiraoka, “Polymer surface modification by plasmas and photons”, *Surface Science Reports*, No 24, pp. 1-54, 1996.
- [2] R. Bartnikas, “Engineering Dielectrics – Vol. I: Corona Measurement and Interpretation”, ASTM Press, Philadelphia PA, 1979.H.
- [3] T. Sindzingre, « Traitement de surface par plasma-ions (PISE), Traitement de surface par plasma atmosphérique vers des nouvelles possibilités en milieu industriel », *ECRIN*, No 10, Paris, pp. 24-26. 2003.
- [4] J. Friedrich, L. Wigant, W. Unger, A. Lippitz, H. Wittrich, “Corona, spark and combined UV and ozone modification of polymer films WeBP23”, *Surface and Coating Technology*, Vol. 98, pp. 879-885, 1998.
- [5] L.F. MacManus, “Surface modification studies of polypropylene using ultraviolet radiation and ozone” Submitted in partial fulfillment of the requirements for the degree of Master of Science, University of Western Ontario, London, Ontario, 1998.
- [6] H. Kaczmarek, J. Kowalonek, A. Szalla, A. Sionkowska, “Surface modification of thin polymeric films by air-plasma or UV-irradiation”, *Surface Science*, Vol. 507-510, pp. 883-888, 2002.
- [7] A. Bellel, S. Sahli, Z. Ziari, P. Raynaud, Y. Segui, D. Eschaich, “Wettability of polypropylene films coated with SiO_x plasma deposited layers”, *Surface and Coatings Technology*, Vol. 201, pp. 129-135, 2006.
- [8] A. Bellel, S. Sahli, P. Raynaud, Y. Segui, Z. Ziari, D. Eschaich, G. Dennler, “Improvement of the polyimide surface wettability using SiO_x films deposited in a DECR reactor from HMDSO/O₂ Mixtures”, *Plasma Processes and Polymers*, Vol. 2 (7), pp. 586-594, 2005.
- [9] M. Matsunaga, P.J. Whitney, “Surface changes brought about by corona discharge treatment of polyethylene film and the effect on subsequent microbial colonization”, *Polymer Degradation and Stability*, Vol. 70, pp. 325-332, 2000.
- [10] L. O.Hare, S. Leadly, B. Parbhoo, “Surface physicochemistry of corona-discharge treated polypropylene film”, *Surface and Interface Analysis*, Vol. 33, pp. 335-342, 2002.
- [11] P. Molinié, “Charge injection in corona-charged polymeric films: potential decay and current measurements”, *Journal of Electrostatics*, Vol. 45, pp. 265-273, 1999.
- [12] P. Molinié, “Measuring and modeling transient insulator response to charging: the contribution of surface potential studies”, *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, Vol. 12, pp. 939-950, 2005.
- [13] P. Liovera, P. Molinié, “New methodology for surface potential decay measurements application to study charge injection dynamics on polypropylene films”, *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, Vol. 11, pp. 1049-1056, 2004.
- [14] R. Barnia, S. Zanini, D. Beretta, and C. Riccardi, « Experimental study of hydrophobic/hydrophilic transition in SF₆ plasma interaction with polymer surfaces », *Eur. Phys. J. Appl. Phys.* **38**, 263–268, 2007.
- [15] W. Shaowu, L. Xidong, G. Zhicheng, W. Xun, « Hydrophobicity Transfer Properties of Silicone Rubber Contaminated by Different Kinds of Pollutants », *Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena*, IEEE, pp. 373-376, 2000.
- [16] V. Morillon, F. Debeaufort, M. Capelle, and A. Voilley, “Influence of the Physical State of Water on the Barrier Properties of Hydrophilic and Hydrophobic Films”. *J. Agric. Food Chem.* **48** (1), 11-16, 2000.

