République Algérienne Démocratique et Populaire Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

> Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou Faculté de Génie Electrique et Informatique Département d'Electrotechnique





Présenté par :

### Mme. AZZI Nadia

Ingénieur d'Etat en Electrotechnique

En vue de l'obtention du grade de

### Magister

Spécialité : Electrotechnique

**Option : Entraînements Electriques** 

# Effet du vieillissement thermique sur la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle

Soutenu publiquement le : 04 juillet 2017

Devant le jury d'examen composé de :

M. Salah HADDAD,	Professeur,	Université de Tizi-Ouzou,	Président
M. Mohammed NEDJAR,	Professeur,	Université de Tizi-Ouzou,	Rapporteur
M. Mohammed MEGHERBI,	Professeur,	Université de Tizi-Ouzou,	Examinateur
M. Mustapha MOUDOUD,	Maître de Conférences A,	Université de Tizi-Ouzou,	Examinateur
M. Youcef BOUTORA,	Maître de Conférences A,	Université de Tizi-Ouzou,	Examinateur

A mon cher fils Elian qui a beaucoup souffert de mes innombrables abscences,

A mes parents et beaux parents,

A mes famille et belle famille,

A toutes et tous mes amis de promotion,

A ma chère amie Malika et sa famille,

je dédie ce modeste travail.

Nadia

### Remerciements

Je tiens à présenter mes remerciements les plus sincères à mon encadreur, M. Nedjar Mohammed, Professeur à l'UMMTO. J'aimerais lui présenter mes vifs sentiments de reconnaissance pour avoir proposé et dirigé ce travail, et aussi pour sa patience, ses précieux conseils, et la grande disponibilité qu'il m'a offert à tout moment tout au long de ce travail.

J'adresse également mes remerciements à M. Haddad Salah, Professeur à l'UMMTO, M. Megherbi Mohammed, Professeur à l'UMMTO, M. Moudoud Mustapha, Maitre de conférences (A) à l'UMMTO et M. Boutora Youcef, Maitre de conférences (A) à l'UMMTO pour l'honneur qu'ils m'ont fait en acceptant de juger ce travail.

Mes très vifs remerciements vont à l'égard de Mme. Tabet Djamila, chef de service du Laboratoire de physique à l'entreprise Electro-Industries de Azazga, M. Belabbas Ferhat, Ingénieur au Laboratoire de physique à l'entreprise Electro-Industries de Azazga, M. Djidja Djamel, Ingénieur en Métallurgie au laboratoire de physique à l'entreprise Electro-Industries de Azazga ainsi que toute l'équipe du laboratoire et le personnel au sein de l'entreprise pour leur aide précieuse et leur chaleureux accueil.

J'adresse mes remerciements à ma nièce Dihya, doctorante de son état, pour l'aide précieuse qu'elle m'a apportée durant toute la période qu'a pris mon travail expérimental au niveau d'Electro-Industries.

Enfin, j'adresse mes remerciements à toute personne ayant contribué de loin ou de près à la réalisation de ce travail.

### Table des matières

-			Introduction générale			
I Présentation du Polyméthacrylate de Méthyle				3		
I.1 Introduction				3		
I.2 Formulation du polymère				3		
I.2.1 Polymérisations				3		
I.2.1.1 Polymérisation radicalaire en suspension				3		
I.2.1.2 Polymérisation radicalaire en masse				3		
I.2.1.3 Polymérisation radicalaire et anionique en sol	lution			4		
I.2.2 Mise en forme du matériau				4		
I.2.2.1 Production du monomère				4		
I.2.2.2 Formule chimique				5		
I.3 Propriétés				6		
I.3.1 Propriétés physiques du PMMA				6		
I.3.2 Propriétés électriques				6		
I.3.3 Propriétés chimiques				7		
I.3.4 Propriétés thermiques				7		
I.3.5 Propriétés optiques				7		
I.3.6 Propriétés mécaniques du PMMA				7		
I.4 Utilisation du PMMA	•••	• •	•	8		
II Vieillissement thermique des polymères				9		
II 1 Introduction				9		
II 2 Types de vieillissement	•••	• •	•	9		
II 2 1 Vieillissement physicale	•••	• •	•	9		
II 2.1.1 Avec transfert de masse	••••	• •	•	10		
II 2 1 2 Vieillissement physique sans transfert de mas	se	• •	•	12		
II 2 2 Vieillissement chimique		• •	•	13		
II 2 2 1 Coupure de chaînes statistiques	••••	• •	•	14		
II 2 2 2 Dépolymérisation	••••	• •	•	14		
II 2 2 3 Réticulation	•••	• •	•	14		
II 2 2 4 Oxydation	••••	• •	•	15		
II 2.3 Vieillissement thermique en présence d'oxygène	••••	• •	•	15		
II.2.4 Vieillissement par hydrolyse	•••	•••	•	16		
II.2.5 Vieillissement climatique	•••	• •	•	16		
II.2.6 Vieillissement électrique	•••	•••	•	16		
II.2.7 Vieillissement radiochimique	•••		•	16		
II.2.8 Vieillissement biochimique				16		

		II.2.9	Vieillissement mécanochimique	17
	II.3	Endura	ance thermique $\ldots$	17
		II.3.1	Position du problème	17
		II.3.2	Détermination de l'endurance thermique des isolants solides	18
		II.3.3	Choix des températures de vieillissement	19
		II.3.4	Durée de vie	20
		II.3.5	Vitesse de dégradation	20
			Ũ	
III	Mod	èle sta	tistique de WEIBULL	21
	III.1	Introd	uction	21
	III.2	Base e	t origine du modèle	21
	III.3	Signifi	cation des paramètres du modèle	22
		III.3.1	Paramètre d'échelle $X_0$	22
		III.3.2	Paramètre de forme $\alpha$	22
		III.3.3	Paramètre de localisation $X_s$	23
	III.4	Modèl	e de WEIBULL à deux paramètres	23
	III.5	Modèl	e de WEIBULL à trois paramètres	24
	III.6	Avanta	ages de la loi de WEIBULL	24
	III.7	Applic	ation à l'étude de la tenue diélectrique des isolants solides	25
		III.7.1	Tenue diélectrique à long terme	25
		III.7.2	Tenue diélectrique à court terme	25
	III.8	Détern	nination des paramètres du modèle	26
		III.8.1	Méthode graphique	26
		III.8.2	Méthode des moindres carrés	27
			III.8.2.1 Méthode des moindres carrés sur Y	$\frac{-7}{28}$
			III.8.2.2. Méthode des moindres carrés sur X	29
		III.8.3	Méthode du maximum de vraisemblance	29
				-
IV	Essa	is expé	rimentaux	31
	IV.1	Introd	uction	31
	IV.2	Prépar	ation des éprouvettes	31
	IV.3	Dispos	itifs expérimentaux	32
		IV.3.1	Mesure de la tension de claquage	32
		IV.3.2	Système d'électrodes	32
		IV.3.3	Appareil de mesure de l'épaisseur	33
		IV.3.4	Vieillissement thermique	33
	IV.4	Déroul	lement des essais expérimentaux	34
		IV.4.1	Conditionnement des échantillons	34
		IV.4.2	Essais de rigidité diélectrique	34
	IV.5	Résulta	ats et discussion	35
		IV.5.1	Calcul de la rigidité diélectrique	35
		IV.5.2	Analyse statistique	36
		IV.5.3	Calcul des probabilités de rupture	36
		IV.5.4	Avant vieillissement	36
		IV.5.5	Vieillissement à 80 °C	37
		IV.5.6	Vieillissement à 90 °C	42
		IV.5.7	Vieillissement à 100 °C	47
				• • •

