

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE  
UNIVERSITE MOULOUD MAMMARI DE TIZI OUZOU



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

## **MEMOIRE**

Présenté par

**KERKARINE Fatima**

En vue de l'obtention du grade de

**MAGISTER**

Spécialité : **Electrotechnique**

Option : **Entraînements Electriques**

### **Thème**

**Effet de l'humidité sur la tenue diélectrique du polyamide imide**

Devant le jury composé de :

MOHELLEBI Hassane	Professeur	UMMTO	Président
NEDJAR Mohammed	Professeur	UMMTO	Rapporteur
CHAIBI Rachid	Professeur	UMMTO	Examineur
SADAQUI Youcef	Maître de Conférences A	UMMTO	Examineur
MECHERI Yacine	Maître de Conférences B	UMMTO	Examineur

Soutenu le : 11 / 07 /2010

Ce travail a été réalisé sous la direction de M<sup>r</sup> Nedjar Mohammed, Professeur à l'UMTO. Je voudrais tout d'abord lui exprimer mes sincères sentiments de reconnaissance pour avoir dirigé ce travail, mais aussi pour avoir participé grandement à sa réalisation. Le temps qu'il a voulu me consacrer, sa patience et sa vigueur scientifique m'a été d'un réel soutien.

J'adresse mes plus vifs remerciements à M<sup>r</sup> Mohellebi Hassane, Professeur à l'UMMTO, pour l'honneur qu'il me fait de juger le travail et présider le jury de mémoire.

Je tiens à exprimer ma profonde reconnaissance à M<sup>r</sup> Chaibi Rachid, Professeur à l'UMMTO, pour avoir accepté d'examiner ce travail.

Je remercie très vivement M<sup>r</sup> Sadaoui Youcef, Maître de Conférences à la Faculté des Sciences de l'UMMTO, pour l'honneur qu'il me fait en acceptant d'être membre de jury.

Mes très vifs remerciements vont à l'égard de M<sup>r</sup> Mecheri Yacine, Maître de Conférences à l'UMMTO, pour avoir accepté de juger ce travail.

Je suis très reconnaissant à Mr Belabbas Ferhat, Chef de service du Laboratoire Centrale et Métrologie, pour avoir bien veillé de très près à la réalisation des expériences. Je tiens à remercier vivement Mr Bentaha Djilali, Chef du département technique et Mme Akli, Chef du département ressources humaines, à Electro-Industries, pour leur aide et accueil chaleureux. Je n'oublierai pas de présenter mes meilleurs remerciements à Mme Oudni Zhor pour son aide à la réalisation de ce travail. De même, je remercie toute l'équipe du Laboratoire de Physique et tout le personnel de l'ENEL pour son aide.

Enfin, j'exprime ma grande sympathie à tous mes amis (es) et collègues de travail et à Mr Namani Farid pour son aide précieuse.

## *Dédicace*

*A :*

*Mes parents, mes frères et sœurs.*

*Mon frère Ramdhan et sa femme Elodie- Lisa.*

*Ma sœur Djidjiga et son mari Ramdhan et mon neveu.*

*Nos beaux parents : la famille Hachour et Millet.*

*Aux familles : Belkacem, Hamdani, Seggar surtout Khali Moh Ouali,*

*Khali Hcène et à vava moh.*

*Mes amis.*

---

<b>Introduction</b>	01
<b>Chapitre 1 : vieillissement hydrolytique des polymères</b>	
1. Vieillissement physique des polymères	03
1.1. Vieillissement physique avec transfert de masse	03
1.1.1. Aspects généraux	03
1.1.2. Pénétration de solvant	05
1.1.2.1. Loi de Fick	06
1.1.2.2. Facteurs d'influence sur l'absorption de solvant	08
a- La structure chimique du motif structural élémentaire	08
b- Morphologie	09
c- Taux de réticulation	09
1.1.2.3. Conséquences physiques de l'absorption d'un solvant	09
a- Plastification	09
b- Gonflement	10
2. Vieillissement hydrolytique des polymères	11
2.1. Humidité	11
a) Humidité relative	11
b) Rapport du mélange	11
2.2. Réaction d'hydrolyse	11
2.3. Mécanismes	12
a-Groupe ester	12
b-Groupe amide	12
c-Groupe imide	13
2.4. Caractéristiques	13
2.5. Conséquences et cinétique de l'hydrolyse	14
2.6. Méthodes de simulation d'un vieillissement hydrolytique	15
2.6.1. Essais en autoclave	15
2.6.2. Essais en immersion	15
2.6.3. Essais en étuve	16
3. Vieillissement physique par absorption d'eau	16
3.1. Hydrophile d'un polymère	16

3.1.1. Définition	16
3.1.2. Influence de la structure chimique sur la teneur en eau $W_m$	17
3.1.3. Influence des conditions d'exposition à l'eau	19
3.2. Conséquences physiques de l'absorption d'eau	19
3.2.1. Plastification par l'eau	19
3.2.1.1. Principe de la plastification	19
3.2.1.2. Conséquences de la plastification	20
3.2.2. Gonflement différentiel	21
a- Au niveau microscopique	21
b- Au niveau macroscopique	21
3.2.3. Endommagement d'un polymère par démixtion	22
3.2.4. Perte d'adjuvants	22
3.2.5. Conséquences sur les propriétés diélectriques	22
4. Influence de l'eau sur les isolants solides	23

## **Chapitre 2 : Le modèle de Weibull et son application à l'étude de la rupture diélectrique des isolants solides**

1. Modèle statistique de Weibull	26
1.1. Bases du modèle	26
1.2. Modèle à deux paramètres	27
1.3. Modèle à trois paramètres	28
1.4. Signification des paramètres	28
1.4.1. Paramètre d'échelle	28
1.4.2. Paramètre de forme	28
1.4.3. Paramètre de localisation	29
1.5. Avantages de la loi de Weibull	29
2. Application du modèle de Weibull à l'étude de la tenue diélectrique des isolants solides	29
2.1. Tenue diélectrique à long terme	30
2.2. Tenue diélectrique électrique à court terme	31
3. Méthodes de lissage	31

## **Chapitre 3:Techniques expérimentales**

1. Essais de contrôle	32
-----------------------	----

---

1.1. Détermination des dimensions	32
1.2. Aptitude au bobinage	34
1.2.1. Adhérence et souplesse de la couche d'émail	34
1.2.2. Effet de ressort	34
1.3. Essai de choc thermique	37
1.4. Mesure de la résistance électrique du fil du cuivre	38
1.5. Essai de traction	39
2. Préparation des échantillons pour les essais de vieillissement	40
3. Cellule de vieillissement hydrolytique	41
3.1. Conditions atmosphériques dans la cellule de vieillissement hydrolytique	41
3.2. Méthode d'obtention du taux d'humidité	42
4. Déroulement des essais	44
4.1. Conditionnement des échantillons	44
4.2. Essais de claquage	45
 <b>Chapitre 4 : Résultats et discussion</b>	
1. Emaux isolants	47
2. Emaux de polyamide imide	48
2.1. Famille chimique du polyamide imide	48
2.2. Propriétés du polyamide imide	48
2.3. Applications	49
3. Traitement statistique des données	49
3.1. Calcul des probabilités de rupture	50
3.2. Lissage des points expérimentaux	50
3.3. Détermination des facteurs d'échelle et de forme	51
4. Résultats obtenus et discussion	51
4.1. Diagramme de Weibull à deux paramètres	51
4.2. Variation de la tension nominale de claquage en fonction du temps de vieillissement	56
4.3. Variation du facteur de forme en fonction du temps de vieillissement	56
5. Discussion et essai d'interprétation	57

<b>Conclusion</b>	59
<b>Bibliographie</b>	61

Actuellement les polymères tels que le polyamide imide, le polyester-imide et le polyuréthane sont très utilisés comme isolants dans les machines électriques. Leur choix est dicté par différents facteurs : l'environnement de travail, la tension appliquée, la vitesse de rotation de machines et la température de fonctionnement.

En service, l'isolation est soumise à plusieurs contraintes : température, champ électrique, radiations, humidité, ...etc. Sous l'action séparée ou combinée de ces contraintes, le matériau se dégrade en fonction du temps d'application de ces contraintes ou de vieillissement. Il est généralement admis que la dégradation des isolations solides est un phénomène irréversible traduisant une perte des propriétés électriques et mécaniques ainsi qu'à une réduction de la durée de vie du polymère. Ce processus est généralement accompagné d'un changement de structure et une variation de la masse du matériau.

L'évaluation de la durée de vie d'un isolant est indispensable afin de pouvoir l'utiliser dans les dispositifs électriques tels que les condensateurs, machines électriques, câbles de transport d'énergie, ... La connaissance des mécanismes de dégradation permet d'améliorer les performances des propriétés du matériau par exemple en agissant sur la formulation du mélange en général : quantité de résine, type ou qualité des additifs par exemple.

L'expérience a montré que les fils émaillés se dégradent, à long terme, sous l'action de l'humidité d'où la nécessité d'avoir recours à des mélanges avec des adjuvants permettant de limiter cette dégradation et d'augmenter la fiabilité de machines électriques.

Le but de ce travail est d'étudier l'influence de l'humidité sur la tenue diélectrique du polyamide-imide utilisé dans l'isolation de machines électriques tels que les transformateurs, moteurs et alternateurs. Les expériences ont été réalisées au laboratoire de physique de l'entreprise Electro-Industries sise à Azazga.

Le mémoire est divisé en deux parties: une première partie concernant une recherche bibliographique composée des chapitres 1 et 2 et une deuxième expérimentale comprenant les chapitres 3 et 4.

Le premier chapitre est consacré à une synthèse sur l'action de l'humidité sur les isolants solides. Sont exposés la diffusion des solvants dans les isolants solides, le vieillissement des polymères sous l'influence de l'eau qui peut être hydrolytique ou bien physique avec perte de masse.

Dans le deuxième chapitre est exposé le modèle statistique de Weibull et son application à l'étude de la rupture diélectrique des isolants solides. Les avantages du modèle par rapport aux autres modèles statistiques sont présentés.

Le chapitre 3 décrit les différentes techniques expérimentales concernant la confection et le conditionnement des échantillons, la cellule de vieillissement hydrolytique, le générateur de haute tension. Les méthodes de vieillissement hydrolytique et de claquage ont été présentées. Avant les essais de vieillissement, les échantillons ont subies un contrôle de qualité conformément aux recommandations des normes en vigueur.

Dans le chapitre 4 sont rassemblés les résultats concernant les résultats de l'analyse statistique de la tension de claquage où sont présentés les diagrammes de Weibull à deux paramètres. Concernant le lissage des points expérimentaux, notre choix s'est porté sur la méthode du maximum de vraisemblance. La variation de la tension nominale de claquage du polyamide imide en fonction du temps de vieillissement hydrolytique a été exposée. L'évolution du paramètre de forme représentant la pente de la meilleure droite de Weibull en fonction du temps d'exposition à l'humidité a été présentée. Une interprétation et une discussion des résultats obtenus ont été données.

Enfin nous terminons notre travail par une conclusion générale et des perspectives.

Dans ce chapitre, nous présentons sommairement les différents processus de dégradation des polymères. Le terme vieillissement désigne toute altération lente et irréversible des propriétés d'un matériau isolant solide. Il peut être dû aux effets de l'environnement ou bien à l'instabilité propre du matériau. Cette dégradation peut concerner la structure chimique des macromolécules ou des adjuvants (vieillessement chimique), la composition du matériau (pénétration ou départ de petites molécules) ou bien son état physique (taux de cristallinité, fraction de volume libre, contraintes internes,... etc).

## **1. VIEILLESSEMENT PHYSIQUE DES POLYMERES**

D'après les travaux de J. Verdu [1], tout processus conduisant à une altération des propriétés d'utilisation du matériau sans qu'il ait de modification chimique de ce dernier, est appelé vieillissement physique. On dit que le vieillissement est physique si les propriétés chimiques du polymère ne sont pas affectées :

- Soit à l'échelle moléculaire ;
- Soit à l'échelle macromoléculaire : sans modification de la distribution des masses moléculaires, ni de la densité de réticulation.

Le vieillissement physique peut se produire avec transfert de masse résultant du phénomène de transport (pénétration de solvant, migration d'adjuvants), ou bien sans transfert de masse caractérisé par une modification de la configuration spatiale des macromolécules (relaxation d'enthalpie, de volume, de contraintes, ...), ou bien par les phénomènes de surfaces (fissurations en milieu tensioactif).

### **1.1. Vieillessement physique avec transfert de masse**

#### **1.1.1. Aspects généraux**

Les phénomènes de transfert de masse font essentiellement appel aux notions de solubilité, de diffusion et de plastification. Ils peuvent être schématisés comme l'indique la figure I.1 [2] :

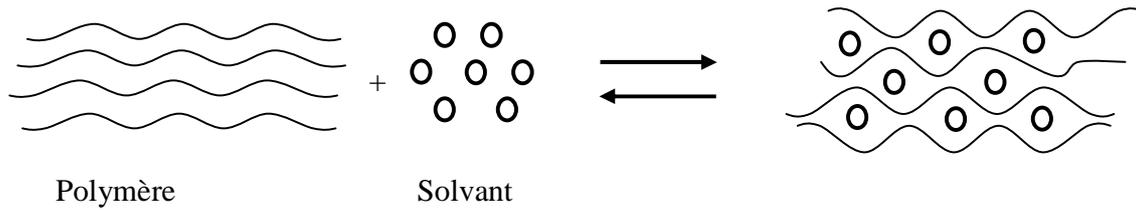


Figure I.1 : Schématisation des phénomènes de transfert de masse.

Le nombre de petites molécules susceptibles de s'installer dans le réseau macromoléculaire dépend du nombre de sites accessibles portés par la macromolécule (figure I.2), capables d'établir des interactions avec elles et donc de les retenir. Ces interactions sont essentiellement déterminées par la polarité électrique du groupe en présence. C'est pourquoi la majorité des polymères peu polaires tel que le Polyéthylène (PE) et le Polytétrafluoroéthylène (PTFE) ont peu ou pas d'affinité avec la majorité des solvants.

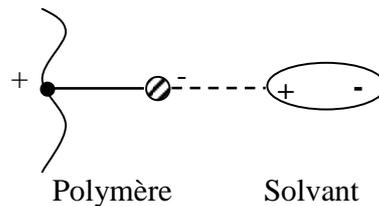


Figure I.2 : Interaction polymère - solvant.

Si les polymères comportent des structures polaires, celles-ci peuvent s'associer entre elles et ce phénomène contribue fortement à la cohésion mécanique du matériau. Dans ce cas, pour que le solvant prenne place dans le réseau macromoléculaire, il faut qu'il rompe les interactions polymère-polymère afin d'établir des interactions plus fortes polymères-solvant. Mais il existe des polymères polaires tel qu'un polyamide qui ne présente pas d'affinité pour la majorité des solvants car les interactions polymère-polymère sont plus fortes que la majorité des liaisons solvant qu'il pourrait établir.

Si la pénétration du solvant dans le polymère entraîne la rupture des liaisons secondaires entre macromolécules, la cohésion mécanique, que celles-ci assuraient, tend à disparaître, le

matériau devient alors déformable, d'où le principe de la plastification [2], Cette dernière est délibérément recherchée pour transformer un matériau rigide en un matériau souple.

Les phénomènes de perte de masse peuvent être appréhendés quantitativement par des mesures gravimétriques (figure I.3). L'intérêt de ces méthodes réside dans leur simplicité et leur précision élevée (précision relative :  $10^{-4}$ ). Leur principal inconvénient est lié à la présence d'éventuels transferts de masse parasites (dégazage du polymère, perte d'adjuvant compensée par la pénétration de solvants, etc....).

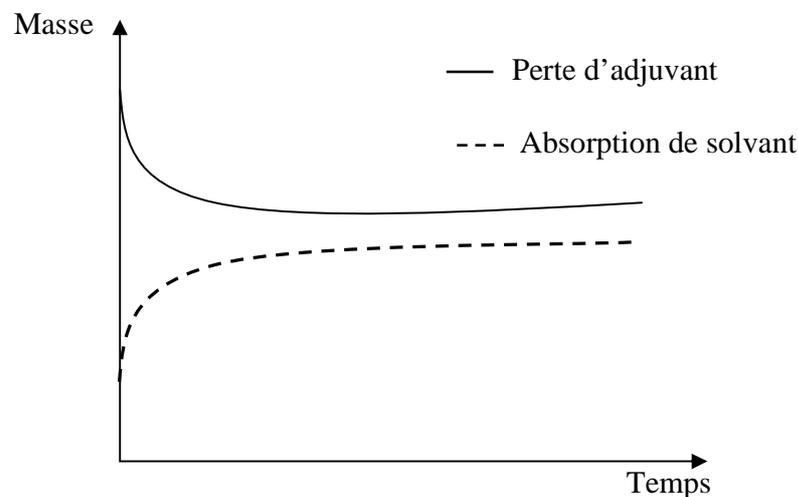


Figure I.3 : Allure de la variation de masse dans le cas des deux transferts [20].

### 1.1.2. Pénétration de solvant

La pénétration des solvants au sein d'un matériau est gouvernée par les lois de la diffusion qui peuvent prendre des expressions diverses (Fick, Langmuir,...) et parfois complexe si le diffusant modifie la perméabilité de la matrice au fur et à mesure de sa pénétration (plastification, réactions chimiques). Les principaux types de comportements observables sont résumés sur les courbes de la figure I.4. On distingue les cas suivants :

- la courbe 1 représente l'interaction physique pure, elle est réversible après dessiccation du moins du point de vue gravimétrique et en considérant un polymère initialement insoluble dans le milieu considéré.

- La courbe 2 correspond à la réaction chimique conduisant à une augmentation de la masse sèche, c'est l'exemple de la réaction d'addition ou la réaction d'hydrolyse.
- A la courbe 3 est présentée la réaction chimique conduisant à une diminution de la masse sèche du polymère, après une certaine durée de vieillissement [3]. On peut attribuer ce cas de figure à des dégradations physiques ou chimiques ou à une hydrolyse du matériau. Des groupements chimiques peuvent être arrachés des chaînes du polymère et être évacués dans le solvant, ce qui explique une perte de matière et la baisse de la masse globale [4].

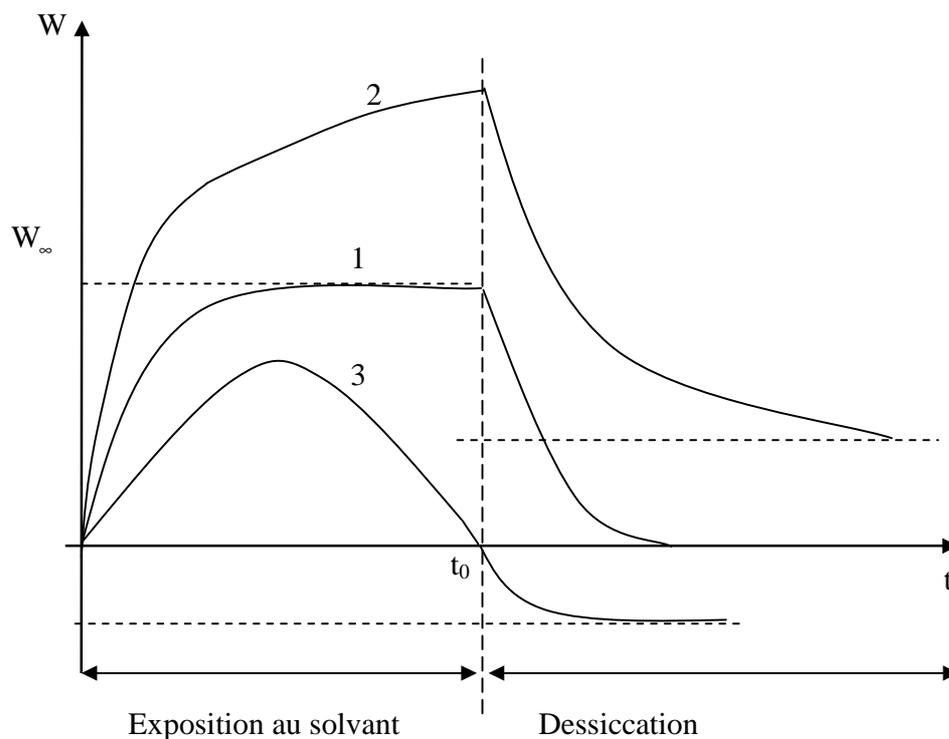


Figure I.4 : Courbe d'absorption ( $t < t_0$ ) et de désorption ( $t > t_0$ ) [1].

### 1.1.2.1. Loi de Fick

La diffusion est le phénomène de transport de matière incontournable. C'est le cas de la conduction et l'écoulement visqueux en transfert de matière et mécanique des fluides respectivement. La diffusion est le mécanisme de transport des zones concentrées en matière vers les zones moins concentrées. Il y a donc diffusion dès qu'il existe une différence de

concentration. C'est un phénomène spontané et inévitable (phénomène dispersif) conduisant à un équilibre. La cinétique de diffusion est quantifiée par la diffusivité ou coefficient de diffusion. Plaçons nous dans un système unidirectionnel et considérons le flux de particules d'une même espèce. Les particules peuvent être des molécules, des atomes ou des ions, des défauts ponctuels, des électrons libres ou des trous électroniques, etc... Soit  $c(x,t)$  leur concentration, exprimée en nombre de particules ou de moles par unité de volume. En présence d'un gradient de concentration  $\frac{\partial c}{\partial x}$ , on admet qu'il s'établit un flux de particules dans le sens descendant du gradient, et que le flux est proportionnel au gradient correspondant :

$$j = - D \frac{\partial c}{\partial x} \quad (I.1)$$

avec :

$j$  : flux ou nombre de particules de l'espace considéré, franchissant l'unité de surface pendant l'unité de temps,

$\frac{\partial c}{\partial x}$  : gradient de concentration dans la direction  $x$ ,

$D$  : coefficient de diffusion ou diffusivité a les dimensions d'une surface par unité de temps ( $m^2/s$ ). Sa valeur dépend des conditions physiques (nature du milieu, élément diffusant, température).

Le coefficient de diffusion dépend de la température. Il est donné par la relation :

$$D = D_0 \exp\left(-\frac{E}{RT}\right) \quad (I.2)$$

avec :

$D_0$  : facteur pré - exponentiel

$E$  : énergie d'activation (J)

$R$  : constante des gaz parfaits (J/mol. K)

$T$  : température absolue (K)

### 1.1.2.2. Facteurs d'influence sur l'absorption de solvant

La pénétration d'un solvant dans un polymère est influencée par les facteurs suivants :

#### a- La structure chimique du motif structural élémentaire

C'est elle qui détermine l'affinité du polymère pour le solvant considéré. En effet, le solvant peut dissoudre totalement le polymère s'il est linéaire. Selon les lois de la thermodynamique, le coefficient  $X_{12}$  appelé coefficient d'interaction polymère-solvant, permet de prévoir l'affinité d'un polymère pour un diffusant. Elle est d'autant plus faible que  $X_{12}$  est fort. Il est donné par l'équation de Flory-Huggins [2]:

$$X_{12} = \frac{V_1}{R.T} \cdot (\delta_S - \delta_P)^2 + x_S \quad (I.3)$$

avec :

$V_1$  : Volume molaire du solvant qui est le rapport entre la masse molaire et la masse volumique ;

R : Constante des gaz parfaits ;

T : Température absolue ;

$\delta_S$  : Paramètre de solubilité du solvant ;

$\delta_P$  : Paramètre de solubilité du polymère ;

$X_S$ : Terme de correction entropique négligeable si les interactions polymère-solvant sont faibles ;

$\delta_S$  et  $\delta_P$  sont les paramètres de solubilité.