- [17]] R. Hackam, “Outdoor HV Composite Polymer Insulators”, IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol.6, N°5, pp. 557-585, 1999.
- [18] [18] D. Djemai, «Étude de la propagation des streamers à l'interface liquide/solide sous tension alternative 50 Hz », Thèse de magister, Ecole Nationale Polytechnique d'Alger, 1991.
- [19] [19] K. Hamoumeche. «Étude de l'interaction entre une barrière de papier et une décharge couronne en géométrie pointe-plan». Thèse de magister, UMMTO, décembre 2009
- [20] [20] M. L. Coulibaly «Caractéristiques des décharges électriques se propageant aux interfaces solide / gaz -relation entre matériaux et dimension fractale » Thèse de Doctorat, école centrale de Lyon, 2009.
- [21] [21] Y. Kashiwagi and H. Itoh, «Synchronization of positive surface streamers triggered by vacuum ultraviolet in atmosphere», J. Phys. D: Appl. Phys., vol. 39, pp. 113–118, 2006.
- [22] [22] E. Belhiteche «Étude de la dégradation d'un isolant solide soumis aux décharges de surfaces» Mémoire de Magister, université de Tizi-Ouzou, 2012.
- [23] [23] M. Moudoud, «Étude de la conduction dans les polymères isolants», Thèse de Doctorat université de Tizi-Ouzou, 2010.
- [24] T. Young, « An essay on the cohesion of fluids », Phil. Trans. Roy. Soc. London, **95**, pp 65-87, 1805.
- [25] W. D. Doyle, “Magnetization reversal in films with biaxial anisotropy,” in *1987 Proc. INTERMAG Conf.*, pp. 2.2-1–2.2-6.
- [26] A. Duprè. « Théorie Mécanique de la Chaleur », Gautier- Villars, Paris 1869.
- [27] N. Sellin, C. Campos, .Surface composition analysis of PP films treated by corona discharge., Materials Research, Vol. 6, No 2, pp. 163-166. 2003.
- [28] M. Matsunaga, P.J. Whitney, .Surface changes brought about by corona discharge treatment of polyethylene film and the effect on subsequent microbial colonisation., Polymer Degradation and Stability 70, pp. 325-332, 2000.
- [29]] A.H. Ellison, H.W. Fox, W.A. Zisman, Wetting of fluorinated solids by hydrogen-bonding liquids, J. Phys. Chem., **57**,7, 622-627, 1953. *Letter Symbols for Quantities*, ANSI Standard Y10.5-1968.
- [30] E.G. Shafrin, W.A. Zisman, Constitutive relations in the wetting of low energy surfaces and the theory of the retraction method of preparing monolayers, J. Phys. Chem., **64**,5, pp.519-524, 1960.
- [31] H.W. Fox, E.F. Hare, W.A. Zisman, Wetting properties of organic liquids on high-energy surfaces, J. Phys, Chem., **59**, pp.1097-1106, 1955.
- [32] R. Hackam, “Outdoor HV Composite Polymer Insulators”, IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol.6, N°5, pp. 557-585, 1999.
- [33] B. Smith, “Infrared Spectra Interpretation-A Systematic Approach” CRC Press, New York, 1999.

Résumé :

Dans ce travail nous nous sommes intéressés à l'étude expérimentale de la décharge couronne sous tension alternative. Dans la première partie nous avons fait une recherche bibliographique sur les décharges électriques, puis nous avons donné les différents types de caractérisation.. Dans la partie expérimentale, nous avons étudié les effets de la décharge couronne sur les propriétés diélectriques et l'hydrophobicité de la surface du Polyméthacrylate de méthyle (PMMA). Nous avons suivi l'évolution de l'état de surface des échantillons en variant le temps de vieillissement, et la fréquence. Nous avons également évalué l'état de dégradation du polymère par des observations au microscope électronique à balayage (MEB) et par des analyses par spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR). Les micrographies ont montré l'apparition d'importants cratères qui se sont produits à la surface du diélectrique soumis aux décharges électriques. La dégradation se traduit aussi par l'apparition ou la disparitions des éléments chimiques contenu dans le matériau déduit par l'analyse FTIR.

Mots clés : Décharge couronne, dégradation, PMMA, propriétés diélectriques, MEB, FTIR.