<ul> <li>IV.5.8 Variation de la valeur nominale de la rigidité diélectrique en fonct du temps de vieillissement</li></ul>	ion . 51 ent 53 . 54
Conclusion générale	55
Annexe	56
Bibliographie	57

### Introduction générale

Grâce à leur facilité de mise en œuvre, à leur faible coût de production et leur faible densité, l'application des matériaux polymères industriels a considérablement augmenté au cours des dernières décennies. En effet, on les trouve utilisés pratiquement dans tous les secteurs de l'industrie, soit comme matériaux de structure (aéronautique, automobile,...) ou alors comme matériaux isolants (électronique et électrotechnique).

On les retrouve à titre indicatif, dans des systèmes allant du composant microélectronique aux systèmes haute tension en passant par l'électronique de puissance et les machines électriques. Ils sont aussi utilisés dans la réalisation des matériaux composites, dont ils constituent la matrice.

Pour mieux cerner le comportement de ces matériaux, notamment en milieux agressifs, ils suscitent de nos jours un intérêt sans cesse grandissant dans le monde de la recherche. Car, ils peuvent évoluer dans des milieux où règnent de forts gradients de température et ou de forts taux d'humidité. Et ce, sans faire fi des contraintes mécaniques. Ces différentes contraintes peuvent conduire à la réduction de la durée de vie suite au vieillissement du matériau. C'est dans ce contexte que s'inscrit le présent travail.

Le polyméthacrylate de méthyle (PMMA) de son nom commercial le Plexiglas, objet de notre étude, en est un exemple. Transparent, présentant une grande rigidité élastique, il est utilisé pour des applications aussi diverses que variées, telles que les pare-brise ou encore pour les blindages. Parmi les plus sévères contraintes auxquelles il est soumis en service, nous pouvons citer la contrainte thermique.

C'est dans cet esprit que nous nous proposons, au cours de ce travail, d'étudier l'effet du vieillissement thermique sur la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle. Pour ce faire, nous avons soumis des échantillons du matériau à un vieillissement thermique à différentes températures. Celui-ci, le vieillissement thermique, a été réalisé au Laboratoire de Génie Electrique de l'Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou. Pour étudier l'effet de ce vieillissement sur la rigidité diélectrique, ces échantillons ont été l'objet d'essais de claquage. Les essais expérimentaux ont été réalisés à l'entreprise Electro-Industries sise à AZAZGA.

Le manuscrit est réparti en deux parties : une première partie concernant la recherche bibliographique composé de trois chapitres et une deuxième expérimentale comprenant les résultats expérimentaux.

Le premier chapitre est consacré à la présentation du matériau objet de l'étude : le polyméthacrylate de méthyle. Nous donnons entre autres sa formulation, ses propriétés physiques, diélectriques, chimiques, mécaniques, utilisations, ...

Le deuxième chapitre traite des mécanismes et processus intervenant dans le

### INTRODUCTION GÉNÉRALE

vieillissement thermique des polymères. Nous y présentons aussi les modèles de durée de vie et l'endurance thermique d'un isolant solide.

Dans le troisième chapitre, nous exposons le modèle statistique de WEIBULL et son application à l'étude de la rupture diélectrique des isolants solides. Les avantages de ce modèle sont aussi cités. Tout comme nous donnons les méthodes de calcul des paramètres du modèle. Entre autres la méthode du maximum de vraisemblance.

Le quatrième chapitre décrit les techniques expérimentales concernant la réalisation des échantillons, le dispositif expérimental, la méthode d'essai et résultats concernant le claquage de polyméthacrylate de méthyle, pour les différentes températures de vieillissement. Une analyse statistique des tensions de claquage a été faite en utilisant le modèle statistique de WEIBULL à deux paramètres.

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

### **Chapitre I**

### Présentation du Polyméthacrylate de Méthyle

### I.1 Introduction

Le polyméthacrylate de méthyle (PMMA) appelé Plexiglas par la compagnie chimique RÖHN and HAAS est un polymère thermoplastique. Il est obtenu par polymérisation radicalaire. La cohésion est assurée par des enchevêtrements de chaînes ainsi que des liaisons faibles de types hydrogène et VAN DER WAALS [Laf02].

### I.2 Formulation du polymère

### I.2.1 Polymérisations

Le polyméthacrylate de méthyle a été synthétisé pour la première fois vers 1900 par le Docteur OTTO RÖHM en Allemagne et a été introduit à l'échelle industrielle aux Etats-Unis dans les années 1930 [CC07]. Il existe actuellement trois types de polymérisation sont : la polymérisation en suspension, en masse (plaques coulées, masse continu) et en solution [CC07].

### I.2.1.1 Polymérisation radicalaire en suspension

La polymérisation a lieu en suspension dans l'eau et permet l'obtention de poudres ou de « perles ». C'est un procédé discontinu qui impose la manipulation et le traitement d'importantes quantités d'eau, mais qui est toujours utilisé par certaines sociétés y ayant apporté des améliorations (réutilisation des eaux de filtration) [CC07].

### I.2.1.2 Polymérisation radicalaire en masse

On distingue le procédé plaques coulées et le procédé masse continu [CC07].

**Procédé plaques coulées :** La polymérisation se fait dans des moules qui reçoivent le sirop (monomère) avec les additifs nécessaires (catalyseur, agent anti-U.V., colorants, ... ) [Bos85]. Entre deux plaques de verre servant de moule, on polymérise le monomère avec catalyseur en étuve.

On obtient ainsi des plaques de dimensions  $(2 \text{ m} \times 3 \text{ m})$  et de 1 mm à 200 mm d'épaisseur ayant d'excellentes qualités optiques et de surface (celle du verre), sans orientation [TVDP94].