Le paramètre de solubilité est la racine carrée d'une densité d'énergie cohésive, on a :

$$\delta = \sqrt{\frac{E_c}{V}} \quad [J^{1/2} \cdot m^{-3/2}] \text{ ou bien souvent en } MPa^{1/2} \quad (I.4)$$

avec :

V : volume ;

$E_c$  : énergie cohésive.

## b- Morphologie

Les zones cristallines peuvent être considérées comme imperméables, donc la solubilité globale dépend du taux de cristallinité. Dans le cas des polymères amorphes, l'état de gélification lors de la mise en œuvre qui détermine la compacité du réseau macromolécule, joue un rôle important.

## c- Taux de réticulation

Le taux de réticulation joue également un rôle important dans la diffusion des solvants dans les polymères. En effet, la pénétration est d'autant plus aisée que le taux de réticulation est faible.

### 1.1.2.3. Conséquences physiques de l'absorption d'un solvant

#### a- Plastification

D'après J. Verdu [1], toute modification de la structure ou de la composition d'un polymère est due à la plastification de celui-ci. La plastification d'un polymère se traduit par la diminution concomitante de la température de transition vitreuse et du seuil de plasticité ou d'endommagement. L'exemple typique est celui des polyamides en atmosphère humide. C'est le cas du PA 6-6 sec, où sa contrainte en traction dépasse 80 MPa et l'allongement à la rupture est d'environ 50 % à 25 °C. Pour le polymère saturé en eau (8,5 % en poids), la contrainte au seuil est inférieure à 40 MPa et l'allongement à la rupture dépasse 300 % [2]. La température de transition vitreuse  $T_v$  peut être calculée en fonction de la concentration en solvant à l'aide de la théorie du volume libre [5] :

$$T_v = \frac{\alpha_p \cdot v_p \cdot T_{g_p} + \alpha_d (1 - v_p) T_{g_d}}{\alpha_p v_p + \alpha_d (1 - v_p)} \quad (I.5)$$

avec :

$T_{g_p}$  =  $T_g$  du polymère sec ;

$\alpha_p$  ; Coefficient de dilatation du polymère ;

$\alpha_d$  ; Coefficient de dilatation du solvant ;

$v_p$  ; Fraction volumique du polymère dans l'échantillon gonflé;

$T_{g_d}$  : Température de transition vitreuse du solvant.

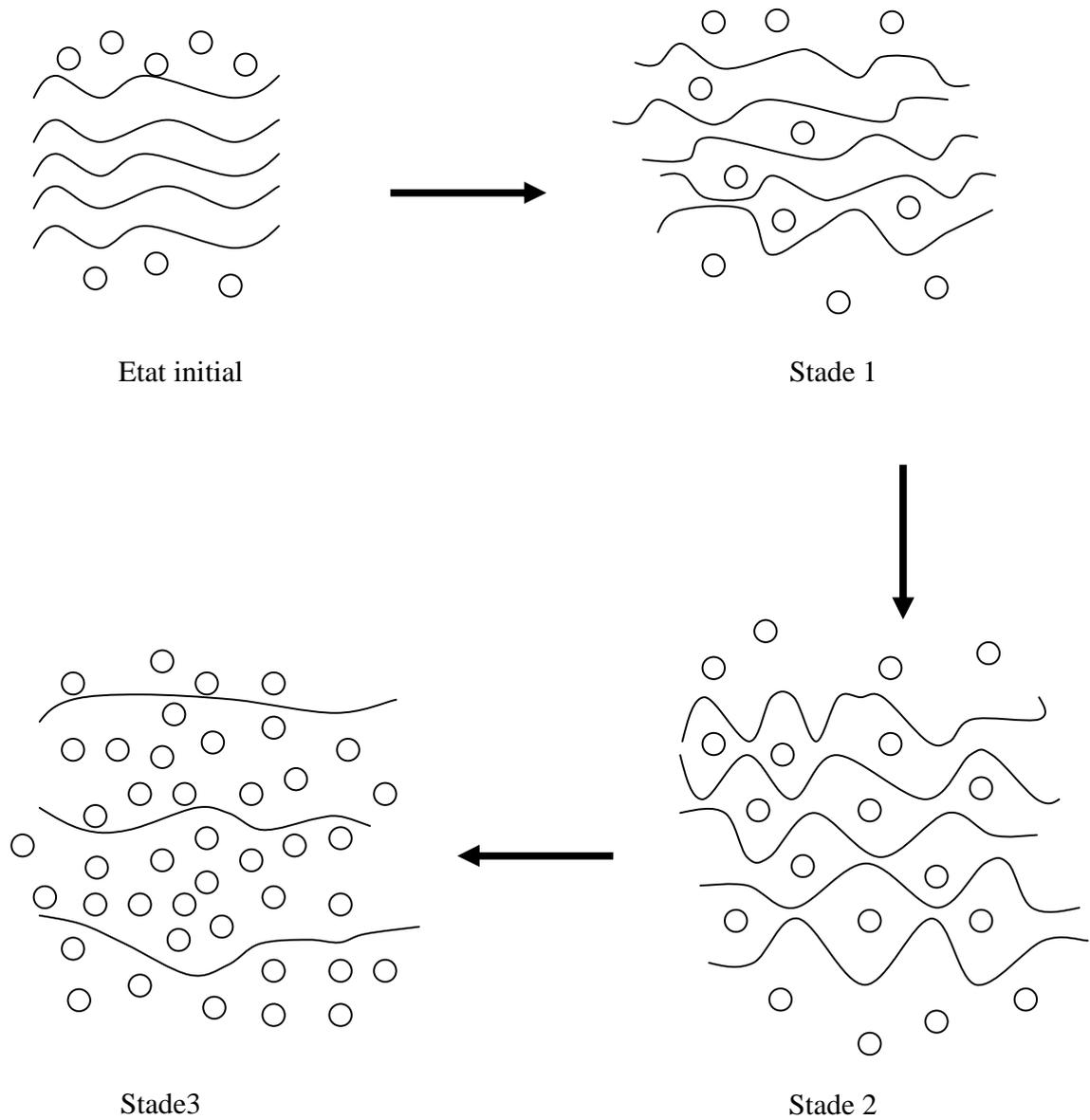
**b- Gonflement**

Figure I.5 : Schématisation de la diffusion d'un solvant dans le polymère.

○ : Molécule de solvant      ~~~~~ : chaîne macromoléculaire.

La variation de la température de transition vitreuse peut atteindre 30 °C dans le cas d'un époxy contenant 2 à 3 % d'eau [5].

La pénétration d'un solvant dans un polymère peut être schématisée comme indiqué sur la figure I.5 [6]. Le processus peut atteindre l'équilibre au stade 1 correspondant à une faible teneur en eau ou au stade 2 où la pénétration du solvant est très forte. Le phénomène peut aller jusqu'à la dissolution du polymère dans le solvant, comme l'indique la figure I.5 (stade 3).

Dans la pratique, un gonflement, même limité, peut provoquer des problèmes d'instabilité dimensionnelle et éventuellement, développer des contraintes internes.

## 2. VIEILLISSEMENT HYDROLYTIQUE DES POLYMERES

### 2.1. Humidité

#### a) Humidité relative

On appelle pression de vapeur saturante  $P_s(T)$ , la valeur maximale que peut atteindre la pression partielle  $P_v$  de la vapeur d'eau à la température  $T$ , une partie de cette vapeur se condense (apparition d'eau liquide). L'humidité relative s'exprime (en pourcentage) par la relation :

$$HR (\%) = \frac{P_v}{P_s(T)} 100 \quad (I.6)$$

L'humidité relative ne donne pas directement la quantité de vapeur d'eau dans l'air, mais seulement un rapport entre l'état de l'air considéré et celui de l'air saturé à la même température et à la même pression.

#### b) Rapport du mélange

Noté  $r$  et exprimé en g/kg, il exprime le rapport des masses  $M_{\text{eau}}$  de vapeur d'eau et  $M_{\text{air sec}}$  d'air sec à température constante. Cette grandeur est la référence en humidité. Elle exprime l'humidité absolue. On a :

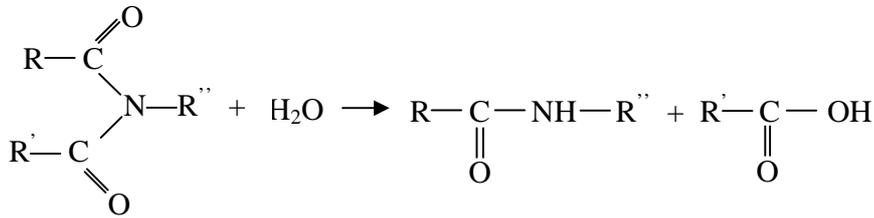
$$r = \frac{M_{\text{eau}}}{M_{\text{air sec}}} \quad (I.7)$$

### 2.2. Réaction d'hydrolyse

Nous avons vu, précédemment, que les polymères absorbent une quantité plus ou moins importante d'eau en fonction de leur structure et en particulier de la polarité de leur motif



## c- Groupe imide



On le trouve dans les polyimides et les poly (amides-imides).

## 2.4. Caractéristiques

Les phénomènes d'hydrolyse ont un certain nombre de caractéristiques communes [8] :

- a- ils sont généralement très lents à température ambiante, la vitesse de l'acte chimique élémentaire étant elle-même faible et le processus étant souvent contrôlé par la diffusion de l'eau dans le matériau. Dans ce cas, les effets de l'hydrolyse se manifestent à long terme (plusieurs mois voire plusieurs années).
- b- Les effets de l'hydrolyse se superposent aux effets physiques de l'absorption d'eau. Ces derniers effets seuls sont réversibles. En effet, dans le cas où le matériau n'est pas endommagé, on observe une stabilisation lorsque celui-ci est parvenu à saturation. Comme l'indique la figure I.6, lorsque  $t < t_1$ , (période initiale) les phénomènes physiques prédominent et lorsque  $t > t_1$ , le processus se stabilise. D'après la courbe 2 de la même figure, contrairement aux effets physiques, les effets de l'hydrolyse d'un polymère sont irréversibles et ils entraînent la disparition du palier de la stabilisation ( $t > t_1$ ).
- c- L'hydrolyse est une réaction activée par une élévation de la température, elle devient très rapide aux températures de mise en œuvre du polymère, d'où la nécessité d'une dessiccation des poudres et granulés avant la mise en œuvre.
- d- L'hydrolyse est une réaction susceptible d'être catalysée par des agents chimiques divers, tels que les ions  $\text{H}^+$ ,  $\text{OH}^-$ , métaux de transition, ...etc., d'où l'importance du milieu réactionnel sur le vieillissement.

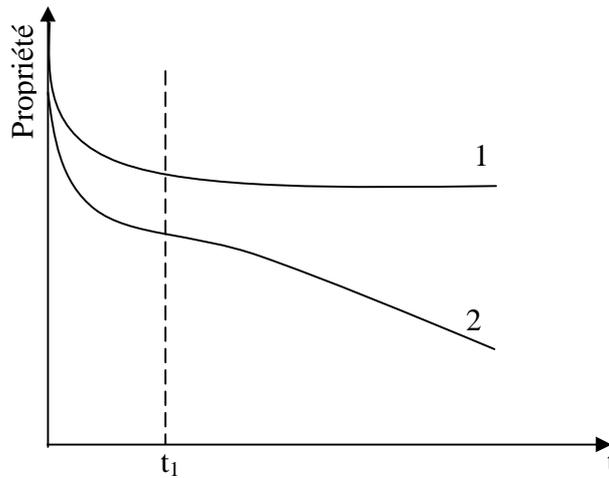


Figure I.6 : Evolution d'une propriété d'un polymère hydrophile en fonction du temps d'exposition au milieu humide [8].

## 2.5. Conséquences et cinétique de l'hydrolyse

L'hydrolyse d'un polymère se traduit par des coupures de chaînes, d'où une diminution de la masse moléculaire ou de la densité de réticulation qui peut être utilisée pour caractériser l'avancement de la réaction d'hydrolyse. La coupure de chaînes crée de nouvelles macromolécules, on peut ainsi écrire dans le cas d'un polymère linéaire [8]:

$$\frac{1}{\overline{M}_t} - \frac{1}{\overline{M}_0} = n_t \quad (\text{I.8})$$

avec :

$\overline{M}_t$  : Masse molaire moyenne au temps t d'exposition ;

$\overline{M}_0$  : Masse molaire moyenne initiale ;

$n_t$  : Nombre de moles de coupure de chaînes au temps t dans un gramme d'échantillon.

La cinétique de dégradation se présentera alors sous la forme  $n_t = f(t)$ , ce qui permettra de déterminer de manière conventionnelle la vitesse et les énergies d'activation qui, pourront être utilisées dans un modèle mathématique de comportement à long terme, afin de faire une prédiction de la durée de vie. Dans le cas où la mesure des masses molaires n'est pas possible,

l'indice de fluidité à chaud [9] peut être utilisé, ou même les propriétés mécaniques, en ayant conscience que dans ce dernier cas, la relation avec la structure chimique n'est pas évidente [8].

Les essais réalisés en atmosphère humide voisine de la saturation, à des températures inférieures ou égales à 90 °C, ont montré que les durées de vie des polymères industriels contenant des groupes ester ou amides vont de quelques mois à quelques dizaines de mois au bout desquels on constate une chute de 50% des propriétés mécaniques.

## **2.6. Méthodes de simulation d'un vieillissement hydrolytique**

Plusieurs méthodes d'essais ont été proposées pour caractériser le vieillissement hydrolytique des polymères, celui-ci peut être physique par absorption d'eau ou bien par hydrolyse (rupture de chaînes). Parmi ces méthodes proposées, on cite ;

- Essais en autoclave ;
- Essais en étuve ;
- Essais en immersion.

### **2.6.1. Essais en autoclave**

Cette méthode, proposée par Vondracek [10], consiste à utiliser des échantillons circulaires ayant 1,25 cm d'épaisseur et 5,7 cm de diamètre, sous les conditions suivantes :

- température ;  $118\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$  ;
- pression ;  $1,8 \pm 0,4$  bars ;
- l'autoclave doit être purgé 30 minutes avant l'exposition du matériau au vieillissement.

Ces essais permettent l'obtention d'une dégradation intense en quelques jours. En effet, l'auteur a constaté une chute des résistances en traction très considérable avant que la dureté atteigne 75 % de sa valeur initiale.

### **2.6.2. Essais en immersion**

La méthode d'immersion dans l'eau est normalisée par la norme française NF 51-166 [11]. Cette dernière exige que la composition de l'eau doit être contrôlée (eau déminéralisée) et la température recommandée est de  $23\text{ °C} \pm 0,5\text{ °C}$  et 100 °C. Cette méthode constitue un moyen

relativement simple et rapide pour l'étude des dégradations hydrolytiques. Son principal inconvénient est qu'elle ne tient pas compte de l'effet de l'hygrométrie relative.

### 2.6.3. Essais en étuve

Cette méthode est utilisée pour caractériser une évolution à long terme, éventuellement plusieurs années de vieillissement naturel. Les résultats peuvent être exploités pour réaliser un modèle prévisionnel de durée de vie à deux paramètres qui sont la température et l'humidité relative. La norme française NFT 51 162 [12], préconise l'utilisation des conditions suivantes :

- hygrométrie relative : 93%  $\pm$  2-3% HR ;
- température : 40°C, 55°C et 70°C, régulée à  $\pm$  2°C.

## 3. VIEILLISSEMENT PHYSIQUE PAR ABSORPTION D'EAU

### 3.1. Hydrophile d'un polymère

#### 3.1.1. Définition

L'hydrophile d'un polymère peut être apprécié d'après la quantité d'eau  $W_m$  (exprimée généralement en %) qu'il est capable d'absorber à l'équilibre, dans un milieu isotherme à taux hygrométrique constant proche de 100% HR. Le temps au bout duquel cet équilibre est atteint est donné par la relation suivante [8]:

$$t = \frac{L^2}{D} \quad (I.9)$$

avec ;

L ; épaisseur de l'échantillon (m) ;

D ; coefficient de diffusion de l'eau dans le polymère, compris entre  $10^{-11}$  et  $10^{-14}$  ( $m^2/s$ ).

Plusieurs méthodes ont été proposées pour mesurer la quantité d'eau absorbée par un polymère. Les mesures gravimétriques sont les plus fréquemment utilisées. On peut, dans certains cas, leur préférer les méthodes suivantes [1]:

- Pour les faibles concentrations : mise en solution et dosage chimique de  $H_2O$ , la méthode classique de Karl Fischer est utilisée uniquement dans le cas des polymères linéaires.

- Spectroscopie diélectrique (bande d'absorption de l'eau), RMN large bande. Sur la figure I.7 est présenté un spectre RMN d'un polymère sec (a), et celui d'un polymère humide (b). on constate que la bande étroite est due à la mobilité des protons de l'eau par rapport à ceux du polymère. Cette méthode permet également de distinguer l'eau à l'état libre et l'eau liée par liaisons hydrogène au polymère.
- Spectrophotométrie infrarouge (IR) par transformée de Fourier dans le proche IR).



Figure I.7 : Spectre RMN des protons. (a : polymère sec ; b : polymère humide)

### 3.1.2. Influence de la structure chimique sur la teneur en eau $W_m$

Nous avons vu précédemment que l'un des facteurs qui peuvent influencer la diffusion d'un solvant dans un polymère, est la structure chimique de celui-ci. Le problème peut être abordé par l'étude des paramètres de solubilité. Sachant que l'eau se distingue des autres solvants usuels par son paramètre de solubilité très élevé  $\delta_p = 40 \text{ MPa}^{1/2}$ , alors que peu de polymères dépasse  $30 \text{ MPa}^{1/2}$ . Van Krevelem tire la règle grossière suivante [13] ; « un polymère est d'autant plus hydrophile que son paramètre de solubilité est plus élevé ». Cette règle a été affinée en ne considérant non pas le paramètre de solubilité global, mais les paramètres de solubilité partiels  $\delta_d$ ,  $\delta_p$  et  $\delta_h$  respectivement liés aux forces de dispersion (London), aux interactions dipolaires (Debye, Keesom) et aux liaisons hydrogènes. La règle serait alors « un polymère est d'autant plus hydrophile que son paramètre de solubilité partiel relatif aux liaisons hydrogènes est élevé ». L'inconvénient de cette méthode réside dans la faculté de déterminer  $\delta_h$ . Van Krevelem propose une règle empirique [13] « l'absorption d'eau est une fonction molaire additive ». Cette méthode a d'assez bonnes qualités prédictives. Elle s'énonce comme suit [8]:

$$H = \frac{W_m \cdot M}{1800} \quad (\text{I.10})$$

avec :

M : Masse molaire de l'unité monomère représentative de la structure du polymère, exprimée en  $\text{g} \cdot \text{mol}^{-1}$  ;

H : Nombre de moles d'eau absorbé ;

$W_m$  : Teneur en eau exprimée en % .

La règle s'exprime par la relation suivante :

$$H = a_1 H_1 + a_2 H_2 + \dots + a_i H_i \quad (\text{I.11})$$

où  $a_i$  est le nombre de groupements de type  $i$ , dont la contribution molaire à l'absorption d'eau est  $H_i$  dans l'unité structurale considérée.

Cette relation est implicitement basée sur l'hypothèse que la contribution d'un groupement donné est indépendante de son environnement structural. Il existe des valeurs universelles de  $H_i$  [8]:

- $H_i = 0$  correspond aux groupements hydrocarbonés et fluorés ;
- $H_i = 0,1$  à  $0,3$  pour les groupements modérément polaires comme les esters, éthers, ... ;
- $H_i = 1$  à  $2$  pour les groupements donneurs de liaisons hydrogènes (acides, alcools, amides, ... ) ;

On peut prédire alors que les polymères hydrocarbonés et halogénés comme le Polyéthylène (PE), Polypropylène (PP), Polystyrène (PS), Polychlorure de vinyle (PVC), ....etc, absorbent peu d'eau (moins de 0,2% en masse). Par contre le Polyméthacrylate de méthyle (PMMA), les polyesters, le polycarbonate, ...etc, qui comportent des groupements modérément polaires absorbent entre 0,5 et 2% en masse d'eau [8].

### 3.1.3. Influence des conditions d'exposition à l'eau

En milieu atmosphérique, la concentration d'eau à l'équilibre dans un polymère  $W_m$  est une fonction croissante de l'hygrométrie relative HR. Généralement, on écrit [14]:

$$W_m = K.(HR)^\alpha \quad (I.12)$$

avec :

K: Constante dépendante de la nature du polymère et de la température ;

$\alpha$  : Exposant généralement voisin de l'unité sauf complications liées à une démixtion.

Dans un milieu liquide, la teneur en eau  $W_m$  est liée au potentiel chimique de l'eau. Autrement dit, elle tend à diminuer lorsque la concentration en soluté augmente. L'une des conséquences pratiques est que l'eau pure est généralement plus agressive par rapport à l'eau de mer.

En l'absence de complications liées à la fissuration, solubilisation d'une partie du matériau, ..., on obtient des valeurs comparables de la teneur en eau dans les deux cas d'exposition, soit en atmosphère saturée ou bien en immersion dans l'eau.

## 3.2. Conséquences physiques de l'absorption d'eau

### 3.2.1. Plastification par l'eau

#### 3.2.1.1. Principe de la plastification

Les effets de la plastification sont très visibles dans le cas des polymères les plus hydrophiles, tels que les polyamides et les polyépoxydes. Lorsque les molécules d'eau pénètrent dans le réseau macromoléculaire, elles brisent les liaisons secondaires entre groupes polaires portés par des chaînes voisines pour établir des liaisons préférentielles entre eux. Le processus de la plastification est schématisé à la figure I.8.

En l'absence de réaction d'hydrolyse, les effets de la plastification sont réversibles, autrement dit, les propriétés initiales sont restaurées après dessiccation. D'autre part, les effets de la plastification n'évoluent plus dès lors que le matériau est saturé.