**Procédé masse continu :** Ce procédé est l'un des plus utilisés. Les étapes en sont les suivantes [CC07] :

- 1. Préparation d'un mélange de MMA et de ses comonomères et ajout d'amorceur et d'autres ingrédients ;
- 2. Refroidissement de la solution entre -40 °C et -20 °C suivant le procédé;
- 3. Polymérisation en général dans un réacteur agité continu où le taux de conversion est amené entre 50 et 60%;
- 4. Dévolatilisation (une extrudeuse ou un dévolatiliseur flash) par réchauffage rapide de la solution vers 210 °C et évaporation des monomères n'ayant pas réagi.

A la fin du procédé, on obtient des granulés. Les monomères évaporés sont condensés puis recyclés ou distillés pour alimenter le réacteur de mélange [CC07].

#### I.2.1.3 Polymérisation radicalaire et anionique en solution

**Procédé continu en solution :** La polymérisation a lieu en solution dans un solvant du polymère, en général un solvant aromatique comme le toluène. La réaction est menée de façon continue avec un procédé masse (seules les températures de polymérisation sont différentes) [CC07]. La réaction des monomères est quasi complète. Seul le solvant est à recycler. La polymérisation radicalaire contrôlée en solution permet l'obtention de structure à bloc de type MABuM : poly(méthacrylique de méthyle) – bloc – poly(acrylate de butyle) – bloc – poly(méthacrylate de méthyle) [CC07].

**Polymérisation anionique en solution :** La polymérisation a lieu également dans un solvant aromatique : la réaction est amorcée par des composés organiques du lithium contrôlée par des ligands également lithiés [CC07]. Le polymère obtenu a un taux de syndiotacticité élevé (> 70 %). C'est le procédé de fabrication de copolymères à bloc poly(styrène)-bloc-polybutadiène-bloc-poly(méthacrylate de méthyle) (SBM) développés par ARKEMA suite aux travaux dans les années 1990 de la société ORKEM [CC07].

### I.2.2 Mise en forme du matériau

Le polyméthacrylate de méthyle est le produit de polymérisation de méthacrylate de méthyle [PS95].

#### I.2.2.1 Production du monomère

Le méthacrylate de méthyle, ou MAM, est un liquide à température ordinaire qui bout au voisinage de 100 °C. C'est un monomère qui conduit au polyméthacrylate de méthyle (PMMA). Le méthacrylate de méthyle est un produit peu toxique; le seuil olfactif de détection est voisin de 0,3 ppm (parties par million), les vapeurs peuvent être irritantes pour les yeux et les voies respiratoires et tout contact avec la peau doit être évité [PS95].

Le principe du procédé de production du méthacrylate de méthyle repose sur les réactions suivantes [PS95] :

OH

 $\begin{array}{cccc} HCN + H_{3}C - CO - CH_{3} & \underline{NaOH} & CH_{3} - C - CN \\ Acide & Acétone \\ cyhandrine & CH_{3} & CH_{3} \\ \end{array}$ 

$$\begin{array}{c} OH \\ CH_3 - C - CN = N \\ | \\ CH_3 \end{array} \xrightarrow{H_2SO_4} CH_2 = C - CO - NH_2 + H_2O \\ 130 \ ^{\circ}C \\ CH_3 \end{array}$$

$$\begin{array}{c} H_2SO_4 \\ H_2O \\ H_3 \end{array} \xrightarrow{H_2SO_4} CH_2 = C - CO - NH_2 + H_2O \\ H_3 \\ CH_3 \end{array}$$
Acétone cyanhydrine Méthacrylamide

$$\begin{array}{cccc} CH_2 = C - CO - NH_2 + H_2SO_4 + CH_3 - OH & \longrightarrow & CH_2 = C - COO - CH_3 + NH_4HSO_4 \\ & & & & & \\ & CH_3 & & & \\ & & & & CH_3 \end{array}$$
Méthacrylamide Méthanol Méthacrylate de Méthyle

#### I.2.2.2 Formule chimique

Le méthacrylate de méthyle sert essentiellement à produire le polyméthacrylate de méthyle (PMMA). La réaction de polymérisation radicalaire est amorcée par des radicaux libres formés dans le milieu à partir de composés tel que le peroxyde de benzoyle dont la décomposition peut être accélérée par la présence de certains réducteurs tels que le N.N. diméthylaniline [PS95], on a :

$$n \operatorname{CH}_{2} = \operatorname{C} - \operatorname{CO} - \operatorname{O} - \operatorname{CH}_{3} \xrightarrow{\operatorname{Init}} \left( \operatorname{CH}_{2} - \operatorname{C} - \operatorname{I}_{3} \right) \xrightarrow{\operatorname{Init}} \left( \operatorname{CH}_{2} - \operatorname{C} - \operatorname{I}_{3} \right) \xrightarrow{\operatorname{Init}} \operatorname{CH}_{3} \xrightarrow{\operatorname{C}} \operatorname{CH}_{3}$$

avec Init est donné par l'association suivante :



Péroxyde de Benzolyne N. N. Diméthylaniline

### I.3 Propriétés

### I.3.1 Propriétés physiques du PMMA

Le PMMA possède les propriétés physiques suivantes [Per81] :

- 1. La densité est de  $1, 18 \text{ g/cm}^3$ .
- 2. La masse moléculaire moyenne est de  $10^6$  à  $3.10^6$  g/mole.
- 3. Son indice de réfraction est de 1,493.
- 4. Absorption d'eau à 20 °C est de :
  - (a) 0,25% après 24 h d'immersion;
  - (b) 0, 5% après 7 jours d'immersion.
- 5. Le PMMA est surtout connu pour ses propriétés optiques exceptionnelles. Ce polymère amorphe est d'une transparence remarquable, dans le visible 380 à 780 nm, l'absorption de lumière n'atteint que 50 % pour une épaisseur de 3 mm [TVDP94].
- 6. Le PMMA peut aisément se colorer y compris dans des teintes fumées pour vitrage [TVDP96, TVDP94].
- 7. Le PMMA a d'excellentes résistances aux agents atmosphériques [TVDP94].

### I.3.2 Propriétés électriques

Les propriétés électriques principales du PMMA sont résumées ci-dessous [Ant03] :

- 1. Rigidité diélectrique est de : 15 à 20 kV/mm;
- 2. Résistivité transversale est de :  $10^{15}$  à  $10^{16} \Omega.cm$ ;
- 3. Permittivité relative  $\varepsilon_r$  est de :
  - (a) 3,0 à 4,0 à 50 ou 60 Hz.
  - (b) 3,0 à 3,5 à 1 kHz.
  - (c) 2,7 à 3,2 à 1 MHz.
- 4. Facteur de pertes diélectriques tg<br/>  $\delta$  est de :
  - (a)  $4 \cdot 10^{-2}$  à  $5 \cdot 10^{-2}$  à 50 ou 60 Hz.
  - (b)  $3 \cdot 10^{-2}$  à  $5 \cdot 10^{-2}$  à 1 kHz.
  - (c)  $2 \cdot 10^{-2}$  à  $3 \cdot 10^{-2}$  à 1 MHz.

### I.3.3 Propriétés chimiques

- 1. Le PMMA est insipide et sans odeur et reconnu pour ses qualités alimentaires [TVDP96, TVDP94].
- 2. Jusqu'à 60 °C , le PMMA résiste assez bien aux acides organiques et minéraux dilués ainsi qu'aux solutions alcalines diluées mais il est attaqué par les produits courants comme : l'acétone, l'alcool, le pétrole, le phénol, le carburant d'avion, le méthanol à 30, ... [TVDP96, TVDP94].
- 3. Le PMMA peut être exposé à l'extérieur sans problème [Car00].
- 4. Les résistances aux intempéries sont très bonnes [Car00].

### I.3.4 Propriétés thermiques

- 1. Le PMMA est combustible et brule lentement sans fumée excessive [TVDP96, TVDP94].
- 2. La température maximale d'utilisation est faible, inférieure à 80 °C [TVDP96].
- 3. La température de fusion est de 110 à 240 °C [TVDP96].
- 4. La température de transition vitreuse est 110 à 135 °C [TVDP94].
- 5. La température de résistance continue est de 85 °C [TVDP94].
- 6. La conductivité thermique : 0, 19 W/m.K [TVDP96, PS95].
- 7. Le coefficient de dilatation thermique :  $0, 7 0, 8 \cdot 10^{-4} \text{ K}^{-1}$  [TVDP96, TVDP94].

### I.3.5 Propriétés optiques

- 1. L'angle de réflexion totale sur une surface intérieure est de 41 à 42 °C, ce qui permet la réalisation de «conducteurs» de lumière, fibres optiques [TVDP94].
- 2. Son indice de réfraction (pour  $\lambda = 587, 7$  nm hélium) est de 1,491 ce qui en fait un matériau adapté à la fabrication optique [TVDP94].
- 3. La transparence : 92% de lumière transmise pour une épaisseur de 3 mm [Car00].

### I.3.6 Propriétés mécaniques du PMMA

- 1. Le PMMA est un polymère amorphe dont la température de transition vitreuse varie de 110 à 135 °C selon les produits, c'est-à-dire qu'à température ambiante il sera dur, rigide, cassant avec un faible allongement [TVDP96, TVDP94].
- 2. Fluage : son fluage est assez limité. Au-delà des contraintes critiques, le PMMA est sujet au fendillement (crazing). Ce phénomène est même accentué en présence d'agents agressifs (alcools, essences...) [TVDP96, TVDP94].
- 3. Choc : la résistance au choc est relativement faible et le polymère est cassant [PS95].
- 4. Dureté : le PMMA se raye et les entretiens répétés peuvent altérer la qualité de surface mais inversement il se polit très facilement [TVDP96].
- 5. Son module d'élasticité en traction est de 7,7 à 13 GPa [TVDP82].

- 6. Sa contrainte de rupture en traction est de 65 à 77 MPa [TVDP82].
- 7. Son module de flexion est de 2, 28 à 3, 32 GPa [TVDP82].
- 8. Sa contrainte du rupture en flexion 84 à 110 MPa [TVDP82].
- 9. Excellente tenue aux ultra-violets d'où une bonne résistance au vieillissement [Rey98].

### I.4 Utilisation du PMMA

Le PMMA est utilisé dans de multiples domaines allant des loisirs au bâtiment et à l'aéronautique. Ses principales utilisations sont les suivantes [Car00] :

Les applications industrielles : Cadrans, hublots et capots de machines à laver, chaînes Hi-Fi, portes de fours à micro-ondes, les écrans de contrôle industriel, les synoptiques de contrôle du trafic routier et ferroviaire.

L'ameublement et décoration : Salons, tables, ébénisterie, escaliers, mobiliers hospitaliers, couveuses.

Le sanitaire : Baignoires, bacs à douche, lavabos (pièces thermoformées et colorées).

### Le bâtiment concernant tout particulièrement

- 1. Les parties transparentes des immeubles modernes (garde-corps de balcon, paresoleil, brise vent).
- 2. L'éclairage : dômes, couples, voûtes, survitrage.
- 3. La réalisation de toitures, vérandas, parois de locaux industriels, pour lesquels on utilise le PMMA extrudé.

Les loisirs : Articles de publicité : enseignes, présentoirs, affiches ...

**L'optique et l'électronique :** Les fibres optiques (l'automobile, aviation, l'informatique, les connections industrielles). En optique, le PMMA est utilisé pour les lentilles, les épiscopes . . .

**L'électrotechnique :** Pour des applications telles que les condensateurs, enrobage de composants, supports divers.

La médecine : Le PMMA a une bonne compatibilité avec le tissu humain :

- 1. Chirurgies cosmétiques pour réduire de manières permanentes des rides.
- 2. Objectifs intraoculaires de rechange dans l'œil : verre de contact, lentilles.

L'aéronautique : Il est utilisé dans les verrières, les hublots ainsi que les capots d'avions.

### Chapitre II

# Vieillissement thermique des polymères

### **II.1** Introduction

On appelle vieillissement toute altération lente et irréversible des propriétés d'un matériau, résultant de son instabilité propre ou d'effet de l'environnement et qui ne fait intervenir que le matériau, l'atmosphère et la température [Ver80c, Mec08]. Il peut faire intervenir aussi des phénomènes purement physiques (dégazages, migration de plastifiants, évolution de la morphologie), ou des phénomènes chimiques. Ces phénomènes peuvent affecter la structure chimique des polymères ou dans certains cas concerner seulement les additifs [Bou07].

### II.2 Types de vieillissement

On distingue essentiellement deux types : le vieillissement physique et le vieillissement chimique [Ver80a].

### **II.2.1** Vieillissement physique

Le terme vieillissement physique englobe tous les processus conduisant à une altération irréversible des propriétés du matériau sans qu'il y ait modification de la structure chimique des macromolécules et autres constituants du matériau [Ver80a, Ver84, Tro82].

Le vieillissement physique peut résulter :

- 1. de modifications de la configuration spatiale des macromolécules (cristallisation, ...);
- 2. de phénomènes de surface (fissuration en milieu tensioactif);
- 3. de phénomènes de transport (pénétration de solvants, migration d'adjuvants).