### 3.2.1.2. Conséquences de la plastification

La présence d'eau dans un réseau macromoléculaire peut entraîner le matériau aux conséquences suivantes :

- la plastification d'un matériau par l'eau détruit partiellement la cohésion mécanique du réseau macromoléculaire, assurée initialement par les liaisons secondaires, augmentant ainsi la mobilité moléculaire.
- Diminution de la température de transition vitreuse  $T_g$ . En effet, selon des études effectuées sur des époxydes réticulés par des amines, la chute de  $T_g$  peut atteindre 30 à 40°C pour une absorption d'eau de 2 à 3%, elle peut aller jusqu'à 80°C pour les systèmes absorbant plus de 6 %. Le phénomène peut être théoriquement prédit [15,16].
- Un gonflement qui peut être également prédit théoriquement [16].

La plastification d'un matériau par absorption d'eau est théoriquement réversible, cependant. Cette réversibilité peut être altérée par divers phénomènes :

- rupture par gonflement différentiel ;
- hydrolyse ;
- relaxation de contraintes résiduelles, facilitée par l'état de plastification ; réarrangements morphologiques divers (par exemple post-cristallisation).

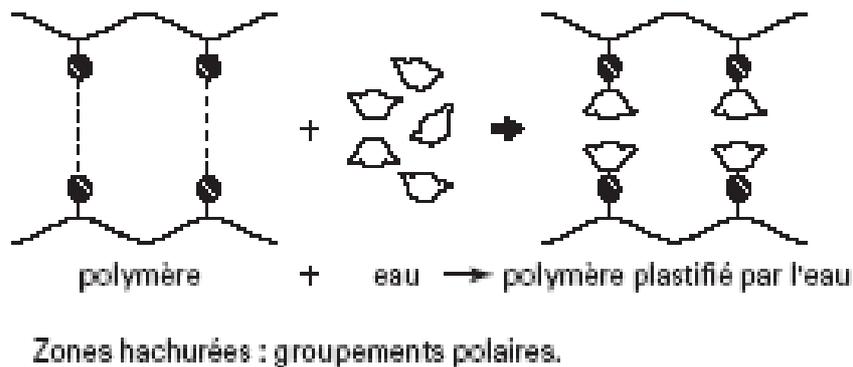


Figure I.8 : Effet de la plastification d'une macromolécule.

### 3.2.2. Gonflement différentiel

#### a- Au niveau microscopique

Si le matériau est hétérogène (cas des polyamides par exemple), seule la phase amorphe qui subit un gonflement par l'eau, par contre la phase cristalline demeurant stable. Par conséquent, des contraintes peuvent se développer à l'interface, qui peuvent éventuellement conduire à une rupture mécano-chimique de la chaîne [17].

#### b- Au niveau macroscopique

On distingue deux types de mécanismes de vieillissement impliquant des gonflements différentiels:

- **Matériaux composites** : Dans ce cas, seule la matrice absorbe les solvants, ce qui se traduit par un gonflement différentiel charge-matrice, d'où la fatigue mécanique de l'interface. La rupture des liaisons à ce niveau entraîne une chute des propriétés mécaniques. Le vide ainsi créé entre la charge et la matrice devient un site d'accueil et de cheminement du solvant, ce qui accélère le processus de ruine. C'est l'une des raisons pour lesquelles le choix et l'application d'agents de couplage sont souvent déterminants en ce qui concerne les propriétés à long terme.
- **Gonflement différentiel surface - cœur** : Quand un solvant diffuse dans un polymère, il induit un gonflement. En régime transitoire, les zones superficielles et les zones internes du matériau contiennent des quantités différentes de solvant, ce qui implique un gonflement différentiel générant des contraintes dans l'échantillon qui disparaissent lorsque l'équilibre est atteint donc une concentration constante en solvant dans l'épaisseur de l'éprouvette. Au cours d'un essai de sorption, les zones superficielles sont sollicitées en compression et les zones centrales en traction. La contrainte maximale en traction étant trois fois plus faible que la contrainte en compression. Lors de la désorption, une situation inverse apparaît.

Dans le cas où le matériau à la fois hydrophile et rigide, les contraintes développées par un gonflement différentiel peuvent localement dépasser le seuil au delà duquel apparaît un endommagement irréversible du matériau. Le calcul des contraintes induites par le gonflement différentiel se fait en utilisant les modèles théoriques de Fick ou de Langmuir [18], ou bien en

connaissant les paramètres mécaniques, et la relation entre la teneur en eau et le taux de gonflement [19].

### 3.2.3. Endommagement d'un polymère par démixtion

L'absorption d'eau par un polymère peut être décrite comme étant l'évolution du système vers un équilibre. Ce dernier joue le rôle d'un régulateur. Pourtant, dans certains cas qui semblent violer les lois de la thermodynamique, on a observé que le système dépasse l'état d'équilibre et subit une démixtion. Une partie de l'eau absorbée se retrouvant dans des microcavités. Ce phénomène peut avoir des effets défavorables sur le comportement mécanique, ce qui se traduit par un endommagement par démixtion. On distingue deux mécanismes :

- l'un rapide : induit par des chocs thermiques ;
- l'autre lent : induit par la dégradation hydrolytique.

### 3.2.4. Perte d'adjuvants

Il semble que, pour certains polymères, lors de l'immersion ou d'aspersion (pluie), on peut observer l'extraction de plastifiants, de stabilisants, et d'autres adjuvants ou celle de leurs produits d'hydrolyse. C'est le cas du phtalate de butyle qui est assez facilement extrait par l'eau. Par ailleurs le phénomène d'extraction peut contribuer à raccourcir considérablement la durée de vie d'un matériau en vieillissement naturel si les adjuvants en cause sont des stabilisants.

### 3.2.5. Conséquences sur les propriétés diélectriques

En plus des propriétés mécaniques et chimiques des polymères, d'autres conséquences de l'absorption d'eau peuvent apparaître sur les propriétés diélectriques. La teneur en eau se traduit par une diminution des propriétés diélectriques. En effet, le facteur de dissipation augmente et la rigidité diélectrique diminue [20].

L'humidité a une très grande influence sur la résistivité des matériaux isolants. Cette dernière diminue en fonction de la teneur en eau. La variation de la résistivité en fonction de la teneur en eau  $W_m$  (rapportée au produit supposé sec) peut prendre les deux formes principales suivantes [20] :

$$\rho = \rho_0 \exp(-\alpha.W_m). \quad (I.13)$$

ou bien :

$$\rho = \rho'_0 \cdot W_m^{-n} \quad (I.14)$$

avec :

$\alpha$  et  $n$  : constantes caractéristiques du matériau ;

$\rho'_0$  et  $\rho_0$  : résistivités initiales.

Selon le domaine des valeurs de la teneur en eau, les deux formes de lois peuvent être vérifiées sur le même produit.

#### 4. INFLUENCE DE L'EAU SUR LES ISOLANTS SOLIDES

De nombreuses mesures de taux d'humidité ont été faites sur des échantillons de polyéthylène basse densité (PEBD) ou de polyéthylène réticulé chimiquement (PRC) provenant soit de câbles claqués en exploitation, soit de câbles essayés en laboratoire. Ces mesures permettent d'apprécier l'importance du rôle de l'eau dans les isolations de câbles et leur influence sur les propriétés diélectriques.

E. Favrie et H. Auclair [21] ont constaté des différences de solubilités de l'eau, selon qu'elle pénètre par l'âme ou par la gaine externe du câble isolé au PRC. Selon ces auteurs, la solubilité est plus importante lorsque l'eau pénètre par l'âme et qu'il existe un gradient de température dans l'isolation. Si l'isolation en contact avec l'âme est à une température plus élevée qu'au voisinage de la gaine externe, la solubilité est plus importante vers le milieu de l'isolation. Dans le cas d'une pénétration par la gaine externe, la répartition est à peu près uniforme avec une solubilité légèrement plus forte du côté gaine. L'absorption d'eau dans un câble électrique dépend de plusieurs facteurs, parmi les plus importants, on cite [22]:

- La valeur de la tension appliquée : la solubilité est proportionnelle à la tension appliquée.
- La pression de moulage appliquée au cours de la fabrication : l'eau pénètre dans les microvides existant dans le polyéthylène (PE) que dans les régions amorphes entre les sphérulites.

- La nature des ions dissous dans l'eau et leur concentration. Le passage de l'eau dans le polyéthylène étant attribué à l'action du champ électrique sur les ions hydratés qui migrent de l'électrolyse dans le polymère.

Plusieurs auteurs ont reporté que la diffusion de l'eau dans les polymères conduit à la formation d'arborescences d'eau ou électrochimiques [23-26] provoquant, à long terme, un claquage de l'isolant. T. Yoshimitsu et al, dans l'étude des arborescences d'eau dans le polyéthylène réticulé chimiquement [25], ont reporté les valeurs suivantes:

- $E = 10,6$  kcal/mol
- $D = 5,2 \cdot 10^{-7}$  cm<sup>2</sup>/min à 30°C et  $D = 1,2 \cdot 10^{-7}$  cm<sup>2</sup>/min à 45°C.

Selon S. Bamji et al, il ressort [26]:

1. la dégradation des polymères par arborescences électrochimiques peut se diviser en quatre stades [26]:
  - transport de l'eau dans le polymère
  - condensation de l'eau à des endroits convenant à la formation d'une arborescence
  - développement de l'arborescence
  - claquage de l'isolant.
2. La limite de solubilité de la vapeur d'eau dans le polyéthylène est de l'ordre de 100 ppm à la température ambiante, mais la teneur en humidité de l'isolant d'un câble peut être beaucoup plus forte, à cause de la présence de nombreuses vacuoles qui peuvent se remplir d'eau. La quantité d'eau et son emplacement influenceront sur le temps de formation d'une arborescence.
3. La rigidité diélectrique des régions sans arborescence ou avec arborescences séchées pour le polyéthylène était supérieure à 100 kV/mm, alors qu'une arborescence abaisse la rigidité diélectrique à 10 – 30 kV/mm.

Les travaux de S. Yasufuku et al [27] montrent que la permittivité et le facteur de dissipation du papier polyamide aromatique augmentent avec le taux d'eau absorbée.

S.V. Nikolajevic et al ont mis en évidence une décroissance de la rigidité diélectrique des câbles en polyéthylène réticulé chimiquement en fonction du taux d'eau absorbée [28].

D'autres travaux montrent l'influence de l'humidité sur les caractéristiques des décharges partielles dans le polyméthacrylate de méthyle [29] et sur l'accumulation de la charge d'espace dans le polyéthylène réticulé chimiquement [30]. C. Ishiyama et al [31] ont montré que le module d'Young du polyméthacrylate de méthyle décroît en fonction du taux d'humidité.

La fiabilité d'un système ou d'un composant est la probabilité conditionnelle à un âge donné de remplir sa fonction, à l'intérieur des limites de performances spécifiées pour la période de temps et sous des contraintes aux conditions de fonctionnement [32].

La rupture est un phénomène aléatoire: pour des échantillons placés dans des conditions expérimentales identiques, on n'obtient pas une valeur unique du champ ou du temps de rupture mais une distribution de valeurs. Il est donc nécessaire de tester un grand nombre d'échantillons identiques. Ce caractère statistique pourrait s'expliquer par l'existence d'hétérogénéités (ou de défauts) microscopiques locaux dans le matériau diélectrique. Il est bien connu depuis longtemps, que quelque soit les précautions prises par les fabricants de matériaux isolants, les défauts ne peuvent pas être éliminés complètement. Ces défauts peuvent exister lors de la mise en œuvre du matériau ou créés durant le vieillissement. Par conséquent, il faut mener une analyse statistique sur la dispersion des tensions et des temps de rupture afin d'en déduire éventuellement des lois de vieillissement.

Pour prédire la durée de vie des matériaux isolants solides, plusieurs approches mathématiques (loi de Gauss, loi normale,...etc) sont utilisés. Le modèle le plus employé pour la caractérisation de la rupture diélectrique de ces matériaux est le modèle de Weibull [33]. Des tests de claquage en rampe de tension et des vieillissements sous champ constant sont couramment réalisés afin de vérifier les performances des diélectriques solides.

## **1. MODELE STATISTIQUE DE WEIBULL**

### **1.1. Bases du modèle**

A l'origine, le modèle statistique de Weibull a été établi en mécanique. Il exprimait la probabilité de rupture d'une chaîne en fonction de la probabilité de rupture d'un maillon [34]. La rupture d'une chaîne se produit au niveau de son maillon le plus faible quelles que soient les qualités des autres maillons. Ainsi la probabilité de rupture  $P_n$  d'une chaîne de  $n$  maillons s'exprime en fonction de la probabilité  $P$  d'un seul de ces maillons de la façon suivante:

$$P_n = P^n \quad (\text{II.1})$$

Le modèle statistique de Weibull ou loi de chaîne s'écrit [34]:

$$P(X) = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{X - X_s}{X_o} \right)^\alpha \right] \quad X > 0 \quad (\text{II.2})$$

avec:

P(X): probabilité de rupture

X: variable aléatoire

$X_o$  : paramètre d'échelle

$X_s$  : paramètre de localisation

$\alpha$  : paramètre de forme.

Une description détaillée de cette méthode peut être trouvée dans des ouvrages de référence [33,35,36]. Il s'agit d'une bonne image de ce qui se passe dans un isolant solide où un claquage local entraîne la rupture de l'ensemble de l'isolant.

La prise de conscience de ce que les problèmes de la rupture diélectrique des câbles obéissent à une loi de dispersion de valeurs extrêmes du type de celle qui gouvernent les dispersions de rupture de chaînes, a conduit certains auteurs à proposer de représenter la dispersion des champs ou tensions de rupture par une loi exponentielle du même type que celle de Weibull [37].

## 1.2. Modèle à deux paramètres

Dans ce cas  $X_s = 0$  et le modèle de Weibull est dit à 2 paramètres. Le formalisme de Weibull s'écrit [37]:

$$P(X) = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{X}{X_o} \right)^\alpha \right] \quad X > 0 \quad (\text{II.3})$$

ou sous sa forme linéaire:

$$\log \text{Ln} \frac{1}{1 - P(X)} = \alpha \log X - \alpha \log X_o \quad (\text{II.4}).$$

Si le phénomène observé suit le modèle de Weibull à 2 paramètres, le graphique où l'on porte en abscisses  $\log X$  et  $\log \text{Ln} \frac{1}{1 - P(X)}$  en ordonnées doit être une droite de pente  $\alpha$ .

### 1.3. Modèle à trois paramètres

C'est le cas où  $X_s \neq 0$ . Introduire un paramètre de localisation consiste tout simplement à translater les courbes de probabilité cumulée selon l'axe des abscisses.

Le modèle de Weibull devient [37]:

$$P(X) = 1 - \exp \left[ - \frac{(X - X_s)^\alpha}{(X_o - X_s)^\alpha} \right] \quad X > 0 \quad (\text{II.5})$$

ou encore sous sa forme linéaire:

$$\log \text{Ln} \frac{1}{1 - P(X)} = \alpha \log(X - X_s) - \alpha \log(X_o - X_s) \quad (\text{II.6}).$$

Dans le cas où l'on porte en abscisses  $\log(X - X_s)$  et en ordonnées  $\log \text{Ln} \frac{1}{1 - P(X)}$ , le diagramme est une droite de pente  $\alpha$ .

### 1.4. Signification des paramètres

#### 1.4.1. Paramètre d'échelle

Il est destiné à définir une valeur centrale caractéristique de la population étudiée. Ce paramètre correspond à une densité de probabilité maximale.

Pour  $X = X_o$ ,  $\log \text{Ln} \frac{1}{1 - P} = 0$  et on déduit  $P = 1 - \frac{1}{e} = 63,2\%$ .

#### 1.4.2. Paramètre de forme

C'est un nombre sans dimension. C'est la pente de la caractéristique du modèle de Weibull dans sa représentation linéaire. Il est, par conséquent, l'image de la dispersion de la variable aléatoire. Plus  $\alpha$  est grand, moins les valeurs sont dispersées [38]. D'après J.M. Oudin et al [39]:

- si  $\alpha$  est inférieur à 1, on a une "mortalité infantile" des échantillons qu'on appelle "défauts de jeunesse",
- si  $\alpha = 1$ , la loi de Weibull correspond à la loi de Poisson,

- si  $\alpha > 1$ , on a un vieillissement normal, c'est à dire à une fatigue initialement nulle et qui s'accroît avec le temps.

En général, pour les distributions en temps, les valeurs du facteur de forme varient comme suit :  $0,5 < \alpha < 3$  [33] et  $0,5 < \alpha < 7$  respectivement dans le cas du vieillissement électrique du polyuréthane et du polyester-imide [40,41].

Pour les essais en rampe de tension sous vitesse de montée constante, on a :  $4 < \alpha < 9$  dans le cas du polyester-imide [42].

### **1.4.3. Paramètre de localisation**

La variable  $X_s$  apparaît comme un seuil en dessous duquel le vieillissement se trouve considérablement ralenti, la durée de vie du matériau tend alors vers l'infini c'est à dire  $P(X < X_s) = 0$ . La valeur du seuil est forcément inférieure à la plus faible valeur trouvée expérimentalement.

### **1.5. Avantages de la loi de Weibull**

Après une étude comparative entre la loi de Weibull et la loi log-normale, J.M. Oudin et al ont montré [39] que:

- Pour des probabilités faibles, l'hypothèse de la loi de Weibull correspond à des probabilités plus fortes et par conséquent plus pessimiste que l'hypothèse Laplacienne. On peut considérer que cette prévision plus pessimiste apporte plus de sécurité.
- Le modèle de Weibull permet de retrouver la durée de vie donnée par le modèle de puissance inverse.

## **2. APPLICATION DU MODELE DE WEIBULL A L'ETUDE DE LA TENUE DIELECTRIQUE DES ISOLANTS SOLIDES**

L'application du modèle statistique de Weibull à la caractérisation de la tenue diélectrique des isolants solides repose sur les hypothèses suivantes :

- on considère que le phénomène de claquage est caractérisé par une variable aléatoire à 2 dimensions dont l'une est le temps  $t$  au bout duquel se produit la rupture de l'isolant et l'autre le gradient de potentiel  $G$  qui a provoqué cette rupture.
- le claquage est localisé dans un petit volume du diélectrique. La rupture d'un élément microscopique entraîne la rupture du système isolant sur toute son épaisseur.

Une base de la théorie statistique de la rupture diélectrique est présentée par L.A. Dissado [43].

## 2.1. Tenue diélectrique à long terme

La probabilité de claquage sous champ constant s'écrit [39]:

$$P(G,t)=1-\exp(-Ct^a G^b) \quad (\text{II.7})$$

avec:

$G$ : champ électrique appliqué

$C$ : constante dépendant de la géométrie de l'échantillon

$t$ : temps au bout duquel se produit le claquage

$a$ : paramètre de dispersion en temps

$b$ : paramètre de dispersion en champ

avec  $n = b/a$ ,  $n$ : coefficient d'endurance électrique.

La relation se met souvent sous la forme explicite [39]:

$$P(G,t,v)=1-\exp\left[-\left(\frac{G}{G_0}\right)^b\left(\frac{t}{t_0}\right)^a\left(\frac{v}{v_0}\right)\right] \quad (\text{II.8})$$

où:  $G_0$ ,  $t_0$  et  $v_0$  sont les valeurs d'échelles respectivement à la constante  $G$ , à la durée  $t$  et au volume  $v$  de l'isolant étudié.

Le modèle statistique de Weibull est très utilisé pour l'évaluation de la fiabilité de câbles électriques [44,45] et de machines électriques [40- 42, 46 - 48].

## 2.2. Tenue diélectrique électrique à court terme

Dans le cas du vieillissement à court terme, le matériau est soumis à une rampe de champ électrique de vitesse de montée constante  $V$ . On peut écrire:

$$G = Vt \quad (\text{II.9})$$

avec:

$G$ : champ électrique de rupture appliqué

$V$ : vitesse de montée de la rampe du champ électrique

$t$ : temps au bout duquel se produit le claquage.

En remplaçant  $t$  par sa valeur dans l'expression (II.7), nous obtenons l'expression de la probabilité de claquage:

$$P(G) = 1 - \exp\left(-C \frac{G^{a+b}}{V^a}\right) \quad (\text{II.10}).$$

Le modèle statistique est utilisé pour l'évaluation de la tenue diélectrique des isolants solides sous rampe de tension à vitesse de montée constante [38, 42, 49,50].

## 3. METHODES DE LISSAGE

La représentation graphique des points expérimentaux peut être approchée par des polynômes de degré 1, 2 ou 3 [49, 51-54]. Pour le lissage linéaire, les méthodes des moindres carrés et celle du maximum de vraisemblance sont utilisées [40, 41, 49].

Dans ce chapitre, nous présentons les dispositifs expérimentaux utilisés lors des essais réalisés concernant l'effet de l'humidité sur la tenue diélectrique du polyamide imide utilisé comme isolant dans les machines électriques. Les essais ont été effectués au Laboratoire de physique de l'entreprise Electro-Industries sise à Azazga. Avant les essais de vieillissement hydrolytique, le fil émaillé a été soumis à des essais de contrôle.

### 1. Essais de contrôle

Le fil de cuivre émaillé utilisé pour les expériences a été découpé à partir d'une bobine (figure III.1) fournie par l'Entreprise Nationale TREFICUIVRE. Ce fil, de diamètre 0,63 mm, a été recouvert d'une couche de polyamide imide de grad 2 et d'épaisseur d'environ 33  $\mu\text{m}$ . L'isolation est de classe C (220°C).



Figure III.1. Bobine de fil de cuivre émaillé au polyamide

#### 1.1. Détermination des dimensions

Afin de déterminer le diamètre du fil et l'épaisseur de l'isolation, trois échantillons ont été découpés puis dénudés aux extrémités. A l'aide d'un palmer électronique (figure

III.2), trois mesures de diamètres ont été réalisées ( $120^\circ$  entre deux points de mesure) de l'extrémité dénudée et de la partie revêtue, selon les recommandations de la norme NF EN 60851-2 [55]. Les différentes mesures ont été faites avec et sans couche d'émail dont les résultats sont présentés dans le tableau III.1. Ces résultats sont conformes aux recommandations de la norme NF EN 60317-0-1 [56].



Figure III. 2. Palmer électronique utilisé pour la mesure du diamètre.

Diamètre nominal (mm)	Tolérance $\pm$ (mm)	Diamètre mesuré (mm)	Diamètre extérieur maximal toléré (mm)	Diamètre extérieur mesuré (mm)	Différence minimale (mm)	Différence réelle mesurée (mm)
0,630	0,006	0,625	0,704	0,692	0,050	0,067

Tableau III.1. Résultats de mesure du diamètre du fil de cuivre et de l'épaisseur de l'isolant.

## 1.2. Aptitude au bobinage

Afin de prévenir d'éventuels défauts qui peuvent survenir suite aux manipulations de l'opérateur lors du bobinage, il est procédé à l'étude des propriétés mécaniques présentées ci-après.

### 1.2.1. Adhérence et souplesse de la couche d'émail

A l'aide du tour à bobiner présenté à la figure III.3, trois éprouvettes constituées de 10 spires jointives ont été confectionnées. La figure III.3 montre un échantillon. A l'aide du microscope présenté à la figure III.4, l'adhérence de la couche isolante a été contrôlée conformément aux recommandations de la norme NF EN 60851-3 [57]. Le test est satisfaisant puisque tous les échantillons n'ont pas présenté de craquelure. Du point de vue adhérence et souplesse, le fil émaillé utilisé pour nos expériences est conforme à la norme NF EN 60317-0-1 [56].