Le vieillissement physique peut se produire avec ou sans transfert de masse [Fou90].

#### II.2.1.1 Avec transfert de masse

Les phénomènes de transfert de masse font essentiellement appel aux notions de solubilité, de diffusion et de plastification. Le transfert peut se faire dans les deux sens, comme il est illustré par la figure II.2.1 suivante.



FIGURE II.2.1 – Schématisation des phénomènes de transfert de masse.

Un solvant peut pénétrer dans le matériau : dans les polymères, il peut y avoir plastification accompagnée d'un gonflement ou également perte d'adjuvants par extraction ou évaporation. Lorsque le matériau est soumis à des contraintes (mécanique, électrique, ...), le solvant peut provoquer une craquelure. Si la déformation du polymère se poursuit, il se développe un phénomène de fissuration ou cracking [Fou90].

La figure II.2.1 ci-dessus, schématise la pénétration d'un solvant dans un système polymère. On remarque que la diffusion du solvant entre les molécules et macromolécules en détruisant des liaisons intermoléculaires. La cohésion du système polymère est par conséquent affaiblie et la mobilité moléculaire augmente. Cela se traduit par une diminution de la contrainte au seuil de l'écoulement et une diminution de la température de transition vitreuse. Ce phénomène est appelé plastification. Une autre conséquence de l'absorption de solvant, visible sur le schéma est le gonflement du polymère [Mao12].

#### Pénétration de solvant

La pénétration du solvant dans un polymère est influencée par les facteurs suivants [Mec08, Bou07] :

La structure chimique du motif structural élémentaire : C'est elle qui détermine essentiellement l'affinité du polymère pour le solvant considéré.

La morphologie : Les zones cristallines peuvent être considérées comme imperméables. La solubilité globale décroît donc avec le taux de cristallinité.

Le taux de réticulation : La pénétration de solvants est d'autant plus aisée que le taux de réticulation est faible, sauf si la réticulation fait apparaître de nouveaux groupes fonctionnels ayant une affinité élevée pour le solvant.

**Plastification :** Elle se traduit par une modification du comportement mécanique (diminution du module d'élasticité, de la contrainte au seuil d'écoulement et de la contrainte à la rupture, augmentation de l'allongement à la rupture)[Bou07, Ver84].

**Gonflements différentiels :** Ils peuvent se produire au niveau microscopique si le matériau est hétérogène, posant un problème d'instabilité dimensionnelle ou de contraintes internes qui se développent à l'interface et peuvent conduire à des ruptures mécano-chimiques de chaînes [Bou07, Ver84].

### Perte d'adjuvants

La perte d'adjuvants résulte de la migration de ces derniers hors des matériaux. Dans tous les cas, le départ de l'adjuvant se traduit par la perte des propriétés qu'il était censé apporter au polymère. La migration d'adjuvants se produit par les surfaces, la quantité est proportionnelle au volume et par conséquent, la vitesse moyenne de diminution de la concentration en adjuvant est une fonction décroissante de l'épaisseur [Mec08]. On peut distinguer trois mécanismes principaux :

**Évaporation :** C'est le cas le plus fréquemment rencontré dans les applications électriques (isolation des câbles). Les molécules du plastifiant se trouvant à la surface peuvent donc passer dans l'atmosphère, d'où l'existence d'un gradient de concentration dans l'épaisseur du matériau. L'apparition de ce gradient entraîne la diffusion du plastifiant du cœur vers la surface conduisant à sa disparition progressive [Mec08, Bou07, Ver84] . La capacité d'évaporation du plastifiant est directement liée au poids moléculaire de ce dernier [MGGQ04]. Le phénomène d'évaporation se manifeste dans la dégradation des polymères utilisés dans l'isolation des câbles sous la forme d'une perte de masse et affecte considérablement les propriétés mécaniques du polymère [Bou07, BNK94].

**Extraction :** Les phénomènes d'extraction sont à prendre en compte dans le cas de contact entre un polymère et un milieu liquide. Ici, c'est la stabilité de l'adjuvant dans le liquide qui est susceptible de jouer le rôle le plus important et qui sera en tous cas le premier paramètre à prendre en compte lors du choix du matériau [Ver80c, Mec08, Bou07, Ver80b].

**L'exsudation :** L'exsudation n'est autre que le résultat d'une évolution vers l'équilibre. Dans certains cas, le mélange (polymère + adjuvant) peut être déstabilisé par un tiers corps provenant de l'environnement [Mec08, Ver80a, Tro82].

Les principaux mécanismes physiques de perte d'adjuvants sont schématisés sur la figure (II.2.2) suivante [Ver80c].



FIGURE II.2.2 – Schématisation des différents mécanismes de perte d'adjuvants.

### II.2.1.2 Vieillissement physique sans transfert de masse

#### Vieillissement par chocs thermiques

Des chocs thermiques peuvent entraîner des ruptures mécaniques induites par dilatation différentielle (gradients de température dans l'épaisseur ou matériaux hétérogènes); un matériau peut se fissurer sous contraintes en présence d'un composé tension-actif. Si le matériau est dans un état thermodynamique instable après sa mise en œuvre, il peut en résulter un vieillissement interne [Fou90].

Lorsque la température du milieu varie rapidement, un gradient de température s'instaure dans l'épaisseur du matériau d'où dilatation différentielle de la zone superficielle – zone interne. Dans le cas d'un choc thermique de grande amplitude, une seule excursion en température peut entraîner la rupture. Dans le cas de cycles de plus faible amplitude, la dégradation peut intervenir à terme, le milieu étant sollicité en fatigue [Mec08].

Deux mécanismes sont susceptibles d'intervenir :

**Gradient de température dans l'épaisseur :** Les matériaux organiques sont, sauf cas particuliers, des isolants thermiques [Bou07, Tro82, LAVM90].

**Matériaux hétérogènes :** Dans les matériaux composites, soumis à des variations de température, les dilatations différentielles entraînent des contraintes internes susceptibles d'endommager le matériau. Il s'agit d'un phénomène de fatigue mécanique. La dilatation superficielle est alors due à la différence de coefficient de dilatation des phases en présence [Bou07].

#### Fissuration sous contrainte en milieu tensioactif

En milieu tensioactif, les polymères et plus particulièrement le polyéthylène sont le siège de fissuration dans les zones les plus contraintes et cela après un temps pouvant varier entre quelques minutes et quelques jours, selon les conditions et la qualité des polymères. Le phénomène de fissuration est lié au développement de forces de tension superficielles à l'interface polymère-liquide. Il dépend de plusieurs paramètres à savoir la contrainte mécanique (la durée de vie augmente lorsque la contrainte diminue), la température et la tensio-activité du liquide dont la viscosité détermine la vitesse de pénétration dans les fissures. Aux paramètres externes, s'ajoutent les paramètres internes; nous pouvons citer la structure du polymère, la distribution des masses moléculaires et la morphologie du polymère (distribution de tailles de cristallites et sphérolites) [Mec08, Bou07, Ver84].

#### Vieillissement par relaxation de volume et d'enthalpie

Les variations de volume et d'enthalpie sont en fait deux aspects différents (mais parallèles) d'un même phénomène d'évolution de la configuration du réseau macromoléculaire à l'état vitreux [Ver80c, Bou07]. Il s'agit en fait d'un phénomène lié à l'instabilité propre du matériau amorphe au-dessous de sa température de transition vitreuse. Dans les polymères semi-cristallins (polyéthylène, polypropylène,...), certains segments stéréoréguliers (donc capables de cristalliser) qui se trouvaient piégés dans la phase amorphe, vont progressivement diffuser et s'incorporer à des zones cristallines. Le vieillissement se traduit par une augmentation du taux de cristallinité [Bou07].

#### Influence sur les propriétés du polymère

Le vieillissement physique sans transfert de masse affecte toutes les propriétés dépendant du volume libre et de la mobilité moléculaire. La masse volumique augmente, le coefficient de dilatation et le facteur de pertes diélectriques diminuent [Bou07, Ver84].

### **II.2.2** Vieillissement chimique

On appelle vieillissement chimique tout phénomène impliquant une modification chimique du matériau sous l'influence de l'environnement. En pratique, le vieillissement chimique se superpose souvent à un vieillissement physique et les deux phénomènes interfèrent [Bou07, Ver84]. Les principaux types de réactions intervenant lors du vieillissement chimique sont les suivants.

#### **II.2.2.1** Coupure de chaînes statistiques

Les coupures des chaînes statistiques se produisent sur les sites distribués de manière aléatoire dans le réseau macromoléculaire. Une grande variété de mécanismes chimiques peut être la cause de coupure statistique de chaînes. On peut citer la thermolyse, coupure  $\beta$ , l'hydrolyse, et la radiolyse [Mec08, Bou07, Ver80b].

Les coupures de chaînes peuvent être schématisées de la manière suivante (voir figure II.2.3) :



FIGURE II.2.3 – Rupture de chaînes dans un polymère.

Sur le plan de la structure, ces coupures de chaînes provoquent une diminution de la masse moléculaire moyenne dans le cas des polymères linéaires, et une diminution du taux de réticulation dans le cas des polymères tridimensionnels. Les propriétés physiques, élastiques et thermiques sont très peu affectées par les coupures de chaînes statistiques. Cependant, ces dernières affectent considérablement les propriétés mécaniques, car elles sont responsables de la fragilisation du matériau [Bou07].

#### II.2.2.2 Dépolymérisation

La dépolymérisation est un cas particulier de la réaction coupure de chaînes. Elle conduit à l'élimination d'un fragment moléculaire (monomère), et à une diminution très faible et rapide de la masse moléculaire. Une coupure de chaînes crée un site actif qui déstabilise la liaison monomère voisin et entraîne l'élimination séquentielle de molécules de monomère. La dépolymérisation est donc l'inverse de la polymérisation, elle est d'autant plus facile que l'énergie de liaison monomère-monomère est faible [Mec08, Bou07, Ver84].

#### II.2.2.3 Réticulation

La réticulation est la réaction conduisant à la formation de ponts covalents entre les segments de chaînes voisines [Mec08, Bou07]. Elle se traduit par une diminution de la mobilité moléculaire [Bou07]. Dans le cas des polymères linéaires de taux de réticulation modérés (figure II.2.4), la réticulation se traduit par l'apparition de chaînes plus ramifiées et de masse moléculaire plus élevée que ce qui existe dans les chaînes initiales. Dans le cas des polymères tridimensionnels, la réticulation se traduit par une augmentation de la concentration en nœuds de réseau.

Il provoque une modification du matériau sous l'influence de l'environnement. Dans la pratique, il se superpose à un vieillissement physique. Les isolations peuvent être soumises à différents types de vieillissement chimique.



FIGURE II.2.4 – Représentation schématique des processus de réticulation dans un polymère initialement linéaire et dans un polymère tridimensionnel.

Si certains polymères réagissent essentiellement par coupures de chaînes (polyméthacrylate de méthyle (PMMA), polypropylène (PP), polyoxyméthylène (POM)...), d'autres, par contre, peuvent subir simultanément des coupures de chaînes et des réticulations (polyéthylène (PE), polychlorure de vinyle (PVC), nombreux polymères tridimensionnels). Leurs propriétés évoluent alors en fonction de la part relative de chacun des processus [Aïd12].

#### II.2.2.4 Oxydation

Le vieillissement thermique des polymères conduit à une oxydation de chaînes carbonées entrainant ainsi une dégradation des propriétés électriques et mécaniques [Bou07, LAVM90]. L'oxydation se manifeste au cours du vieillissement sous la forme d'une accumulation des groupes carbonylés (acides, cétone, aldéhydes,...) [Bou07, CSO88]. La concentration des ces groupes est d'autant plus importante dans la partie amorphe que dans la partie cristalline d'un polymère semi-cristallin, à cause de la diffusion facile de l'oxygène dans la partie [Bou07]. Plusieurs facteurs affectent le phénomène d'oxydation des polymères, on peut citer : la non saturation du polymère, la présence des ions métalliques (processus de fabrication), la présence des groupes carbonylés, les hydropéroxides, les catalyseurs et les antioxydants, avec ainsi la structure et la morphologie du matériau (densité, ramifications, cristallinité, ...) [Bou07].

### II.2.3 Vieillissement thermique en présence d'oxygène

Il se produit à des températures modérées (généralement inférieures à 300 °C); la présence d'oxygène a pour effet :

- de baisser le seuil de température au-delà duquel un vieillissement thermochimique anaérobie démarre;
- de provoquer une plus forte exothermicité;
- d'entraîner une prédominance des coupures de chaînes des polymères par rapport aux réticulations.

L'utilisation d'antioxygènes ou de noir de carbone peut inhiber le phénomène d'oxydation.

### II.2.4 Vieillissement par hydrolyse

Sous l'influence de l'humidité ( $\ge 95\%$ ) et de la température (au moins  $100^{\circ}$ C), certains polymères tels que les polyesters, polyuréthanes, ... peuvent se dégrader [Ver80a].