Figure III.3. Tour à bobiner.

### 1.2.2. Effet de ressort

A l'aide du dispositif pour effet de ressort exposé à la figure III.5, trois éprouvettes ont été confectionnées de la manière suivante: un poids de 12 N a été suspendu au fil émaillé,

puis enroulé en 5 et  $\frac{1}{2}$  tours sur un mandrin de 37,5 mm de diamètre, suivant les recommandations de la norme NF EN 60851-3 [57].

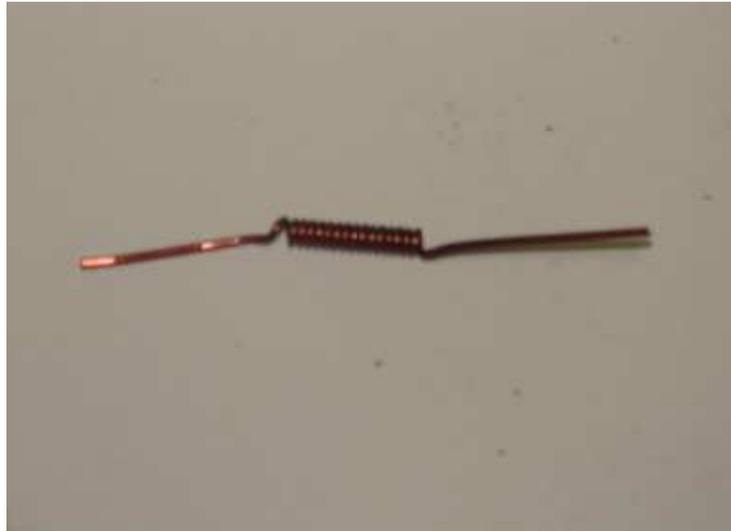


Figure III.4. Eprouvette utilisée dans l'essai d'adhérence et souplesse.

Effet de ressort maximal normalisé (degré)	Effet de ressort mesuré (degré)	
50 pour le fil émaillé de grade 2	$\alpha_1 = 48$	$\alpha_{med} = 48$
	$\alpha_2 = 48$	
	$\alpha_3 = 48$	

Tableau III.2. Effet de ressort du fil émaillé.

Trois angles de retour  $\alpha_1$ ,  $\alpha_2$ , et  $\alpha_3$  ont été mesurés pour les trois échantillons. La valeur médiane des trois angles a été prise. Les résultats de mesure exposés au tableau III.2 montrent que le fil émaillé est conforme aux prescriptions de la norme NF EN 60317-0-1 [56].



Figure III.5. Microscope servant à observer les échantillons.



Figure III.6. Dispositif utilisé pour mesurer l'effet ressort.

### 1.3. Essai de choc thermique

Cet essai a été effectué dans le but de vérifier la stabilité thermique de l'isolant. Trois éprouvettes ont été réalisées en enroulant le fil de cuivre sur un mandrin de 1,4 mm de diamètre et en confectionnant 10 spires jointives.



Figure III.7. Eprouvette utilisée dans l'essai de choc thermique.



Figure III.8. Etuve à air pulsé utilisée pour l'essai de choc

La figure III.7 montre un échantillon préparé. Les éprouvettes ont été, ensuite, introduites dans une étuve à air pulsé et réglée à une température de 220°C pendant 30 min, conformément aux recommandations de la norme NF EN 60851-5 [58]. La figure III.8 montre l'étuve à air pulsé avec des éprouvettes suspendues à la partie supérieure. A l'aide du microscope présenté à la figure III.5, ces éprouvettes ont été observées avant le vieillissement. Le test a montré que les échantillons n'ont présenté aucune craquelure. Les résultats sont conformes aux prescriptions de la norme NF EN 60317-0-1 [56].

#### 1.4. Mesure de la résistance électrique du fil du cuivre

Afin de réduire les pertes par effet Joule dans des machines électriques, le conducteur doit avoir une résistance la plus faible possible. Par conséquent, le contrôle des qualités électriques du fil du cuivre est indispensable. A l'aide de l'ohmmètre montré à la figure III.9, la mesure de la résistance électrique a été effectuée à la température de 20°C (ambiante) sur trois échantillons d'un mètre de longueur dénudés aux deux extrémités, selon les spécifications de la norme NF EN 60851-5 [58]. Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau III.3.

Valeurs normalisées ( $\Omega$ /m)			Valeurs mesurées ( $\Omega$ /m)	Valeurs moyennes ( $\Omega$ /m)
minimale	nominale	maximale	$R_1 = 0,05545$	$R_{\text{moy}}=0,05544$
			$R_2 = 0,05543$	
0,05335	0,05484	0,05638	$R_2 = 0,05543$	

Tableau III.3. Valeurs de la résistance électrique du fil de cuivre.



Figure III.9. Ohmmètre utilisé pour la mesure de la résistance du fil de cuivre.

### 1.5. Essai de traction

L'essai de traction a été réalisé dans le but de contrôler l'allongement à la rupture du fil émaillé. A l'aide de la machine de traction exposé à la figure III.10, les tests ont été effectués sur trois éprouvettes de longueur 20 cm.

Diamètre nominal du conducteur (mm)	Allongement minimal normalisé (%)	Force appliquée (N)	Allongement moyen mesuré (%)	
0,625	27	83	$A_1 = 38$	$A_{\text{moy}} = 37,5$
		84	$A_2 = 37$	
		83	$A_3 = 37,5$	

Tableau III.4. Allongement à la rupture du fil émaillé.

Une longueur de 2 cm, repérée entre deux points, a été soumise à une charge progressive jusqu'à la rupture de l'éprouvette considérée, conformément aux recommandations de la norme NF EN 60851-3 [57]. L'allongement à la rupture a été mesuré. La moyenne des trois mesures a été calculée. Les résultats sont présentés dans le tableau III.4 et conformes aux recommandations de la norme NF EN 60317-0-1 [56].



Figure III.10. Machine de traction utilisée pour les essais mécaniques.

## 2. Préparation des échantillons pour les essais de vieillissement

A partir d'une longueur de fil émaillé de 400 mm environ, une torsade de  $125 \pm 5$  mm a été réalisée en utilisant le tour à bobiner montré à la figure III.11, suivant les recommandations de la norme NF EN 60317-0-1 [56]. La charge et le nombre de tours appliqués à la torsade sont donnés dans le tableau III.5. Ensuite les deux extrémités ont été dénudées et la boucle située à l'extrémité de la partie torsadée a été coupée en deux points afin d'éviter le court-circuit lors des essais de rupture diélectrique. De même, les deux extrémités de la torsade ont été écartées. La figure III.12 montre une éprouvette réalisée sous forme de torsade.

Diamètre nominal du conducteur (mm)		Charge (N)	Nombre de tours de la torsade
Supérieur à	Jusqu'à et y compris	7,00	12
0,500	0,710		

Tableau III.5. Charge et nombre de tours appliqués à la torsade [56].



Figure III.11. Tour à bobiner servant à réaliser des éprouvettes.

### 3. Cellule de vieillissement hydrolytique

#### 3.1. Conditions atmosphériques dans la cellule de vieillissement hydrolytique

Plusieurs éprouvettes, de forme de torsade comme décrites auparavant, ont été accrochées à la partie supérieure d'une enceinte comportant une cuvette remplie avec une solution de glycérine dont les caractéristiques sont :

- Formule chimique :  $C_3H_8O_3/CH_2OH-CHOH-CH_2OH$
- Masse moléculaire : 92,09.



Figure III.12. Eprouvette réalisée.

La figure III.13 montre la cellule de vieillissement hydrolytique avec des échantillons. La cellule est équipée d'un système de chauffage et d'un régulateur de température. La température de l'enceinte d'humidité peut atteindre 70°C. Dans notre cas, elle a été fixée à 55°C.

### 3.2. Méthode d'obtention du taux d'humidité

Dans la première étape, la glycérine a été mélangée avec de l'eau distillée dont la conductivité varie de 0,5 à 3  $\mu s/cm$  ou  $ms/cm$  suivant la qualité. Afin d'obtenir un taux d'humidité relative de 93%, la solution a été préparée en mélangeant 1,215 l de glycérine avec 6,075 l d'eau distillée. Ce mélange a été réalisé en appliquant les valeurs données dans le tableau III.6 : le volume de glycérine correspond à 20% de celui de l'eau distillée. Dans la deuxième étape, l'indice de réfraction de cette solution a été mesuré à l'aide du réfractomètre présenté à la figure III.14. Cette valeur a permis de vérifier la valeur du taux d'humidité en utilisant le tableau III.6.

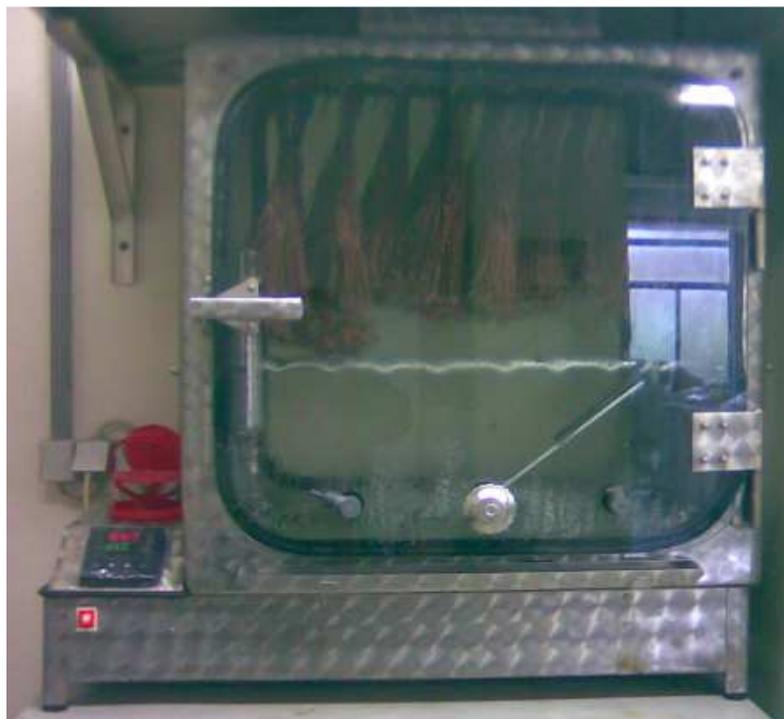


Figure III.13. Cellule de vieillissement hydrolytique.



Figure III.14. Réfractomètre de type AR4 utilisé pour la mesure de l'indice de réfraction.

Concentration (massique) de Glycérine %	Humidité relative U %	Erreur relative $+\Delta U$ %	Masse volumique à 25°C $\rho_{25}$ g/ml	Indice de réfraction à 25°C $n_{25}$
94	20	7	1,247	1,463
93	25	6	1,241	1,460
91	30	5	1,238	1,458
89	35	4	1,232	1,455
86	40	3	1,225	1,451
83	45	3	1,215	1,446
80	50	2	1,208	1,44
76	55	2	1,199	1,437
72	60	2	1,187	1,431
68	65	2	1,176	1,425
63	70	1	1,163	1,418
58	75	1	1,148	1,410
52	80	1	1,132	1,401
44	85	1	1,109	1,389
34	90	1	1,084	1,376
20	95	1	1,048	1,358
10	98	1	1,022	1,345

Tableau III.6. Solution de glycérine à une température comprise entre 15 et 60°C.

#### 4. Déroulement des essais

##### 4.1. Conditionnement des échantillons

Après des temps de vieillissement de trois semaines (504 h), une population de 80 échantillons a été prélevée. Avant les essais de claquage, les éprouvettes ont été conditionnées dans un dessiccateur contenant du gel de silicone régénéré à neuf, pendant au moins 24 h afin d'éliminer toute présence d'humidité, conformément aux recommandations de la norme NF EN 60317-0-1 [56]. La figure III.15 montre le dessiccateur avec des

échantillons en cours de conditionnement. Il en est de même pour les échantillons non vieillis qui ont été conditionnés de la même manière que ceux vieillis.



Figure III. 15. Ensemble dessiccateur et échantillons en cours de conditionnement.

#### **4.2. Essais de claquage**



Figure III.16. Générateur de haute tension utilisé pour les essais de claquage.

Les expériences ont été réalisées à l'air libre à l'aide d'un générateur de haute tension à courant alternatif et de fréquence 50 Hz. Les essais consistent à soumettre l'échantillon (les deux parties en cuivre dénudées) considéré à une rampe de tension de vitesse constante de 0,5 kV /s jusqu' au claquage. Après rupture, la tension correspondante a été relevée. La figure III.16 montre le générateur de haute tension.

Dans ce chapitre, nous présentons des résultats relatifs à l'effet de l'humidité sur la tenue diélectrique du polyamide imide. La première partie est consacrée à une analyse statistique des valeurs de la tension de claquage en utilisant le modèle de Weibull. Dans la deuxième partie sont présentées les variations de la tension de claquage et du facteur de forme en fonction du temps de vieillissement ainsi qu'une discussion et une interprétation des résultats obtenus.

## 1. EMAUX ISOLANTS

Actuellement plusieurs émaux isolants sont de plus en plus utilisés dans l'émaillage des fils de bobinage de machines électriques. Les qualités d'un émail sont déterminées en tenant compte des conditions de son emploi. Les éléments à faire intervenir pour le choix d'un émail sont: les dimensions des conducteurs, les conditions de mise en oeuvre, le mode de bobinage (long ou rapide), le traitement d'imprégnation, les températures maximales d'utilisation et le milieu ambiant [59]. Les qualités adhésives de ces émaux sur différents matériaux ont été mises en évidence [60]. Les fabricants d'émaux sont portés sur l'élévation et la stabilisation des qualités de ces produits, dans des conditions de plus en plus sévères de leur emploi.

L'imprégnation des fils émaillés au moyen de vernis appropriés est généralement indispensable après bobinage. Le choix du vernis d'imprégnation et son association correcte au vernis d'émaillage doivent faire intervenir ou bien le comportement du vernis d'imprégnation, ou bien l'ensemble des deux vernis superposés. Ainsi, il faut tenir compte des conditions d'application du vernis d'imprégnation, de sa résistance au vieillissement, de ses qualités diélectriques, de sa tenue aux huiles, aux agents chimiques, aussi de son action prolongée sur le fil émaillé. Le vernis d'imprégnation ne doit pas attaquer l'émail ni être l'objet d'incompatibilités diverses.

L'expérience a montré que les fils émaillés et les vernis ou résines isolantes pouvaient avoir une action réciproque au cours du vieillissement thermique. L'interaction entre vernis et émail peut conférer à l'ensemble fil émaillé-verniss d'imprégnation une durée de vie supérieure ou inférieure à celle du fil émaillé essayé isolément [61].

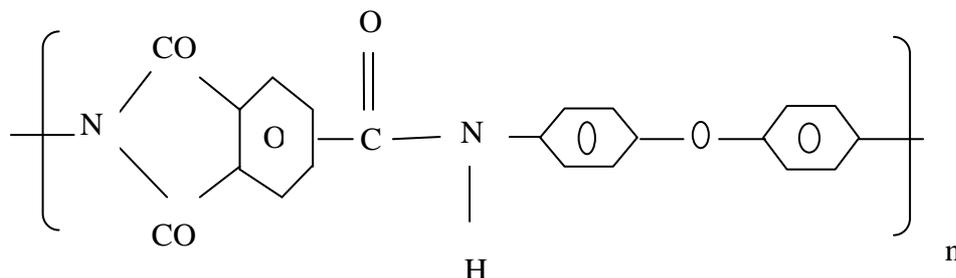
Des travaux sur le fil émaillé au formvar ont montré que le vernis apporte une protection efficace à l'émail contre la dégradation thermique du matériau et qu'il ne se produit pas d'incompatibilité sensible. De plus, au point de vue de tenue diélectrique, les tensions de claquage sont plus élevées dans le cas du fil émaillé avec vernis en raison de la surépaisseur apportée par ce dernier [22]. Le vernis est à diluer avec un solvant approprié pour obtenir l'épaisseur de revêtement désirée. De nombreuses tentatives sont faites actuellement pour mettre au point et normaliser des méthodes plus rapides. Cependant, le choix du vernis d'imprégnation restant souvent difficile, il sera de préférence effectué en relation directe avec les sociétés productrices des produits à associer [59].

Les fils émaillés présentent une bonne résistance à l'action de la température et de l'humidité et une bonne résistance chimique aux solvants des vernis d'imprégnation. Les émaux isolants sont caractérisés par leur classe ( F, H, C, ...etc) et leur grade (1,2,3) qui dépend de la surépaisseur du diélectrique.

## 2. EMAUX DE POLYAMIDE IMIDE

### 2.1. Famille chimique du polyamide imide

La formule chimique du polyamide imide est la suivante [62] :



### 2.2. Propriétés du polyamide imide

Les propriétés physiques sont :

- Masse volumique: 1,380 g/cm<sup>3</sup> [63]

- Conductivité thermique :  $0,24 \text{ W.m}^{-1}\text{.K}^{-1}$  [64]

Les propriétés mécaniques sont:

- Résistance à la traction à  $23^\circ\text{C}$  :  $117,2 \text{ MPa}$  [64]
- Allongement à la rupture à  $23^\circ\text{C}$  :  $10\text{-}18\%$  [63,64]
- Module d'Young  $23^\circ\text{C}$  :  $5,200 \text{ MPa}$  [63,64]

Les propriétés électriques sont [64]:

- Résistivité transversale :  $3,0.10^{13} \Omega\text{.m}$
- Résistivité superficielle :  $> 1,0.10^{17} \Omega$
- Rigidité diélectrique :  $17,3 \text{ kV/mm}$
- Constante diélectrique à  $106 \text{ Hz}$ :  $4,0$
- Facteur de dissipation à  $106 \text{ Hz}$ :  $9.10^{-3}$

### 2.3. Applications

Le polyamide imide est utilisé dans l'industrie de l'automobile comme isolant thermique par exemple et dans le bobinage de machines électriques. Il est l'un des émaux les plus utilisés à cause de sa bonne résistance thermique.

## 3. TRAITEMENT STATISTIQUE DES DONNEES

Pour l'analyse statistique des valeurs de tension de claquage, nous avons utilisé le modèle de Weibull [34] qui a été décrit au chapitre II. Le calcul des coordonnées des points expérimentaux dans une représentation de Weibull conduit aux expressions suivantes:

$$X_i = \log V_i \quad (\text{IV.1})$$

$$Y_i = \log \text{Ln} (1/(1-P_i)) \quad (\text{IV.2})$$

avec:

$V_i$ : tension de claquage,

$P_i$ : probabilité de rupture.

### 3.1. Calcul des probabilités de rupture

La probabilité de claquage a été calculée en utilisant la relation suivante [65]:

$$P(i) = \frac{i}{N+1} 100\% \quad (\text{IV.3})$$

avec:

N: nombre total d'échantillons testés, dans notre cas  $N = 80$

i: rang de la valeur de la tension de claquage après un classement par ordre croissant.

### 3.2. Lissage des points expérimentaux

La statistique de Weibull est une loi à valeurs extrêmes dont la fonction de distribution est par conséquent non symétrique. Comme nous l'avons dit dans le chapitre II, la méthode des moindres carrés et celle du maximum de vraisemblance sont les plus employées pour le lissage des points expérimentaux. Un lissage réalisé par la méthode des moindres carrés ne serait pas strictement valide d'un point de vue statistique puisqu'il prend en compte les points expérimentaux sans leur accorder un poids statistique particulier. Les estimations au mieux des paramètres seraient plus rigoureuses en utilisant la méthode du maximum de vraisemblance [38].

Les paramètres de Weibull calculés par la méthode des moindres carrés ont été comparés à ceux dérivés de la méthode du maximum de vraisemblance [38, 49,66]. D'après les résultats de ces travaux, on peut conclure que:

- les valeurs nominales sont invariantes d'une méthode à une autre,
- les valeurs du facteur de forme sont assez différentes avec une tendance à de plus grandes valeurs par la méthode des moindres carrés.

Actuellement, les méthodes statistiques permettant le calcul des intervalles de confiance d'une distribution de Weibull reposent sur la méthode du maximum de vraisemblance [67,68]. L'utilisation d'une simple régression linéaire (méthode des moindres carrés) pour estimer les intervalles de confiance sur les différents percentiles de la distribution est incorrect et conduit à une sous-estimation de la largeur des intervalles [69], ce qui peut induire des erreurs d'interprétation. La méthode du maximum de vraisemblance est très

utilisée pour le lissage des points expérimentaux dans le tracé des diagrammes de Weibull [40 - 42]. De plus, il a été reporté que cette méthode a été généralisée pour traiter les données de rupture diélectrique [70]. Par conséquent, notre choix s'est porté sur la méthode du maximum de vraisemblance.

Le tracé des diagrammes de Weibull consiste à tracer  $\log \ln(1/(1-P))$  en fonction de  $\log V$ . Ensuite à effectuer un lissage linéaire des points expérimentaux en utilisant la méthode du maximum de vraisemblance. Il faut chercher la meilleure droite de Weibull c'est-à-dire celle qui ajuste au mieux le diagramme dans sa représentation à deux paramètres.

### **3.3. Détermination des facteurs d'échelle et de forme**

La valeur nominale de la tension de claquage ou facteur d'échelle correspondant à une probabilité de 63,2% a été déterminée pour chaque temps de vieillissement. Il en est de même pour le facteur de forme qui représente la pente de la meilleure droite de Weibull dans sa représentation à deux paramètres.

## **4. RESULTATS OBTENUS ET DISCUSSION**

### **4.1. Diagramme de Weibull à deux paramètres**

Dans les figures IV.1 - IV.9 sont exposés les diagrammes de Weibull à 2 paramètres. L'équation de la meilleure droite de Weibull a été donnée. Nous constatons que la dispersion des points expérimentaux varie d'une distribution à une autre.