### II.2.5 Vieillissement climatique

Le vieillissement climatique « weathering » résulte de l'exposition directe des matériaux au rayonnement solaire, aux températures et à diverses pollutions (marines, industrielles, ...); la température joue également un rôle important. De nombreux adjuvants permettent de protéger les polymères (noir de carbone, pigments minéraux, tels que l'oxyde de zinc et l'oxyde de titane, et les absorbeurs UV) [Ver80a].

Ce vieillissement climatique peut dégrader les caractéristiques électriques du la surface d'un isolant et provoquer la formation de cheminements [Ver80a].

### II.2.6 Vieillissement électrique

Si le matériau est soumis à un champ électrique, des décharges partielles naissent. Leurs effets se traduisent par la formation de radicaux libres, ces composés réagissent rapidement avec l'oxygène. Il s'ensuit une dégradation généralisée ou très localisée (arborescences électrique) des isolants; en présence d'humidité, d'impuretés ioniques et sous l'influence de la température, des réactions électrochimiques peuvent également conduire à une dégradation des propriétés du matériau. Dans certaines circonstances, il peut apparaitre des arborescences électrochimiques ou d'eau [Ver80a].

### II.2.7 Vieillissement radiochimique

Dans les applications nucléaires, spatiales, médicales, …, les matériaux sont soumis à des radiations ( $\alpha$ ,  $\beta$ ,  $\gamma$ , X, neutrons) de forte énergie ; il s'ensuit des coupures de chaînes et des réticulations ; l'oxygène réagit avec les radicaux libres consommé si rapidement qu'il ne peut se renouveler par diffusion dans le matériau [Ver80a].

Le vieillissement radiochimique décroît donc avec le débit de dose et est influencé par la température; l'oxygène et l'humidité jouent un rôle important. Des adjuvants tels que le noir de carbone et les produits phénoliques, ont un effet stabilisant [Ver80a].

### II.2.8 Vieillissement biochimique

Certains micro-organismes (moisissures, champignons, insectes, rongeurs, ...) peuvent dégrader les polymères; plusieurs mécanismes de vieillissement sont connus; dégradation biochimique du matériau, consommation des adjuvants, attaque mécanique par rongeurs [Ver80a].

La biodégradation est favorisée par des milieux humides, à des températures supérieures à l'ambiante, avec un maximum d'activité vers 30 °C; on peut citer les milieux tropicaux et équatoriaux, le milieu marin ou fluvial, le milieu terrestre.

De nombreux additifs sont utilisés (phénols, phtalimides, dérivés organométalliques (Hg, Sb, As, Sn, Zn) pour limiter les phénomènes de biodégradation [Ver80a].

### II.2.9 Vieillissement mécanochimique

Les contraintes mécaniques, s'exerçant sur les isolants d'une machine, sont des facteurs de vieillissement significatifs; un vieillissement mécanochimique peut apparaître sous l'influence d'une contrainte mécanique telle que le broyage, le fluage. Dans ce cas, les radicaux libres produits sous l'action des contraintes mécaniques réagissent avec l'oxygène [Ver80a].

### **II.3** Endurance thermique

### II.3.1 Position du problème

Les méthodes d'essais d'endurance sont destinées à déterminer les changements survenus dans les propriétés des matériaux par suite d'une longue exposition à une contrainte élevée. Cette contrainte peut être la température, le champ électrique ou le rayonnement [IEC90].

Certains auteurs comme B. FALLOU et E. MORIANE se sont intéressés à l'étude de l'endurance thermique des polymères. La caractéristique du vieillissement ou de la stabilité à long terme des isolants solides doit permettre de répondre à l'une des questions simples suivantes [Fal85] :

- Pendant quel temps t, peut-on maintenir un matériau isolant sous une contrainte  $C_0$ ?
- Si l'on désire une durée de maintien ou durée de vie donnée  $t_0$ , quelle contrainte maximale sera autorisée ?

Pour y répondre, il suffit de connaitre la relation contrainte-temps C = f(t), telle que représentée par la figure II.3.1 ci-dessous [Fal85].



FIGURE II.3.1 – Variation du temps de vieillissement en fonction de la contrainte appliquée.

Généralement, on détermine les variations d'une propriété du matériau en fonction du temps de vieillissement pour différentes valeurs  $C_1$ ,  $C_2$ , ...,  $C_n$ , de la contrainte appliquée C (figure II.3.2) [Fal85].



FIGURE II.3.2 – Variation de la propriété P en fonction du temps de vieillissement pour différentes valeurs de la contrainte [Fal85].

Si l'on fixe une valeur de la propriété  $P_0$  choisie en fonction des critères d'emploi, on obtient la relation C(t) relative à la valeur de la propriété  $P_0$ . Cette courbe est appelée courbe de durée de vie. La propriété peut être une propriété électrique (rigidité diélectrique, ...), une propriété mécanique (charge à la rupture, résistance à la traction,...) ou une perte de masse.

### **II.3.2** Détermination de l'endurance thermique des isolants solides

Les travaux relatifs à l'endurance thermique des matériaux isolants solides ont pour objet la mise au point de méthodes générales de détermination de leur stabilité [Mec08]. Le but de ces essais est de simplifier les résultats et de les exploiter sous formes d'indices de températures attribués aux matériaux pour leurs propriétés mécaniques d'une part et pour leurs propriétés électriques d'autre part [Mec08, Ned91].

En ce qui concerne les essais, on soumet les matériaux à l'action prolongée de la chaleur. On détermine par la suite, l'évolution d'une ou plusieurs de leurs propriétés en fonction du temps de vieillissement. Ce qui permet de tracer les caractéristiques P = f(t) (voir figure II.3.3) [Mec08, Ned91, BF70].



FIGURE II.3.3 – Variation de la propriété P en fonction du temps de vieillissement pour différentes températures [Bou07].

Généralement, on s'intéresse à l'indice de température qui est, par définition, le nombre égal à la température exprimée en degrés Celsius qui, correspond sur le graphique d'endurance thermique, à un temps donné normalement égal à 20000 heures [Mec08, Ned91].

Certains chercheurs font des essais très accélérés (Very Acelerated Thermal Ageing) qui se font en un temps de 500 heures au lieu de 5000 heures, soit une division par 10 [Mec08, Ned91, Fal85].



FIGURE II.3.4 – Variation du logarithme de la durée de vie des polymères en fonction de l'inverse de la température [Mec08, Ned91].

### II.3.3 Choix des températures de vieillissement

La C. E. I. 216-1 fixe un minimum de 3 températures différant chacune de la plus voisine de 20 °C et tel que le critère de dégradation soit atteint [IEC74] :

— en un temps inférieur à 100 heures pour la température la plus élevée.