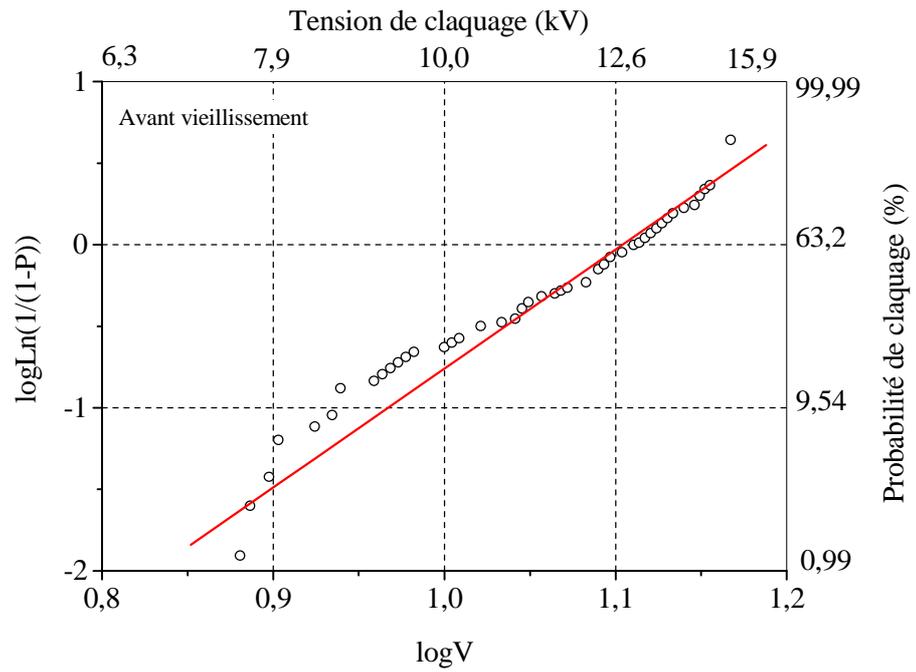


Figure IV.1. Diagramme de Weibull de la tension de claquage avant vieillissement  
 $Y = 7,294 X - 8,054$ .

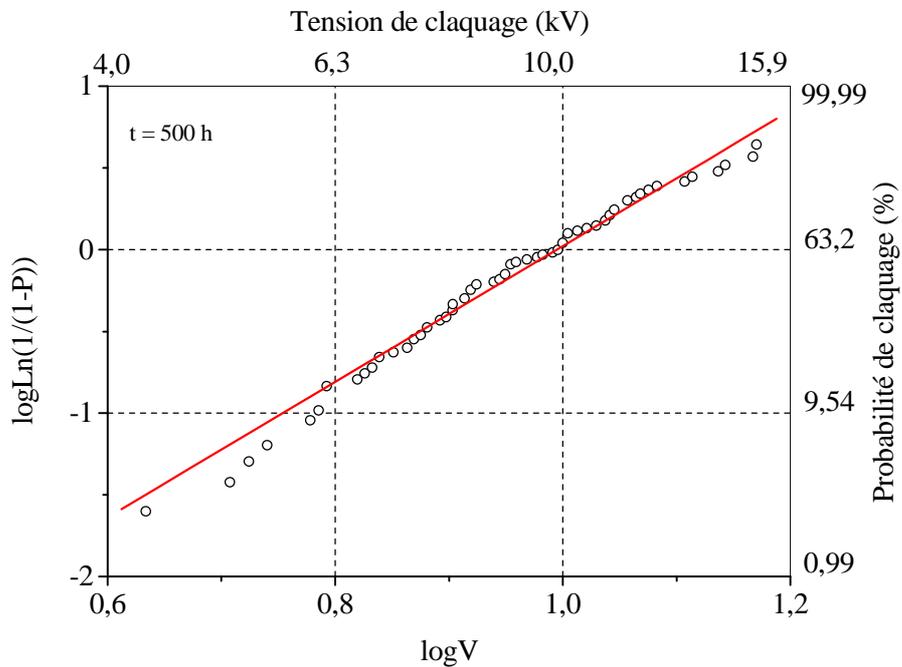


Figure IV.2. Diagramme de Weibull de la tension de claquage pour un temps de vieillissement de 500 h  
 $Y = 4,146 X - 4,125$ .

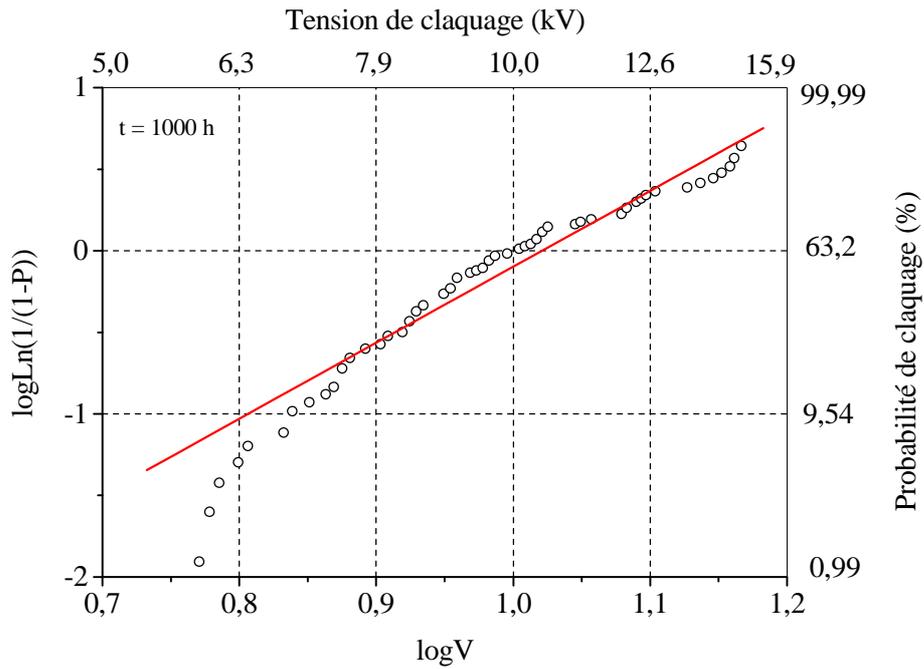


Figure IV.3. Diagramme de Weibull de la tension de claquage pour un temps de vieillissement de 1000 h.

$$Y = 4,657 X - 4,755$$

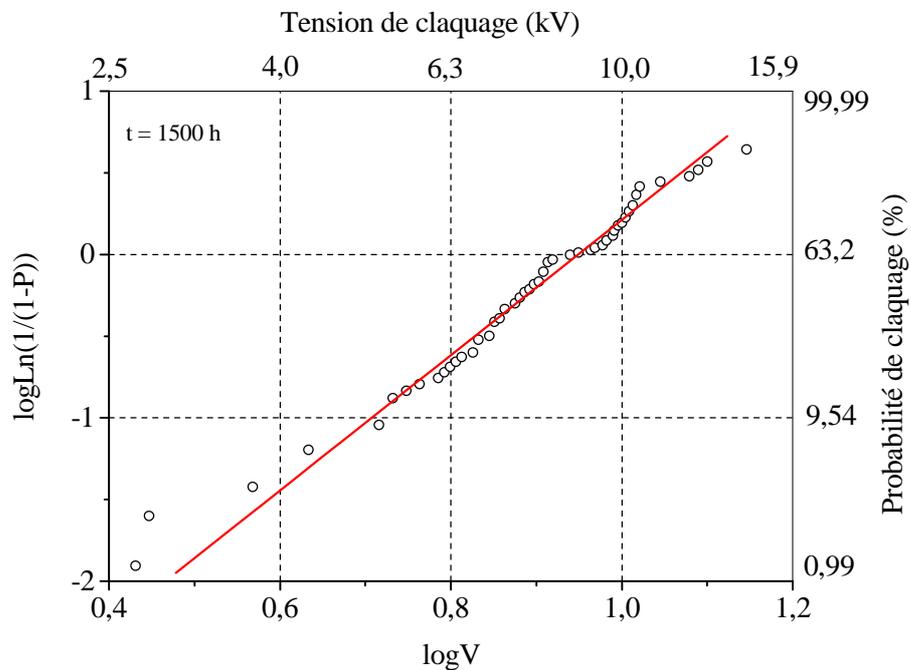


Figure IV.4. Diagramme de Weibull de la tension de claquage pour un temps de vieillissement de 1500 h

$$Y = 4,140 X - 3,928.$$

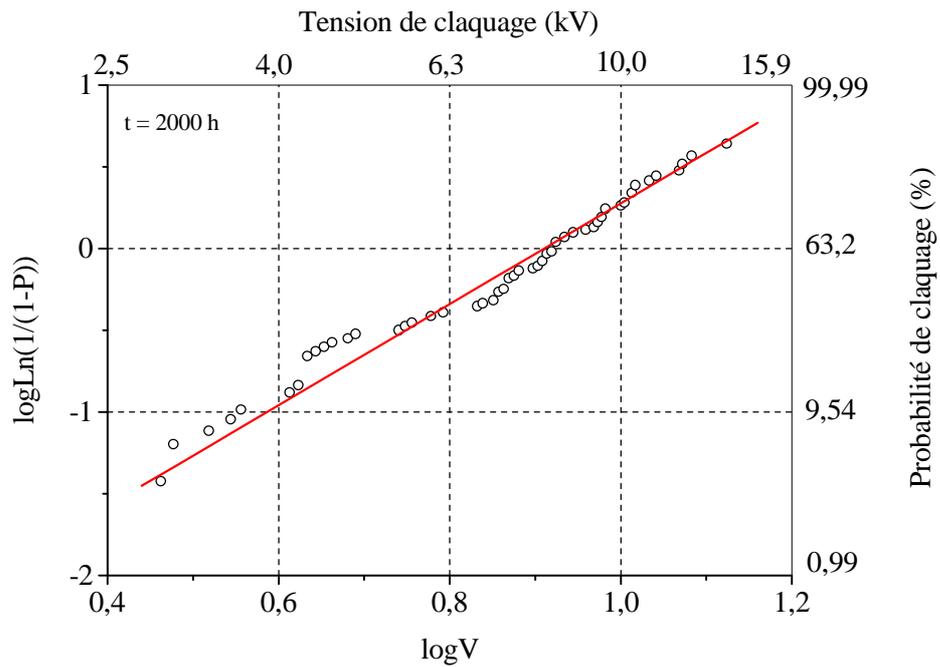


Figure IV.5. Diagramme de Weibull de la tension de claquage pour un temps de vieillissement de 2000 h.

$$Y = 3,085 X - 2,809$$

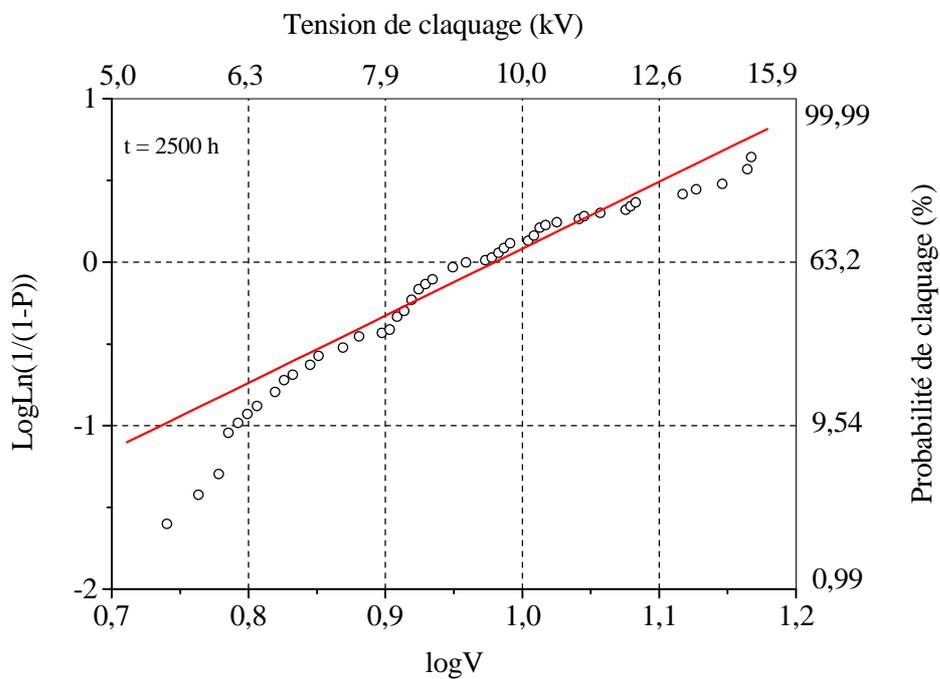


Figure IV.6. Diagramme de Weibull de la tension de claquage pour un temps de vieillissement de 2500 h.

$$Y = 4,096 X - 4,014$$

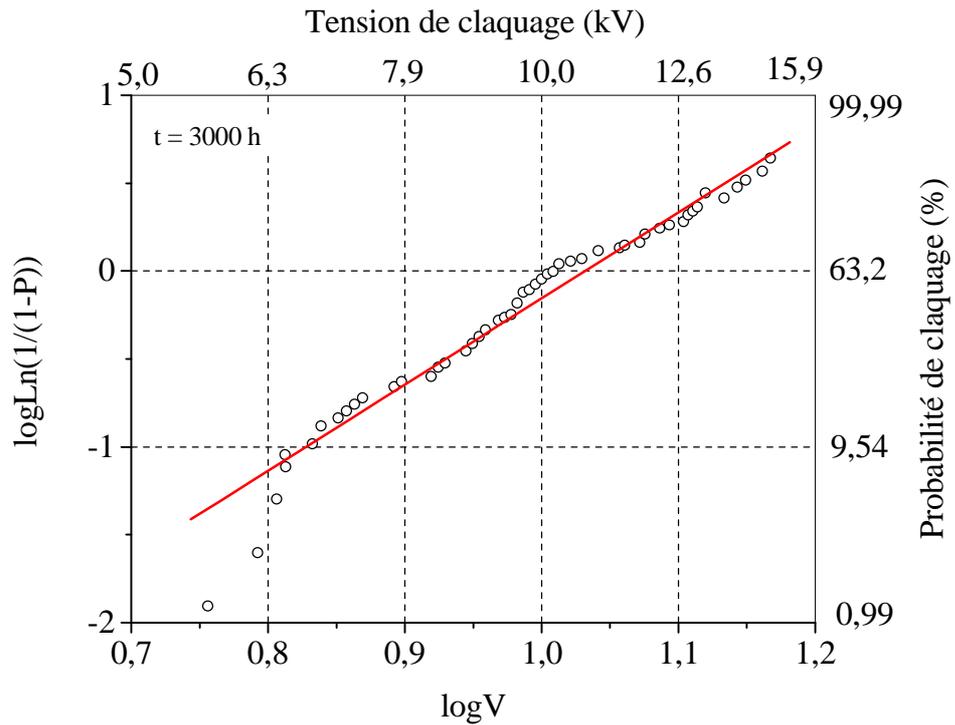


Figure IV.7. Diagramme de Weibull de la tension de claquage pour un temps de vieillissement de 3000 h

$$Y = 4,897 X - 5,053.$$

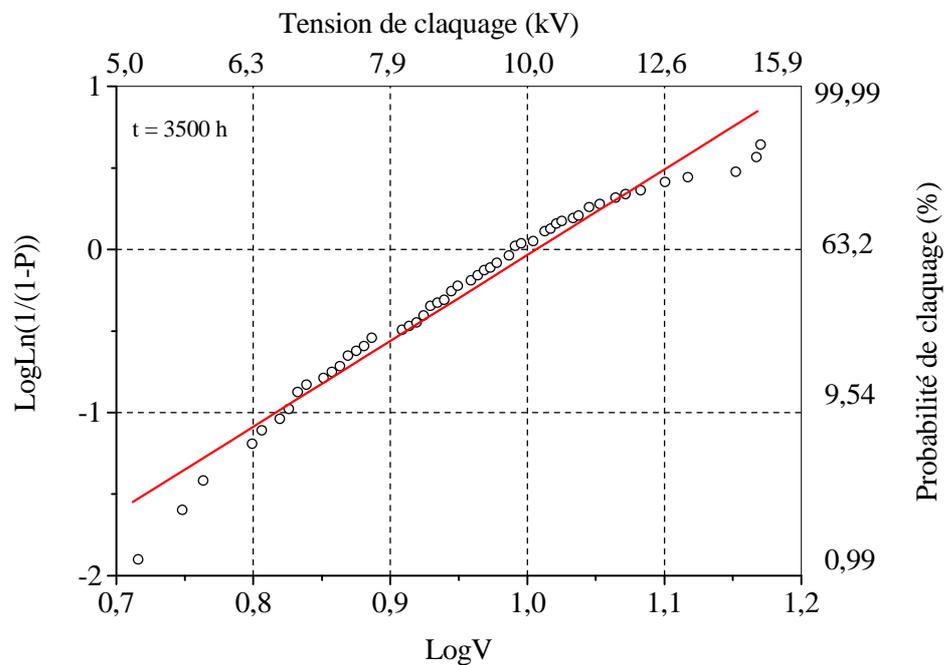


Figure IV.8. Diagramme de Weibull de la tension de claquage pour un temps de vieillissement de 3500 h

$$Y = 4,613 X - 4,649.$$

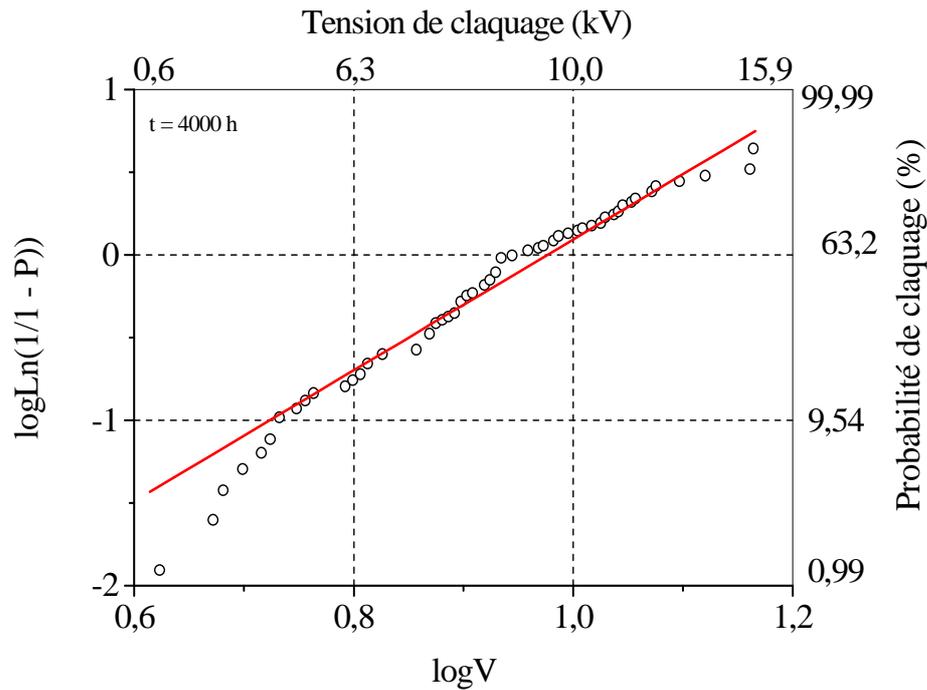


Figure IV.9. Diagramme de Weibull de la tension de claquage pour un temps de vieillissement de 4000 h

$$Y = 3,952 X - 3,859.$$

#### 4.2. Variation de la tension nominale de claquage en fonction du temps de vieillissement

A la figure IV.10 (courbe 1) est exposée la variation de la tension nominale de claquage ( $V_c$ ) en fonction du temps de vieillissement ( $t$ ). Au début du vieillissement,  $V_c$  diminue de 12,71 à 9,86 kV correspondant à  $t = 560$  h, puis augmente et atteint un maximum de 10,5 kV pour un temps de vieillissement de 993 h. Au delà de ce temps,  $V_c$  diminue jusqu'à 8,05 kV pour  $t = 1892$  h ensuite augmente de nouveau jusqu'à 10,77 kV pour  $t = 3058$  h. A partir de ce temps,  $V_c$  décroît jusqu'à 9,47 kV après 4000 h de vieillissement.

#### 4.3. Variation du facteur de forme en fonction du temps de vieillissement

L'évolution du facteur de forme en fonction du temps de vieillissement est présentée à la figure IV.10 (courbe 2). Le facteur de forme croît de 7,27 à 11,08 correspondant à un temps de 840 h puis diminue jusqu'à 2,86 pour  $t = 1810$  h. Au-delà de ce temps, il augmente jusqu'à 4,91 correspondant à un temps de vieillissement de 3000 h, ensuite décroît de nouveau jusqu'à 3,98 après 4000 h d'exposition à l'humidité.

Chauvet a montré, au cours de son étude sur la rupture diélectrique à court terme du polyéthylène, que plus le facteur de forme est grand, moins la distribution est dispersée [38]. Nous pouvons conclure que la distribution des points expérimentaux est plus dispersée dans la cas du temps de vieillissement de 2000 h correspondant à un facteur de 3,085. De même, la distribution est moins dispersée avant vieillissement dont le facteur de forme est de 7,294.

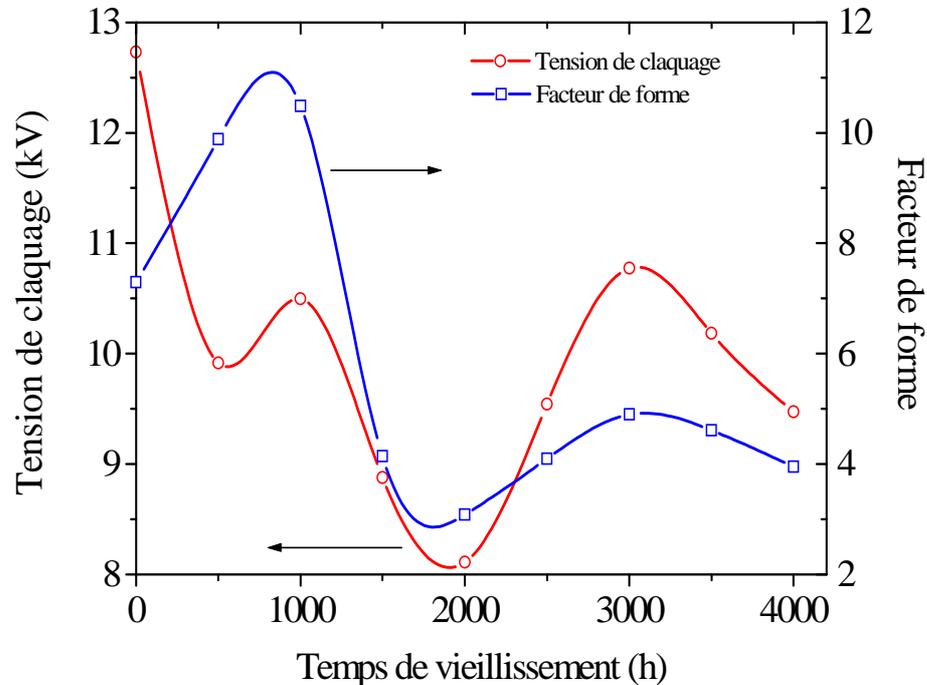


Figure IV.9. Variations de la tension nominale de claquage et du facteur de forme en fonction du temps de vieillissement.

## 5. DISCUSSION ET ESSAI D'INTERPRETATION

D'après nos résultats, il ressort :

- La dispersion des points expérimentaux varie d'une distribution à une autre. Nous constatons, dans la plupart des cas, que les données sont plus dispersées pour les faibles probabilités
- La caractéristique donnant la valeur nominale de la tension de claquage en fonction du temps de vieillissement présente deux pics qui peuvent être attribués à la relaxation des dipôles présents à l'intérieur du polymère. La variation de la tension de rupture est de 36,66%. L'augmentation de la tension de claquage est due à la réticulation du polymère. Quant à la diminution, elle est attribuée à la diffusion de molécules d'eau à l'intérieur du matériau qui conduit à une plastification de l'isolant.

- La rupture diélectrique du matériau se fait par arborescence électrique ou arborescence électrochimique due à la présence d'eau dans le polymère. En effet, l'eau peut diffuser dans le matériau et produirait un gonflage de ce dernier conduisant à la création de fissures. Quand ce dernier est soumis à un champ électrique, il y a création d'une arborescence d'eau (électrochimique) conduisant à la rupture diélectrique. La présence de molécules d'eau facilite l'initiation d'arborescence. La diffusion de l'eau est accélérée par la température.
- La courbe donnant la variation du facteur de forme en fonction du temps de vieillissement traduit la répartition aléatoire des défauts à l'intérieur au sein du diélectrique. On sait que ces défauts existent à l'intérieur du diélectrique solide ou sont créés durant le vieillissement. La variation du facteur de forme est de 56,98%.
- Nous constatons une corrélation nette entre la tension de claquage et le facteur de forme (figure IV.10) : quand la tension augmente, le facteur de forme augmente aussi et vis versa.
- La dégradation du polymère est caractérisée par l'apparition de tâches sombres à la l'interface polymère – cuivre. A des périodes importantes du vieillissement, la couleur de ces tâches devient verte à la surface des échantillons. Nous avons aussi observé des gouttelettes d'eau de couleur marron quittant les éprouvettes et tombant vers la partie inférieure de l'enceinte. Cette couleur marron est due au mélange de l'eau distillée avec de petites fractions de polyamide imide produites lors de l'effritement. Nous avons remarqué un changement de l'état de surface des éprouvettes vieilles.

Le travail présenté, dans ce mémoire, s'inscrit dans le cadre de la caractérisation des isolants polymères soumis à l'action de l'humidité. L'évolution de la tension de claquage du polyamide imide en fonction du temps de vieillissement hydrolytique a été étudiée. Les valeurs de la tension de claquage ont été analysées statistiquement en utilisant le modèle de Weibull.

L'analyse statistique des valeurs de la tension de rupture diélectrique conduit à la détermination des paramètres d'échelle et de forme correspondant à chaque temps de vieillissement. Le lissage des points expérimentaux a été effectué en utilisant la méthode du maximum de vraisemblance. Pour chaque distribution de points expérimentaux, la meilleure droite de Weibull a été déterminée.

L'étude montre que la tension de claquage du polyamide imide varie en fonction du temps de vieillissement. La caractéristique présente deux pics attribués à la relaxation des dipôles présents au sein du matériau. La variation de la tension de rupture a atteint 36,66%. La dispersion des points expérimentaux varie d'une distribution à une autre. Dans la plupart des cas, les données sont plus dispersées pour les faibles probabilités. L'augmentation de la tension de claquage est due à la réticulation du polymère. Quant à la diminution, elle est attribuée à la diffusion de molécules d'eau à l'intérieur du matériau conduisant à une plastification de l'isolant. La rupture diélectrique du matériau se fait par arborescence électrique ou arborescence électrochimique due à la présence d'eau dans le polymère. En effet, l'eau peut diffuser dans le matériau et produirait un gonflage de ce dernier produisant des fissures. Quand le matériau est soumis à un champ électrique, il y a création d'une arborescence menant à la rupture diélectrique. La présence de molécules d'eau facilite l'initiation d'arborescence. La diffusion de l'eau est accélérée par la température.

La courbe donnant la variation du facteur de forme en fonction du temps de vieillissement traduit la répartition aléatoire des défauts au sein du diélectrique. On sait que ces défauts existent à l'intérieur du diélectrique solide ou sont créés durant le vieillissement. La distribution des points expérimentaux est plus dispersée dans la cas du temps de vieillissement de 2000 h correspondant à un facteur de 3,085. Par contre, la distribution est moins dispersée avant vieillissement dont le facteur de forme est de 7,294. La variation du facteur de forme est de 56,98%.

Nous avons constaté une corrélation nette entre la tension de claquage et le facteur de forme : quand la tension augmente, le facteur de forme augmente aussi et vis versa.

La dégradation du polymère est caractérisée par l'apparition de tâches vertes à la surface des échantillons. Nous avons aussi observé des gouttelettes d'eau de couleur marron quittant les éprouvettes et tombant vers la partie inférieure de l'enceinte. Cette couleur marron est due au mélange de l'eau distillée avec des fractions de polyamide imide produites lors de l'effritement. Nous avons aussi remarqué un changement de l'état de surface des éprouvettes vieilles.

Comme perspectives, nous envisageons compléter ce travail par des essais à des temps de vieillissement plus importants jusqu'à la dégradation du polymère. L'étude statistique peut aussi être complétée par le tracé des intervalles de confiance. Afin de donner une interprétation au mécanisme de dégradation, des analyses physico-chimiques sont nécessaires : spectroscopie infrarouge (FTIR), analyse enthalpique différentielle (DSC), analyse thermogravimétrique (ATG) et microscope électronique à balayage (MEB),...etc.

- [1] J. Verdu, Vieillissement physique des plastiques, Techniques de l'ingénieur, 1992.
- [2] J. Verdu, Vieillissement des plastiques, Edition AFNOR, Paris, 1984.
- [3] B. Dewimille, Vieillissement hygrothermique d'un matériau composite fibre de verre - résine époxyde, Thèse Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, Juillet 1981.
- [4] J. Mercier, Prise en compte du vieillissement et de l'endommagement dans le dimensionnement de structures en matériaux composites, Thèse doctorat, Ecole des Mines de Paris, 2006.
- [5] F.N. Kelley, F. Bueche, Viscosity and glass temperature relations for polymer-diluents systems, Journal of Applied Polymer Science, Vol. 50, pp. 549-556, 1961.
- [6] D. Colombini, J.J. Martinez-Vega, G. Merle, Dynamic mechanical investigations of the effects of water sorption and physical ageing on an epoxy resin system, Polymer Vol. 43, N°16, pp. 4473-4485, 2002.
- [7] M. E. R. Shanahan, Water absorption and desorption in an epoxy resin with degradation, Journal of Applied Polymer Sciences Vol. 35, pp. 2659-2670, 1997.
- [8] J. Verdu, Action de l'eau sur les plastiques, AM 3 151, Techniques de l'ingénieur, 1991.
- [9] P. G. Kelleher, R. P. Mentz, M. Y. Hellman, E. H. Gilbert, The hydrolytic stability of glass fiber reinforced polybutylene terephthalate and polycarbonate, Polymer Engineering and Science, 23 N° 10, pp. 537-42, 1983.
- [10] C. H. Vandreck, Hydrolytic stability of some epoxy and urethane insulation compounds, 31 th SPE Montréal, SPE pp. 413-7, Mai 1973.
- [11] NF T 51-166, Plastiques, détermination de l'absorption d'eau, décembre 1981.
- [12] NF T 51-162, Plastiques, méthodes d'exposition à la chaleur humide. octobre 1980.
- [13] D. W. Krevellen, Properties of polymers, Elsevier, pp.420-25, 1976.
- [14] A. C. Loos, G. S. Springer, Moisture absorption of graphite-Epoxy composition immersed in liquids and in humid air, Journal of Composite Materials, Vol. 13, pp. 131-147, 1979.
- [15] C. E. Browing, The mechanism of elevated temperature property losses in high performance structural epoxy resin matrix after exposure to high humidity environments, Polymer Engineering and Science, Vol. 18 N°01, pp. 16-24, 1978.
- [16] E. L. Mckgue, J. D. Reynolds, J. E. Halkias, Swelling and glass transition relations for epoxy matrix in humid environments, Journal of Applied Polymers Science, Vol. 2, Issue 6, pp. 1643-1654, 2003.

- [17] M. Varma, Die makromol, chimie, pp. 130-261, 1969.
- [18] P. Bonniau, A. R. Bunsell, A comparative study of water absorption theories applied to glass epoxy composite, Journal of Composite Materials, Vol. 15 N°3, pp.272-293, 1981.
- [19] S. Gazit, Dimensional changes in glass filled epoxy a result of absorption of atmospheric moisture, Journal of Applied Polymer Sciences, Vol. 22, pp. 3547-3558, 1978.
- [20] J. C. Dubois, Propriétés diélectriques des plastiques, technique de l'ingénieur, AM 3140, 1991.
- [21] E. Favrie, H. Auclair, Effect of water on electrical properties of extruded synthetically insulations, application on cables, IEEE Transactions on Power Apparatus and Systems, Vol. PAS-99, No. 3, pp. 1225-1234, 1980.
- [22] R. Fournié, Les isolants en électrotechnique, essais, mécanismes de dégradation, applications industrielles, Edition Eyrolles, 1990.
- [23] E.F. Steennis, F.H. Kreuger, Water treeing in polyethylene cables, IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. 25, No. 5, pp. 989- 1028, 1990
- [24] R. Patsch, Electrical and water treeing, IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. 27, No. 3, pp. 532 – 542, 1990.
- [25] T. Yoshimitsu, M. Mitsui, S. Kenjo, T. Nakakita, Some considerations on AC water trees in crosslinked polyethylene, IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. EI-18 No. 1, pp. 23 – 27, 1983.
- [26] S. Bamji, A. Bulinski, J. Densley, A. Garton, N. Shimizu, Arborescences électrochimiques dans les isolations synthétiques, Conférence Internationale des Grands Réseaux Electriques de Haute Tension (CIGRE), Papier 15-07, 1984.
- [27] S. Yasufuku, M. Todoki, Dielectric and thermoanalytic behavior of moisture and water in aromatic polyamide paper, IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. 28 No. 3, pp. 309 – 314, 1993.
- [28] S.V. Nikolajevic, D.Dj. Kostoski, Accelerated aging of cross-linked polyethylene (XLPE and TR XLPE) cable insulations in wet conditions, IEEE Conference of Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, pp. 694-697, 1998.
- [29] Z. Nawawi, Y. Muramoto, N. Hozumi, M. Nagao, Effect of humidity on partial discharge characteristics, 7 th International Conference on Properties and Applications of Dielectric Materials, 1-5 June, pp. 307 – 310, 2003.

- [30] G.C. Montanari, F. Palmieri, The effect of humidity on space charge accumulation in XLPE, 2003 Annual Report Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, pp. 205 – 208, 2003.
- [31] C. Ishiyama, Y. Higo, Effects of humidity on Young's Modulus in poly(methyl methacrylate), Journal of Polymer Science, Part B, Polymer Physics, Vol. 40, pp. 460 – 465, 2002.
- [32] I. Bazovski, Fiabilité, théorie et pratique de la sûreté de fonctionnement, édition Dunod, 1966.
- [33] L.A. Dissado, J.C. Fothergill, Electrical degradation and breakdown in polymers, G.C. Stevens, 1992.
- [34] W. Weibull, A statistical distribution function of wide applicability, Journal of Applied Mechanics, Vol. 18, pp. 293-297, 1951.
- [35] A. Polard, C. Rivoire, Fiabilité et statistiques prévisionnelles: la méthode de Weibull, édition Eyrolles, 1971.
- [36] W.D. Wilkens, Statistical methods for the evaluation of electrical insulating systems, Chapitre 7, Engineering Dielectrics, Vol.II-B, Electrical properties of solid insulating materials: Measurement techniques, Editor R. Bartnikas, pp. 491-529, 1987.
- [37] Commission Electrotechnique Internationale, Comité d'étude N°63, Systèmes d'isolation: Evaluation de l'endurance électrique des systèmes d'isolation électrique, procédure d'évaluation basée sur des distributions de valeurs extrêmes, Septembre 1989.
- [38] C. Chauvet, Mise au point d'une méthodologie pour les essais de rupture à court terme en vue de la caractérisation des isolants synthétiques, Thèse de Doctorat, Université Paul Sabatier, Toulouse, 1992.
- [39] J.M. Oudin, Y. Reyrolle, H. Thevenon, Théorie statistique du claquage électrique, RGE, N°4, pp. 430-436, 1968.
- [40] M. Nedjar, A. Beroual, Electrical aging of polyurethane under AC voltage, Journal of Applied Polymer Science, Vol. 109, pp. 789-794, 2008.
- [41] M. Nedjar, A. Beroual, Weibull statistics in electrical aging of polyesterimide under AC voltage, Journal of Applied Polymer Science, Vol. 116, pp. 1593-1596, 2010.

- [42] M. Nedjar, Evaluation de la tenue diélectrique à court terme et à long termes des polymères utilisés dans les dispositifs haute tension, Thèse de Doctorat ès sciences physiques, Université Mouloud Mammeri de Tizi - Ouzou, 2003.
- [43] L. A. Dissado, Theoretical basis for the statistics of dielectric breakdown, J. Phys. D: Phys., Vol. 23, pp. 1582-1591, 1990.
- [44] J.M. Oudin, Evaluation de la fiabilité des réseaux de câbles isolés à partir d'essais statistiques de claquage sur échantillons. Limites de l'extrapolation et anomalies statistiques possibles, RGE, tome 80, N° 4, pp. 330-334, 1971.
- [45] C. Simon, Recherche de la fiabilité des câbles exposés à des contraintes du gradient électrique, RGE, tome 80, N° 11, pp. 831-836, 1971.
- [46] M. Nedjar, A. Béréal, Aging under AC voltage of polyurethane by using Weibull statistic, Proceedings of the 2007 IEEE International Conference on Solid Dielectrics, UK, pp. 654-657, 8-13 July, 2007.
- [47] K. Kadotani, T. Hakamada, S. Yamatake, A proposal for insulation diagnosis of 3 kV motor stator windings, IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. EI-18, No. 1, pp. 59-64, 1983.
- [48] T. Tsukui, G. Takahashi, T. Isogai, Voltage endurance of mica insulation systems for rotating machines, Trans. Inst. Eng. Japan, Vol. 96-A, No. 10, pp. 463-470, 1976.
- [49] C. Chauvet, C. Laurent, Weibull statistics in short-term dielectric breakdown of thin polyethylene films, IEEE Trans. on Elect. Insul., Vol. 28, N°1, pp. 18 -29, 1993.
- [50] M. Nedjar, Y. Sadaoui, S. Rezgui, F. Namani, Statistique de Weibull dans l'étude de la tenue diélectrique du polyester-imide sous champ alternatif, Algerian Journal of Technology, Série B- Numéro Spécial, pp. 64-67, 2009.
- [51] C. Simon, Champs de seuil et fiabilité des câbles haute tension", Journées d'Etudes Internationales sur les Câbles d'Energie à Isolant Synthétique, pp. 226-232, 1987.
- [52] R. Lacoste, E. Loudghiri, J. Meric, Sur la notion de gradient de seuil dans le phénomène de rupture diélectrique des isolants solides soumis à des rampes de tension, RGE, 10/85, pp. 769-775, 1985.
- [53] C. Laurent, C. Mayoux, Comportement à long terme des isolants solides: vers la prévision des seuils de dégradation, RGE, N° 8, pp. 30-36, 1990.

- [54] A. Darhouani, Caractérisation de la tenue diélectrique des polyéthylènes sous champ alternatif à 50 Hz, Thèse de doctorat 3<sup>ème</sup> cycle, Université Paul Sabatier, Toulouse, 1985.
- [55] Norme NFC EN 60851-2, Fils de bobinage, méthodes d'essai. Partie 2 : Détermination des dimensions, février 1998.
- [56] Norme NFC EN 60317-0-1, Spécifications pour types particuliers de fils de bobinage. Partie 0 : Prescriptions générales, section, fil de section circulaire en cuivre émaillé, juin 2000.
- [57] Norme NFC EN 60851-3, Fils de bobinage, méthodes d'essai. Partie 3 : Propriétés mécaniques, février 1998.
- [58] Norme NFC EN 60851-5, Fils de bobinage, méthodes d'essai. Partie 5 : Propriétés électriques, février 1998.
- [59] P. Koechlin, Emaux isolants (fils émaillés), Techniques de l'ingénieur, D 2630, 1983.
- [60] M. Leca, O. Segarceanu, S. Serban, Solubility, curing and heat resistance of some ester-imide oligimers as a function of the nature and content of some comonomers, *Thermochimica Acta*, Vol. 299, pp. 153-160, 1997.
- [61] CEI 172, Méthode d'essai pour la détermination de l'indice de température des fils de bobinage émaillés, 1981.
- [62] James E. Mark, *Polymer Data Handbook*, Oxford University Press, Inc., 1999.
- [63] *Plastic: A desk-Top Data Bank, Book B*, 5<sup>th</sup> edition, The international Plastic Selector, Cordura Publications, San Diego, 1980.
- [64] G. V. Cekis, *Modern plastics*, Mid-October Encyclopedia issue, 1990.
- [65] IEEE Guide for the statistical of electrical insulation voltage endurance data, ANSI/IEEE Std. 930, 1987.
- [66] F. Bournane, M. Bournane, M. Nedjar, A. Bérroual, Apport de la loi de Weibull à la compréhension de la rupture diélectrique des isolants solides, *Algerian Journal of Technology, Série B, Numéro Spécial, Proceedings de la 4<sup>ème</sup> Conférence Nationale sur la Haute Tension*, 16-17 Janvier 2002, pp.103-106.
- [67] J.F. Lawless, Confidence Interval estimation for the Weibull and extreme-value distribution, *Technometrics*, Vol. 20, N° 4, November 1978, pp. 355-363.
- [68] J.F. Lawless, Construction of tolerance bounds for the extreme-value and Weibull distributions", *Technometrics*, Vol. 17, N° 2, May 1975, pp. 255-261.

- [69] G.C. Stone, J.F. Lawless, The application of Weibull statistics to insulation ageing tests, IEEE Trans. on Elect. Insul., Vol. EI-14, N°5, October 1979, pp. 233-239.
- [70] J. Jacquelin, Generalization of the method of maximum likelihood, IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. 28 No.1, pp. 65-72, 1993.

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE  
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE  
UNIVERSITE MOULOUD MAMMARI DE TIZI OUZOU



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

## **RESUME DU MEMOIRE**

Présenté par

**KERKARINE Fatima**

En vue de l'obtention du grade de

**MAGISTER**

Spécialité : **Electrotechnique**

Option : **Entraînements Electriques**

**Thème**

**Effet de l'humidité sur la tenue diélectrique du polyamide imide**

Nedjar Mohammed, Professeur, Rapporteur

Soutenu le : 11 / 07 / 2010

## 1. INTRODUCTION

Actuellement les polymères tels que le polyamide imide, le polyester-imide et le polyuréthane sont très utilisés comme isolants dans les machines électriques. Leur choix est dicté par différents facteurs : l'environnement de travail, la tension appliquée, la vitesse de rotation de machines et la température de fonctionnement.

En service, l'isolation est soumise à plusieurs contraintes : température, champ électrique, radiations, humidité, ...etc. Sous l'action séparée ou combinée de ces contraintes, le matériau se dégrade en fonction du temps d'application de ces contraintes ou de vieillissement. Il est généralement admis que la dégradation des isolations solides est un phénomène irréversible traduisant une perte des propriétés électriques et mécaniques ainsi qu'à une réduction de la durée de vie du polymère. Ce processus est généralement accompagné d'un changement de structure et une variation de la masse du matériau.

L'évaluation de la durée de vie d'un isolant est indispensable afin de pouvoir l'utiliser dans les dispositifs électriques tels que les condensateurs, machines électriques, câbles de transport d'énergie, ... La connaissance des mécanismes de dégradation permet d'améliorer les performances des propriétés du matériau par exemple en agissant sur la formulation du mélange en général : quantité de résine, type ou qualité des additifs par exemple.

L'expérience a montré que les fils émaillés se dégradent, à long terme, sous l'action de l'humidité d'où la nécessité d'avoir recours à des mélanges avec des adjuvants permettant de limiter cette dégradation et d'augmenter la fiabilité de machines électriques.

Le but de ce travail est d'étudier l'influence de l'humidité sur la tenue diélectrique du polyamide-imide utilisé dans l'isolation de machines électriques tels que les transformateurs, moteurs et alternateurs. Les expériences ont été réalisées au laboratoire de physique de l'entreprise Electro-Industries sise à Azazga.

Le mémoire est divisé en deux parties: une première partie concernant une recherche bibliographique composée des chapitres 1 et 2 et une deuxième expérimentale comprenant les chapitres 3 et 4.

Le premier chapitre est consacré à une synthèse sur l'action de l'humidité sur les isolants solides. Sont exposés la diffusion des solvants dans les isolants solides, le vieillissement des polymères sous l'influence de l'eau qui peut être hydrolytique ou bien physique avec perte de masse.

Dans le deuxième chapitre est exposé le modèle statistique de Weibull et son application à l'étude de la rupture diélectrique des isolants solides. Les avantages du modèle par rapport aux autres modèles statistiques sont présentés.

Le chapitre 3 décrit les différentes techniques expérimentales concernant la confection et le conditionnement des échantillons, la cellule de vieillissement hydrolytique, le générateur de haute tension. Les méthodes de vieillissement hydrolytique et de claquage ont été présentées. Avant les essais de vieillissement, les échantillons ont subies un contrôle de qualité conformément aux recommandations des normes en vigueur.

Dans le chapitre 4 sont rassemblés les résultats concernant les résultats de l'analyse statistique de la tension de claquage où sont présentés les diagrammes de Weibull à deux paramètres. Concernant le lissage des points expérimentaux, notre choix s'est porté sur la méthode du maximum de vraisemblance. La variation de la tension nominale de claquage du polyamide imide en fonction du temps de vieillissement hydrolytique a été exposée. L'évolution du paramètre de forme représentant la pente de la meilleure droite de Weibull en fonction du temps d'exposition à l'humidité a été présentée. Une interprétation et une discussion des résultats obtenus ont été données.

## **2. EMAUX ISOLANTS**

Actuellement plusieurs émaux isolants sont de plus en plus utilisés dans l'émaillage des fils de bobinage de machines électriques. Les qualités d'un émail sont déterminées en tenant compte des conditions de son emploi. Les éléments à faire intervenir pour le choix d'un émail sont: les dimensions des conducteurs, les conditions de mise en oeuvre, le mode de bobinage (long ou rapide), le traitement d'imprégnation, les températures maximales d'utilisation et le milieu ambiant. Les qualités adhésives de ces émaux sur différents matériaux ont été mises en évidence. Les fabricants d'émaux sont portés sur l'élévation et la stabilisation des qualités de ces produits, dans des conditions de plus en plus sévères de leur emploi.

L'imprégnation des fils émaillés au moyen de vernis appropriés est généralement indispensable après bobinage. Le choix du vernis d'imprégnation et son association correcte au vernis d'émaillage doivent faire intervenir ou bien le comportement du vernis d'imprégnation, ou bien l'ensemble des deux vernis superposés. Ainsi, il faut tenir compte des conditions d'application du vernis d'imprégnation, de sa résistance au vieillissement, de ses qualités diélectriques, de sa tenue aux huiles, aux agents chimiques, aussi de son

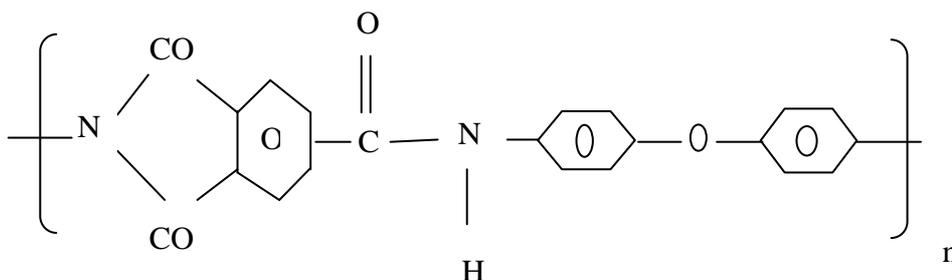
action prolongée sur le fil émaillé. Le vernis d'imprégnation ne doit pas attaquer l'émail ni être l'objet d'incompatibilités diverses.

Des travaux sur le fil émaillé au formvar ont montré que le vernis apporte une protection efficace à l'émail contre la dégradation thermique du matériau et qu'il ne se produit pas d'incompatibilité sensible. De plus, au point de vue de tenue diélectrique, les tensions de claquage sont plus élevées dans le cas du fil émaillé avec vernis en raison de la surépaisseur apportée par ce dernier. Le vernis est à diluer avec un solvant approprié pour obtenir l'épaisseur de revêtement désirée. De nombreuses tentatives sont faites actuellement pour mettre au point et normaliser des méthodes plus rapides. Cependant, le choix du vernis d'imprégnation restant souvent difficile, il sera de préférence effectué en relation directe avec les sociétés productrices des produits à associer. Les fils émaillés présentent une bonne résistance à l'action de la température et de l'humidité et une bonne résistance chimique aux solvants des vernis d'imprégnation. Les émaux isolants sont caractérisés par leur classe (F, H, C, ...etc) et leur grade (1,2,3) qui dépend de la surépaisseur du diélectrique.

### 3. EMAUX DE POLYAMIDE IMIDE

#### 3.1. Famille chimique du polyamide imide

La formule chimique du polyamide imide est la suivante:



#### 3.2. Propriétés du polyamide imide

Le polyamide imide est utilisé dans l'industrie de l'automobile comme isolant thermique par exemple et dans le bobinage de machines électriques. Il est l'un des émaux les plus utilisés à cause de sa bonne résistance thermique. Ces propriétés physiques sont :

- densité : 1,380 g/cm<sup>3</sup>
- Conductivité thermique : 0,24 W.m<sup>-1</sup>.K<sup>-1</sup>
- Résistance à la traction à 23°C : 117,2 MPa

- Allongement à la rupture à 23°C : 10-18%
- Module d'Young 23°C : 5,200 MPa
- Résistivité transversale :  $3,0 \cdot 10^{13} \Omega \cdot m$
- Résistivité superficielle :  $> 1,0 \cdot 10^{17} \Omega$
- Rigidité diélectrique : 17,3 kV/mm
- Constante diélectrique à 106 Hz: 4,0
- Facteur de dissipation à 106 Hz:  $9 \cdot 10^{-3}$

#### 4. VIEILLISSEMENT PHYSIQUE DES POLYMERES

Tout processus conduisant à une altération des propriétés d'utilisation du matériau sans qu'il ait de modification chimique de ce dernier, est appelé vieillissement physique. On dit que le vieillissement est physique si les propriétés chimiques du polymère ne sont pas affectées :

- Soit à l'échelle moléculaire ;
- Soit à l'échelle macromoléculaire : sans modification de la distribution des masses moléculaires, ni de la densité de réticulation.

Le vieillissement physique peut se produire avec transfert de masse résultant du phénomène de transport (pénétration de solvant, migration d'adjuvants), ou bien sans transfert de masse caractérisé par une modification de la configuration spatiale des macromolécules (relaxation d'enthalpie, de volume, de contraintes, ...), ou bien par les phénomènes de surfaces (fissurations en milieu tensioactif).

##### 4.1 Vieillissement physique avec transfert de masse

Les phénomènes de transfert de masse font essentiellement appel aux notions de solubilité, de diffusion et de plastification. Ils peuvent être schématisés comme indiqué sur la figure 1.

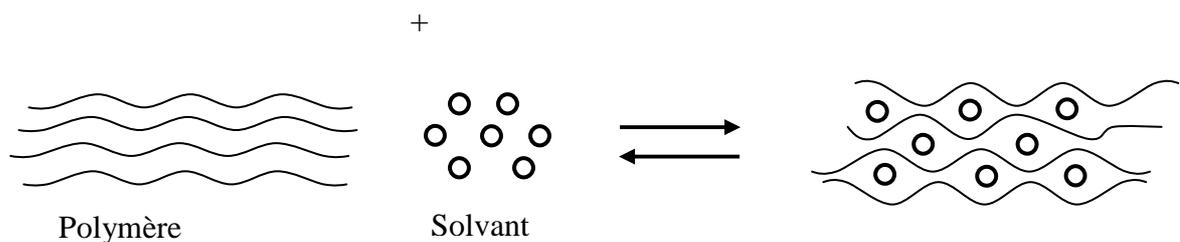


Figure 1 : schématisation des phénomènes de transfert de masse.

Le nombre de petites molécules susceptibles de s'installer dans le réseau macromoléculaire, dépend du nombre de sites accessibles portés par la macromolécule (figure 2), capables d'établir des interactions avec elles et donc de les retenir. Ces interactions sont essentiellement déterminées par la polarité électrique du groupe en présence. C'est pourquoi la majorité des polymères peu polaires tel que le PE, PTFE, ont peu ou pas d'affinité avec la majorité des solvants.

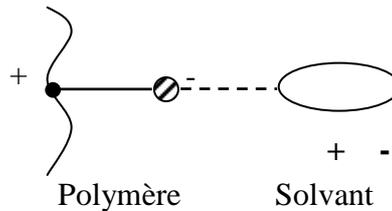


Figure 2 : interaction polymère solvant.

Si les polymères comportent des structures polaires, celles-ci peuvent s'associer entre elles et ce phénomène contribue fortement à la cohésion mécanique du matériau. Dans ce cas, pour que le solvant prenne place dans le réseau macromoléculaire, il faut qu'il rompe les interactions polymère - polymère afin d'établir des interactions plus fortes polymères solvant. Mais il existe des polymères polaires tel qu'un polyamide qui ne présente pas d'affinité pour la majorité des solvants, car les interactions polymère-polymère sont plus fortes que la majorité des liaisons solvant qu'il pourrait établir.

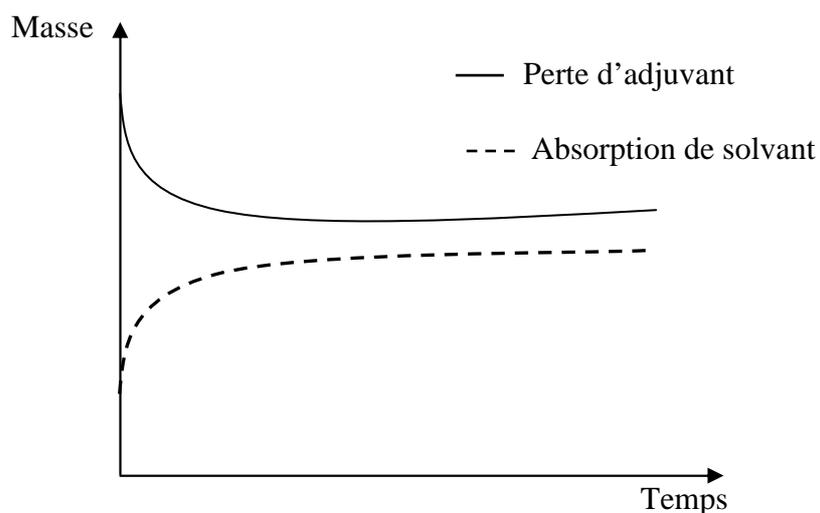


Figure 3 : Allure de la variation de masse dans le cas des deux transferts.

Si la pénétration du solvant dans le polymère entraîne la rupture des liaisons secondaires entre macromolécules, la cohésion mécanique que celles-ci assuraient, tend à disparaître, le matériau devient alors déformable d'où le principe de la plastification, cette dernière est délibérément recherchée pour transformer un matériau rigide en un matériau souple.

Les phénomènes de perte de masse peuvent être appréhendés quantitativement par des mesures gravimétriques (figure 3). L'intérêt de ces méthodes réside dans leur simplicité et leur précision élevée (précision relative :  $10^{-4}$ ). Leur principal inconvénient est lié à la présence d'éventuels transferts de masse parasites (dégazage du polymère, perte d'adjuvant compensée par la pénétration de solvants, etc....).

#### 4.2. Pénétration de solvant

La pénétration des solvants au sein d'un matériau est gouvernée par les lois de la diffusion qui peuvent prendre des expressions diverses (Fick, Langmuir,...) et parfois complexe si le diffusant modifie la perméabilité de la matrice au fur et à mesure de sa pénétration (plastification, réactions chimiques). Les principaux types de comportements observables sont résumés sur les courbes de la figure 4.

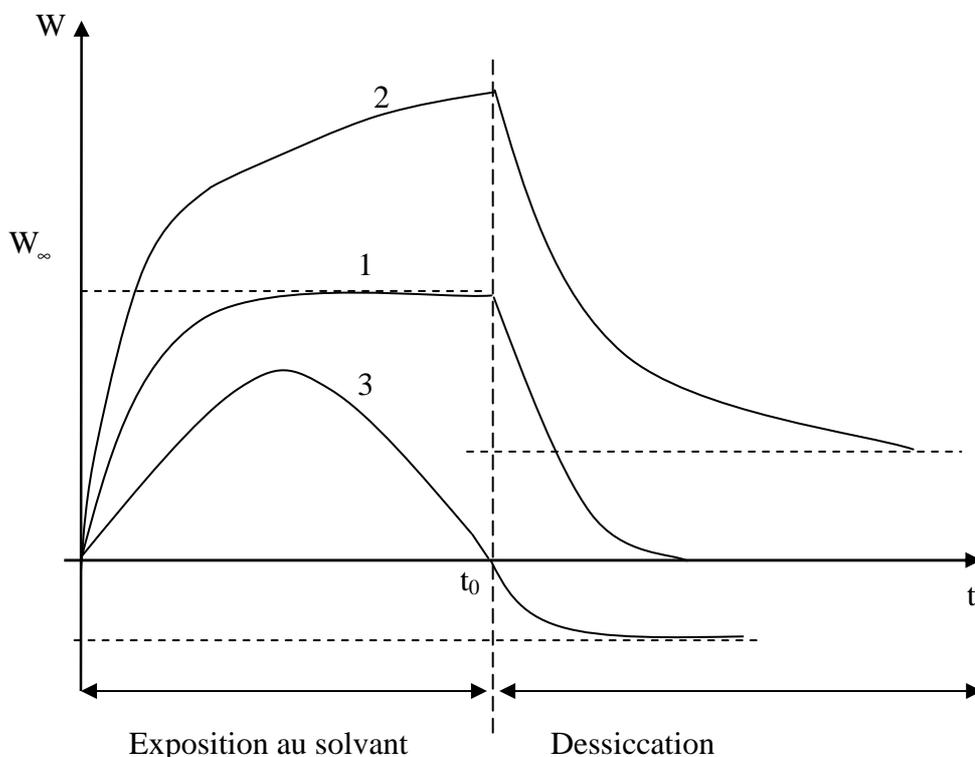


Figure 4 : Courbe d'absorption ( $t < t_0$ ) et de désorption ( $t > t_0$ ).

D'après la figure 4, on distingue les cas suivants :

- la courbe 1 représente l'interaction physique pure, elle est réversible après dessiccation du moins du point de vue gravimétrique et en considérant un polymère initialement insoluble dans le milieu considéré.
- La courbe 2 correspond à la réaction chimique conduisant à une augmentation de la masse sèche, c'est l'exemple de la réaction d'addition ou la réaction d'hydrolyse.
- La courbe 3 est la réaction chimique conduisant à une diminution de la masse sèche du polymère, après une certaine durée de vieillissement. On peut attribuer ce cas de figure à des dégradations physiques ou chimiques, à une hydrolyse du matériau. Des groupements chimiques peuvent être arrachés des chaînes polymère et être évacués dans le solvant, ce qui explique une perte de matière, et la baisse de la masse globale.

## **5. TECHNIQUES EXPERIMENTALES**

Dans ce qui suit, nous présentons les dispositifs expérimentaux utilisés lors des essais réalisés concernant l'effet de l'humidité sur la tenue diélectrique du polyamide imide utilisé comme isolant dans les machines électriques. Les essais ont été effectués au Laboratoire de physique de l'entreprise Electro-Industries sise à Azazga. Le fil de cuivre émaillé utilisé pour les expériences a été découpé à partir d'une bobine (figure 5) fournie par l'Entreprise Nationale TREFICUIVRE. Ce fil, de diamètre 0,63 mm, a été recouvert d'une couche de polyamide imide de grad 2 et d'épaisseur d'environ 33  $\mu\text{m}$ . L'isolation est de classe C (220°C). Avant les essais de vieillissement hydrolytique, le fil émaillé a été soumis à des essais de contrôle.

### **5.1. Essais de contrôle**

Les essais de contrôle effectués sont :

- Détermination des dimensions
- Adhérence et souplesse de la couche d'email
- Effet de ressort
- Essai de choc thermique
- Mesure de la résistance électrique du fil du cuivre
- Essai de traction



Figure 5. Bobine de fil de cuivre émaillé au polyamide imide.

## 5.2. Préparation des échantillons pour les essais de vieillissement



Figure 6. Tour à bobiner servant à réaliser des éprouvettes.

Diamètre nominal du conducteur (mm)		Charge (N)	Nombre de tours de la torsade
Supérieur à	Jusqu'à et y compris	7,00	12
0,500	0,710		

Tableau 1. Charge et nombre de tours appliqués à la torsade.

A partir d'une longueur de fil émaillé de 400 mm environ, une torsade de  $125 \pm 5$  mm a été réalisée en utilisant le tour à bobiner montré à la figure 6. La charge et le nombre de tours appliqués à la torsade sont donnés dans le tableau 1. Ensuite les deux extrémités ont été dénudées et la boucle située à l'extrémité de la partie torsadée a été coupée en deux points afin d'éviter le court-circuit lors des essais de rupture diélectrique. De même, les deux extrémités de la torsade ont été écartées. La figure 7 montre une éprouvette réalisée sous forme de torsade.

### 5.3. Cellule de vieillissement hydrolytique

#### 5.3.1. Conditions atmosphériques dans la cellule de vieillissement hydrolytique

Plusieurs éprouvettes, de forme de torsade comme décrites auparavant, ont été accrochées à la partie supérieure d'une enceinte comportant une cuvette remplie avec une solution de glycérine. La figure 8 montre la cellule de vieillissement hydrolytique avec des échantillons. La cellule est équipée d'un système de chauffage et d'un régulateur de température. Cette dernière peut atteindre  $70^{\circ}\text{C}$ . Dans notre cas, la température de l'enceinte a été fixée à  $55^{\circ}\text{C}$ .

#### 5.3.2. Méthode d'obtention du taux d'humidité

Dans la première étape, la glycérine a été mélangée avec de l'eau distillée dont la conductivité varie de  $0,5$  à  $3 \mu\text{s/cm}$  ou  $\text{ms/cm}$  suivant la qualité. Afin d'obtenir un taux d'humidité relative souhaité qui est de 93%. Dans la deuxième étape, l'indice de réfraction de cette solution a été mesuré à l'aide du réfractomètre présenté à la figure 9. Cette valeur a permis de vérifier la valeur du taux d'humidité.



Figure 7. Eprouvette réalisée.

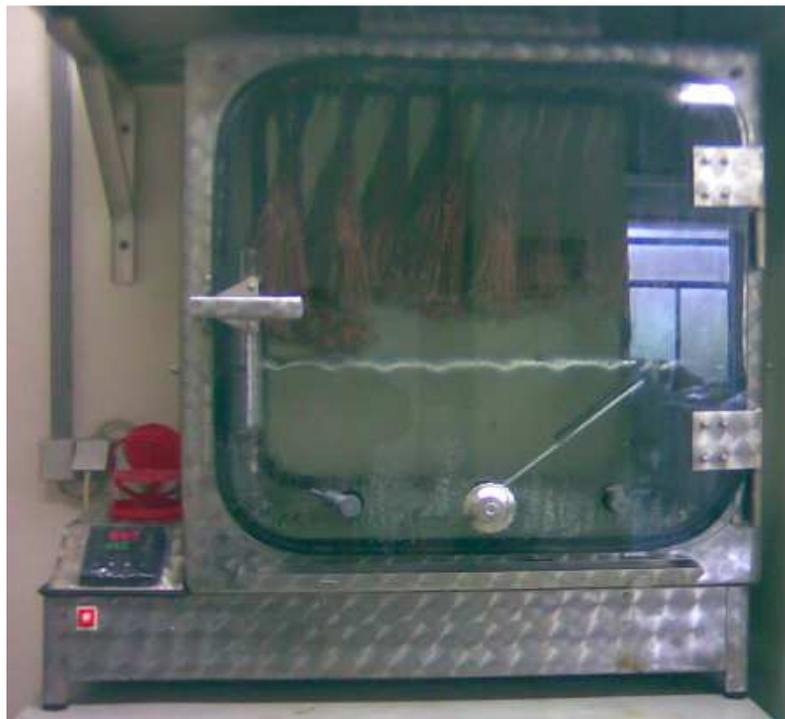


Figure 8. Cellule de vieillissement hydrolytique.



Figure 9. Réfractomètre de type AR4 utilisé pour la mesure de l'indice de réfraction.

#### 5.4. Déroulement des essais

##### 5.4.1. Conditionnement des échantillons



Figure 10. Ensemble dessiccateur et échantillons en cours de conditionnement.

Après des temps de vieillissement de trois semaines (504 h), une population de 80 échantillons a été prélevée. Avant les essais de claquage, les éprouvettes ont été

conditionnées dans un dessiccateur contenant du gel de silicone régénéré à neuf, pendant au moins 24 h afin d'éliminer toute présence d'humidité. La figure 10 montre le dessiccateur avec des éprouvettes en cours de conditionnement. Il en est de même pour les échantillons non vieillis qui ont été conditionnés de la même manière que ceux vieillis.

#### **5.4.2. Essais de claquage**

Les expériences ont été réalisées à l'air libre à l'aide d'un générateur de haute tension à courant alternatif et de fréquence 50 Hz. Les essais consistent à soumettre l'échantillon (les deux parties en cuivre dénudées) considéré à une rampe de tension de vitesse constante de 0,5 kV/s jusqu' au claquage. Après rupture, la tension correspondante a été relevée. La figure 11 montre le générateur de haute tension.



Figure 11. Générateur de haute tension utilisé pour les essais de claquage.

## **6. TRAITEMENT STATISTIQUE DES DONNEES**

Pour l'analyse statistique des valeurs de tension de claquage, nous avons utilisé le modèle de Weibull. Le calcul des coordonnées des points expérimentaux dans une représentation de Weibull conduit aux expressions suivantes:

$$X_i = \log V_i \quad (1)$$

$$Y_i = \log \text{Ln} (1/(1-P_i)) \quad (2)$$

avec:

$V_i$ : tension de claquage,

$P_i$ : probabilité de rupture.

### **6.1. Calcul des probabilités de rupture**

La probabilité de claquage a été calculée en utilisant la relation suivante:

$$P(i) = \frac{i}{N+1} 100\% \quad (3)$$

avec:

N: nombre total d'échantillons testés, dans notre cas  $N = 80$

i: rang de la valeur de la tension de claquage après un classement par ordre croissant.

### **6.2. Lissage des points expérimentaux**

Le tracé des diagrammes de Weibull consiste à tracer  $\log \text{Ln}(1/(1-P))$  en fonction de  $\log V$ . Ensuite à effectuer un lissage linéaire des points expérimentaux en utilisant la méthode du maximum de vraisemblance. Il faut chercher la meilleure droite de Weibull c'est-à-dire celle qui ajuste au mieux le diagramme dans sa représentation à deux paramètres.

### **6.3. Détermination des facteurs d'échelle et de forme**

La valeur nominale de la tension de claquage ou facteur d'échelle correspondant à une probabilité de 63,2% a été déterminée pour chaque temps de vieillissement. Il en est de même pour le facteur de forme qui représente la pente de la meilleure droite de Weibull dans sa représentation à deux paramètres.

## **7. RESULTATS ET DISCUSSION**

### **7.1. Diagramme de Weibull à deux paramètres**

Dans les figures 12 - 18 sont exposés les diagrammes de Weibull à 2 paramètres. L'équation de la meilleure droite de Weibull a été donnée. Nous constatons que la dispersion des points expérimentaux varie d'une distribution à une autre.

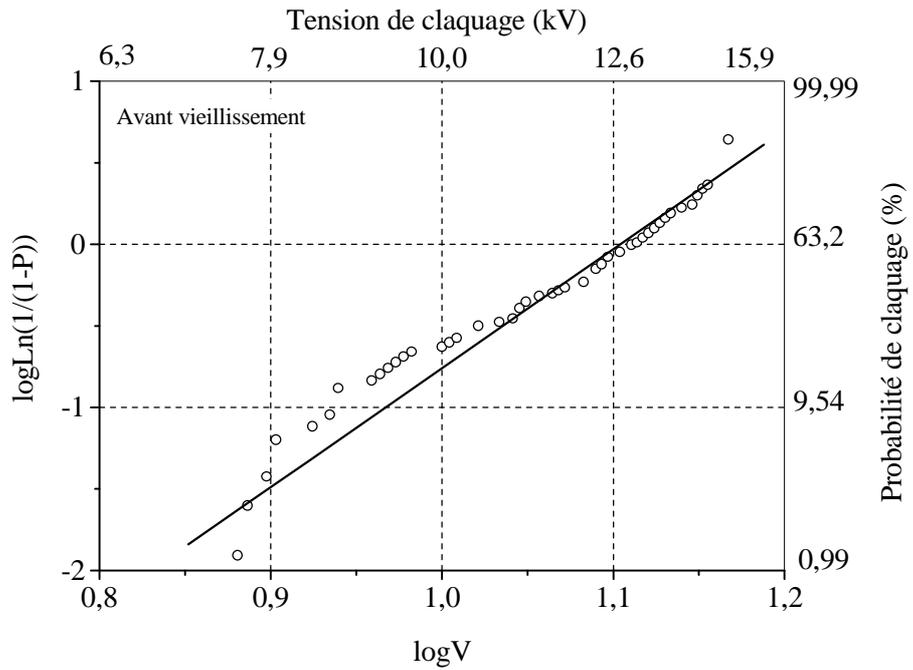


Figure 12. Diagramme de Weibull de la tension de claquage avant vieillissement  
 $Y = 7,294 X - 8,054$ .

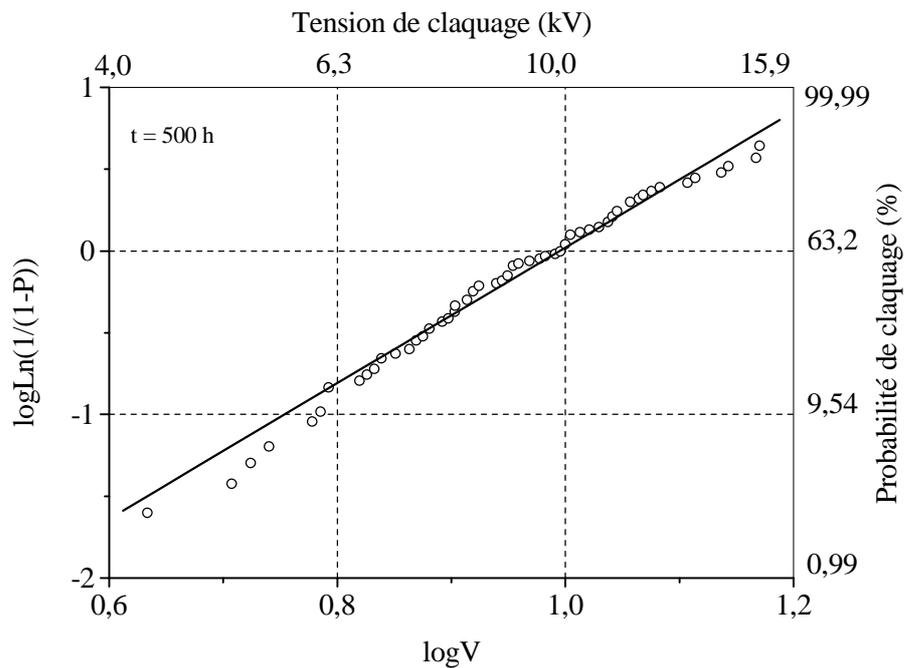


Figure 13. Diagramme de Weibull de la tension de claquage pour un temps de vieillissement de 500 h  
 $Y = 4,146 X - 4,125$ .

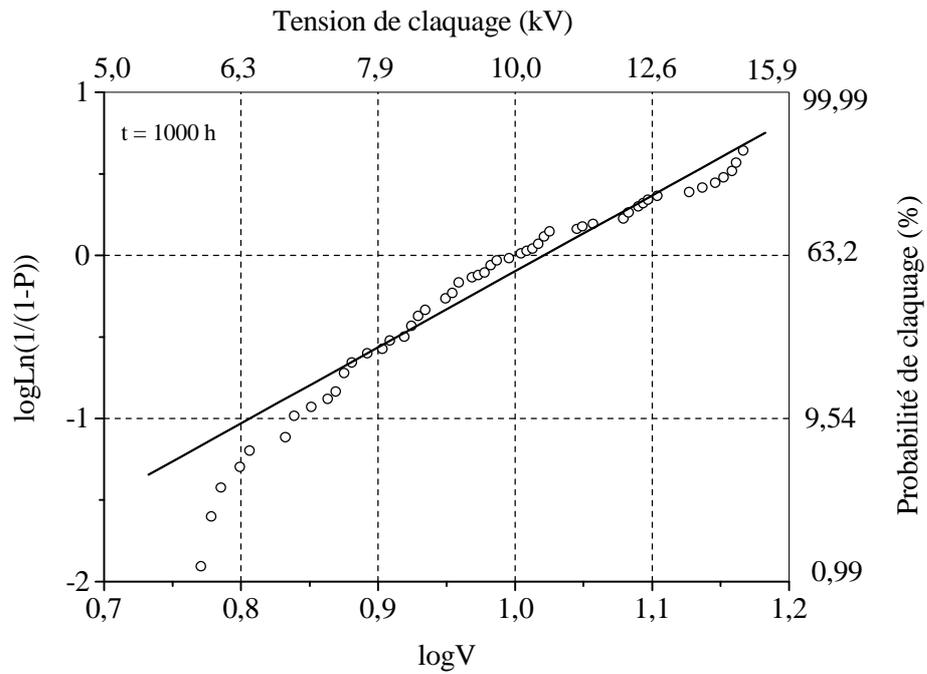


Figure 14. Diagramme de Weibull de la tension de claquage pour un temps de vieillissement de 1000 h.

$$Y = 4,657 X - 4,755$$

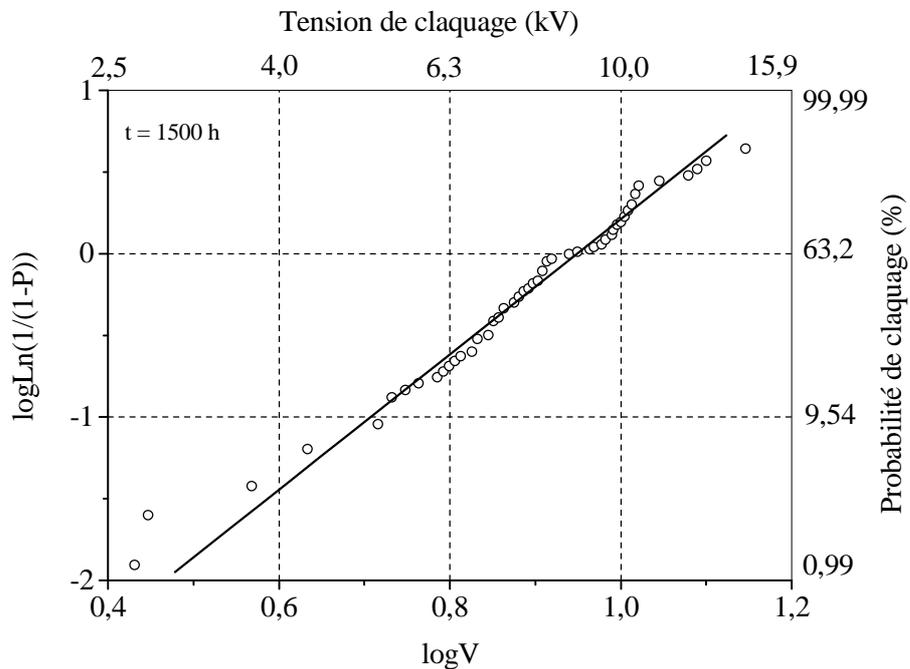


Figure 15. Diagramme de Weibull de la tension de claquage pour un temps de vieillissement de 1500 h

$$Y = 4,140 X - 3,928.$$

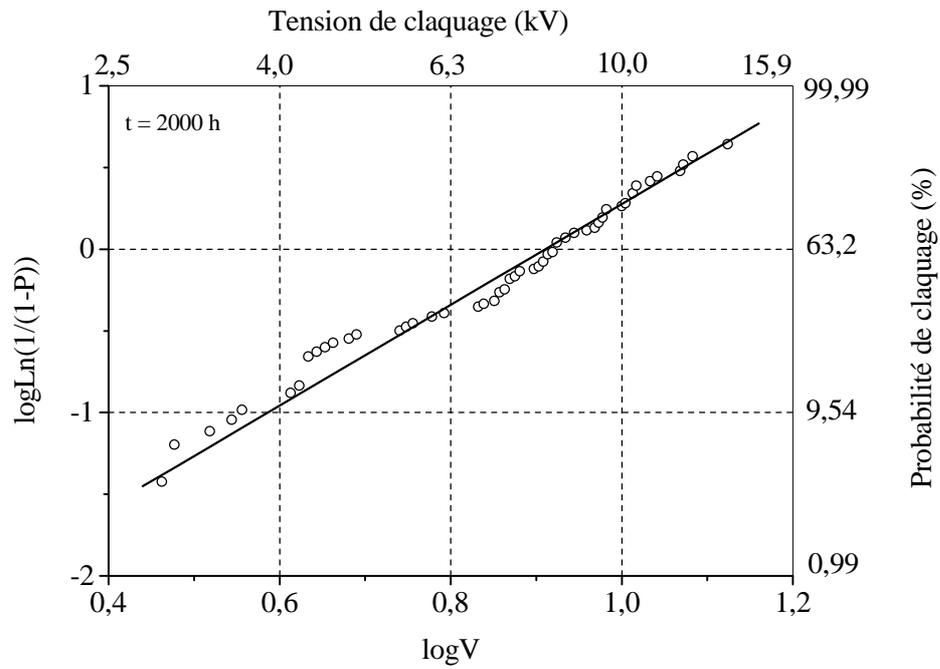


Figure 16. Diagramme de Weibull de la tension de claquage pour un temps de vieillissement de 2000 h.

$$Y = 3,085 X - 2,809$$

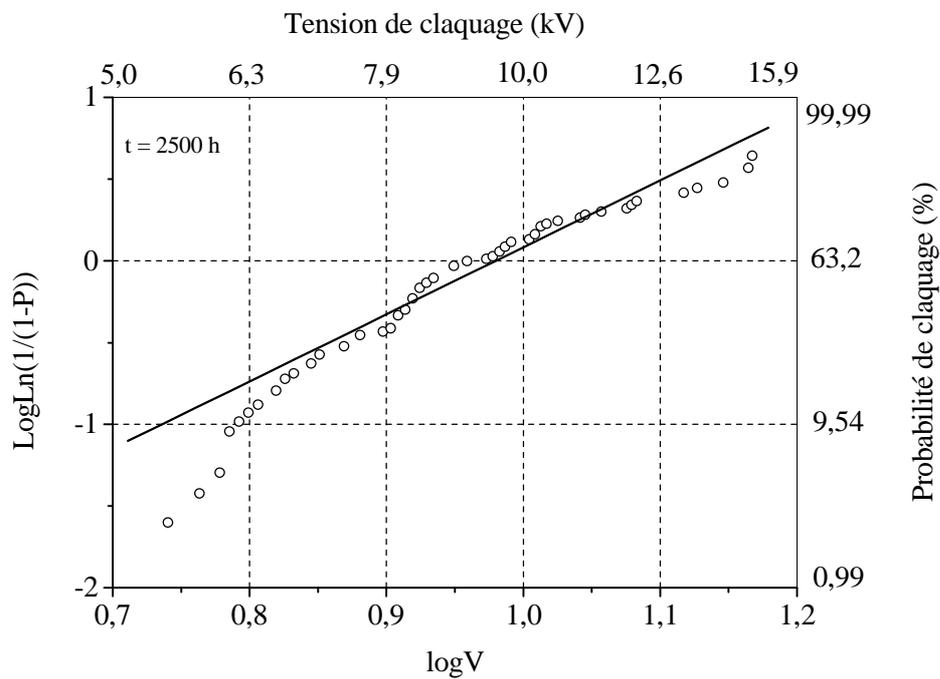


Figure 17. Diagramme de Weibull de la tension de claquage pour un temps de vieillissement de 2500 h.

$$Y = 4,096 X - 4,014$$

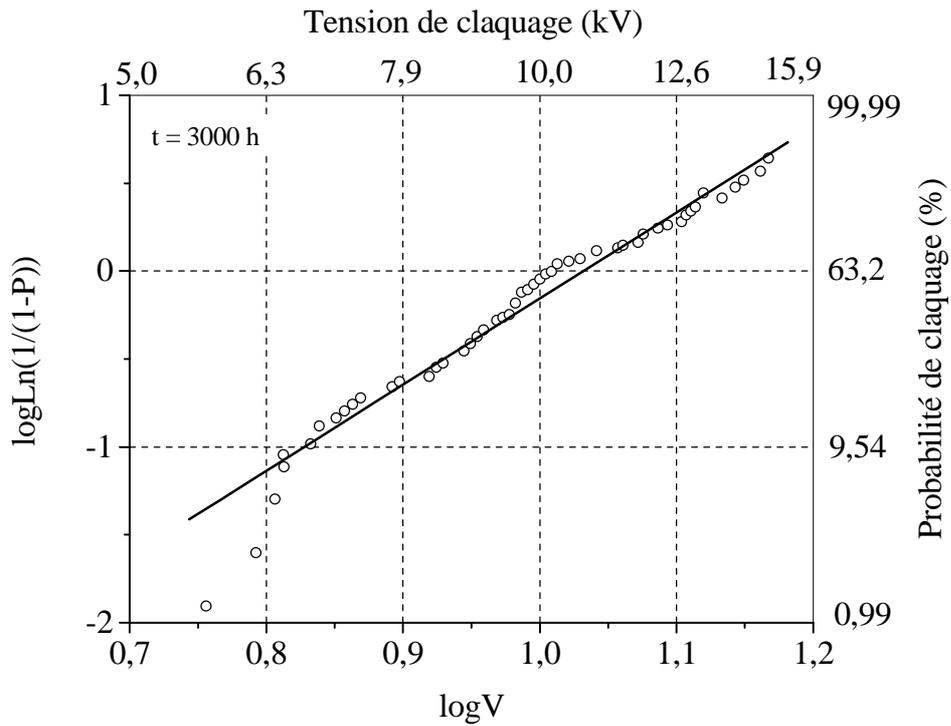


Figure 18. Diagramme de Weibull de la tension de claquage pour un temps de vieillissement de 3000 h

$$Y = 4,897 X - 5,053.$$

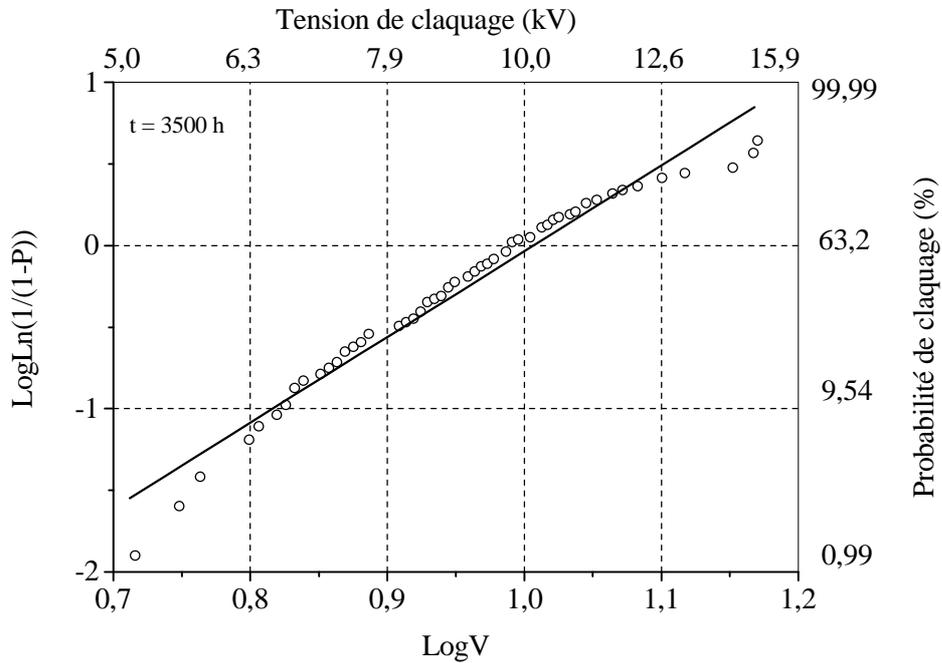


Figure 19. Diagramme de Weibull de la tension de claquage pour un temps de vieillissement de 3500 h

$$Y = 4,613 X - 4,649.$$

## 7.2. Variation de la tension nominale de claquage en fonction du temps de vieillissement

A la figure 20 (courbe 1) est exposée la variation de la tension nominale de claquage ( $V_c$ ) en fonction du temps de vieillissement ( $t$ ). Au début du vieillissement,  $V_c$  diminue de 12,71 à 9,86 kV correspondant à  $t = 560$  h, puis augmente et atteint un maximum de 10,5 kV pour un temps de vieillissement de 993 h. Au delà de ce temps,  $V_c$  diminue jusqu'à 8,05 kV pour  $t = 1892$  h ensuite augmente de nouveau jusqu'à 10,77 kV pour  $t = 3058$  h. A partir de ce temps,  $V_c$  décroît jusqu'à 10,20 kV après 3500 h de vieillissement.

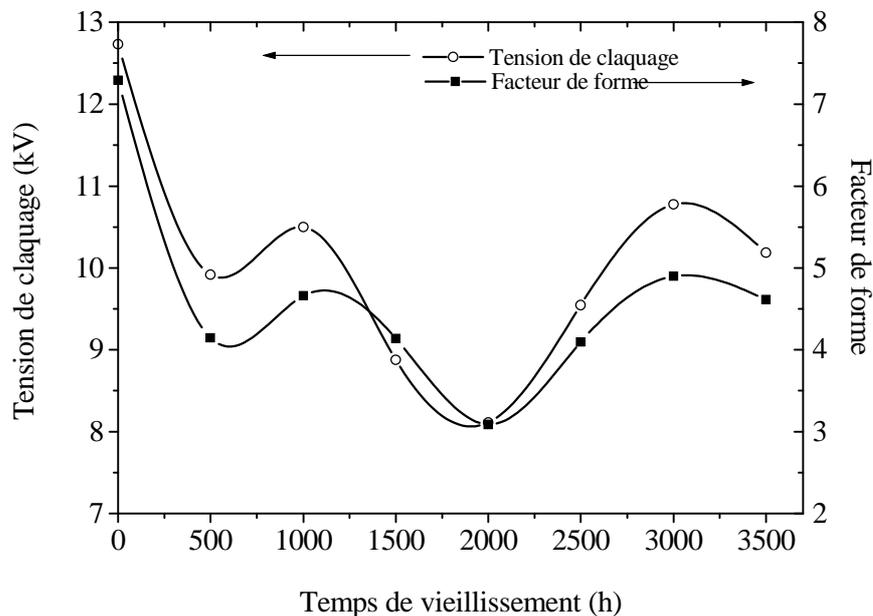


Figure 20. Variations de la tension nominale de claquage et du facteur de forme en fonction du temps de vieillissement.

## 7.3. Variation du facteur de forme en fonction du temps de vieillissement

L'évolution du facteur de forme en fonction du temps de vieillissement est présentée à la figure 20 (courbe 2). Le facteur de forme décroît de 7,09 à 4,15 correspondant à un temps de 493 h puis augmente jusqu'à 4,70 pour  $t = 1123$  h. Au-delà de ce temps, il diminue jusqu'à 3,05 correspondant à 2021 h, ensuite il augmente de nouveau et atteint un maximum de 4,89 après 3058 h puis tend à se stabiliser.

La distribution des points expérimentaux est plus dispersée dans la cas du temps de vieillissement de 2000 h correspondant à un facteur de 3,085. De même, la distribution est moins dispersée avant vieillissement dont le facteur de forme est de 7,294.

## 8. DISCUSSION ET ESSAI D'INTERPRETATION

D'après nos résultats, il ressort :

- La dispersion des points expérimentaux varie d'une distribution à une autre. Nous constatons, dans la plupart des cas, que les données sont plus dispersées pour les faibles probabilités
- La caractéristique donnant la valeur nominale de la tension de claquage en fonction du temps de vieillissement présente deux pics qui peuvent être attribués à la relaxation des dipôles. La variation de la tension de rupture est de 36,66%. L'augmentation est due à la réticulation du polymère. Quant à la diminution, elle est attribuée à la diffusion de molécules d'eau à l'intérieur du matériau qui conduit à une plastification de l'isolant.
- La rupture diélectrique du matériau se fait par arborescence électrique ou arborescence électrochimique due à la présence d'eau dans le polymère. En effet, l'eau peut diffuser dans le matériau et produirait un gonflage de ce dernier conduisant à la création de fissures. La présence de molécules d'eau facilite l'initiation d'arborescence. La diffusion de l'eau est accélérée par la température.
- La courbe donnant la variation du facteur de forme en fonction du temps de vieillissement traduit la répartition aléatoire des défauts à l'intérieur au sein du diélectrique. On sait que ces défauts existent à l'intérieur du diélectrique solide ou sont créés durant le vieillissement. La courbe présente deux pics attribués à la relaxation de dipôles au sein du matériau. La variation du facteur de forme est de 56,98%.
- Nous constatons une corrélation nette entre la tension de claquage et le facteur de forme (figure 20) : quand la tension augmente, le facteur de forme augmente aussi et vis versa.
- La dégradation du polymère est caractérisée par l'apparition de tâches bleues à la surface des échantillons. Nous avons aussi observé des gouttelettes d'eau de couleur marron quittant les éprouvettes et tombant vers la partie inférieure de l'enceinte. Cette couleur marron est due au mélange de l'eau distillée avec des particules de polyamide imide produites lors de l'effritement. Nous avons aussi remarqué un changement de l'état de surface des éprouvettes vieilles.

## 9. CONCLUSION

Ce travail s'inscrit dans le cadre de la caractérisation des isolants polymères soumis à l'action de l'humidité. L'évolution de la tension de claquage du polymère en fonction du temps de vieillissement hydrolytique a été étudiée. Les valeurs de la tension de claquage ont été analysées statistiquement en utilisant le modèle de Weibull.

L'étude montre que la tension de claquage du polymère varie en fonction du temps de vieillissement. La caractéristique présente deux pics attribués à la relaxation des dipôles à l'intérieur du matériau. La variation de la tension de rupture a atteint 36,66%. La dispersion des points expérimentaux varie d'une distribution à une autre. Dans la plupart des cas, que les données sont plus dispersées pour les faibles probabilités. L'augmentation de la tension de claquage est due à la réticulation du polymère. Quant à la diminution, elle est attribuée à la diffusion de molécules d'eau qui conduit à une plastification de l'isolant. La rupture diélectrique du matériau se fait par arborescence électrique ou arborescence électrochimique due à la présence d'eau. En effet, l'eau peut diffuser dans le matériau et produirait un gonflement de ce dernier conduisant à la création de fissures. La présence de molécules d'eau facilite l'initiation d'arborescence. La diffusion de l'eau est accélérée par la température.

La courbe donnant la variation du facteur de forme en fonction du temps de vieillissement traduit la répartition aléatoire des défauts. La distribution des points expérimentaux est plus dispersée dans le cas du temps de vieillissement de 2000 h correspondant à un facteur de 3,085. De même, la distribution est moins dispersée avant vieillissement dont le facteur de forme est de 7,294. La courbe présente deux pics attribués à la relaxation de dipôles. La variation du facteur de forme est de 56,98%.

Nous avons constaté une corrélation nette entre la tension de claquage et le facteur de forme : quand la tension augmente, le facteur de forme augmente aussi et vis versa.

La dégradation du polymère est caractérisée par l'apparition de tâches bleues à la surface des échantillons. Nous avons aussi observé des gouttelettes d'eau de couleur marron quittant les éprouvettes et tombant vers la partie inférieure de l'enceinte. Cette couleur marron est due au mélange de l'eau distillée avec des particules de polyamide imide produites lors de l'effritement. Nous avons remarqué un changement de l'état de surface des éprouvettes vieillies.

Comme perspectives, nous envisageons compléter ce travail par des essais à des temps de vieillissement plus importants jusqu'à la dégradation du polymère. L'étude statistique peut aussi être complétée par le tracé des intervalles de confiance.