— en un temps inférieur à 5000 heures pour la température la plus basse.

### II.3.4 Durée de vie

L'effet de la température sur les isolants électriques a été examiné en 1930 par MONTSINGER, qui a présenté une formule empirique décrivant la réduction de la durée de vie pour un accroissement de  $8 \ ^{\circ}C$  de la température du papier utilisé comme isolant dans les transformateurs [IEC74].

La durée de vie est le temps nécessaire pour qu'une propriété techniquement importante atteigne une valeur limite telle que le matériel puisse encore fonctionner de façon satisfaisante [SDF82].

La durée de vie t d'un matériau isolant solide en fonction de la température de vieillissement est donnée par une relation de type ARRHENIUS [DCPP83] :

$$\ln\left(t\right) = A + \frac{E}{RT} \tag{II.3.1}$$

avec :

A : Constante caractéristique du matériau.

R: Constante des gaz parfaits.

*T* : Température absolue.

*E* : Énergie d'activation du phénomène.

### II.3.5 Vitesse de dégradation

Dans un domaine expérimental restreint, on peut considérer que la vitesse de dégradation V des polymères varie avec la température de vieillissement T selon la loi d'ARRHENIUS. Cette vitesse est donnée par la relation suivante [NBBB03, Ver80c, Dak48] :

$$V = V_0 \exp\left(\frac{-E}{RT}\right) \tag{II.3.2}$$

avec :

*E* : Énergie d'activation du phénomène.

R: Constante des gaz parfaits.

 $V_0$ : Constante.

*T* : Température absolue.

La vitesse de dégradation est aussi donnée par une relation similaire à l'expression (II.3.1) :

$$\ln V = \frac{-A}{T} + B \tag{II.3.3}$$

avec :

A, B : Constantes caractéristiques du polymères.

*T* : Température absolue.

La dégradation est d'autant plus rapide que la température est élevée.

### **Chapitre III**

### Modèle statistique de WEIBULL

### **III.1** Introduction

La rupture diélectrique des isolants est un phénomène aléatoire. De ce fait une étude physique de ce phénomène nécessite un traitement statistique des données relevées aux essais. De par son concept de base et du fait de son caractère général car rassemblant un certain nombre de lois statistiques, le modèle de WEIBULL s'est avéré le modèle le mieux adapté à l'étude du claquage d'isolants solides [Ado89].

### III.2 Base et origine du modèle

Le nom Wallodi WEIBULL (1887-1979) est attaché au domaine de la statistique traitant des durées de vie des matériaux et donc de l'étude statistique de leur panne. WEIBULL s'intéressa aux problèmes de résistance des matériaux et de leur rupture [Saa12].

A l'origine, le modèle statistique de WEIBULL a été établi en mécanique [Wei51]. Il exprimait la probabilité de rupture d'une chaîne en fonction de la probabilité de rupture d'un maillon [Wil87]. La rupture d'une chaîne se produit au niveau de son maillon le plus faible quelles que soient les qualités des autres maillons [Wil87, Baz96]. Ainsi la probabilité de rupture  $P_n$  d'une chaîne de n maillons, s'exprime en fonction de la probabilité P de rupture d'un seul de ses maillons de la façon suivante [Wil87] :

$$P_n = P^n \tag{III.2.1}$$

Le modèle statistique de WEIBULL ou la loi de chaîne s'écrit [Wil87] :

$$P(X) = 1 - \exp\left(-\left(\frac{X - X_s}{X_0}\right)^{\alpha}\right)$$
(III.2.2)

tel que :  $X > X_s$ avec :

P(X): probabilité de rupture,

X: variable aléatoire,

 $X_0$ : paramètre d'échelle,

 $X_s$ : paramètre de localisation,

 $\alpha$  : paramètre de forme.

La variable aléatoire X est généralement considérée comme étant soit le temps de claquage soit le champ électrique requis pour la rupture du diélectrique [SvH77]. P(X) indique alors, la proportion d'échantillons qui auront claqué après un temps X (la tension étant appliquée à X = 0).

### III.3 Signification des paramètres du modèle

### **III.3.1** Paramètre d'échelle X<sub>0</sub>

Il est destiné à définir une valeur centrale caractéristique de la population étudiée. Ce paramètre correspond à une densité de probabilité maximale. Il présente une dimension en temps (ou champ électrique lorsqu'il est la variable aléatoire considérée).

Pour  $X = X_0$ , on a :

$$\log \ln \left(\frac{1}{1-P}\right) = 0 \implies P = 1 - \frac{1}{e} = 63, 2\%$$

Le paramètre d'échelle  $X_0$  influence la localisation de la portion centrale de la distribution le long de l'axe des abscisses, tel qu'illustré par la figure III.3.1 suivante. Dû au fait que la surface sous la courbe est égale à l'unité, lorsque  $X_0$  croît pour une valeur constante du paramètre de forme  $\alpha$ , la distribution de WEIBULL est étirée vers la droite et voit sa hauteur diminuer. Par contre, quand  $X_0$  décroît, la courbe est poussée vers la gauche avec une augmentation de sa valeur maximale.



FIGURE III.3.1 – Profil de la distribution de WEIBULL à deux paramètres pour différentes valeurs de  $X_0$ 

### III.3.2 Paramètre de forme $\alpha$

C'est un paramètre 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 [Cha92]. D'après OUDIN et *al.* [ORT68] :

- Si  $\alpha < 0$ , on a une « mortalité infantile » des échantillons. Ainsi, les éléments défectueux échouent et tombent en panne tôt et le taux d'échec ou bien la probabilité de claquage diminue avec le temps, cette mortalité est aussi appelée « défauts de jeunesse » [KBOL94].
- Si  $\alpha = 1$ , la loi de WEIBULL correspond à la loi de POISSON et la probabilité de claquage et indépendante du temps d'application de la tension.
- Si  $\alpha > 0$ , la probabilité de claquage augmente avec le temps. Ce qui correspond à un vieillissement normal, c'est-à-dire à une fatigue initialement nulle et qui s'accentue avec le temps [ORT68, KBOL94].

On remarque à partir de la figure III.3.2, que le paramètre de forme  $\alpha$  influence de manière considérable l'allure de la distribution de WEIBULL.



FIGURE III.3.2 – Profil de la distribution de WEIBULL à deux paramètres pour différentes valeurs de  $\alpha$ 

### **III.3.3** Paramètre de localisation X<sub>s</sub>

La variable  $X_s$  apparait 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-àdire  $P(X < X_s) = 0$ . La valeur de seuil est forcément inférieure à la plus faible valeur trouvée expérimentalement. Il est de même dimension que  $X_0$ .

*Remarque* 1. Si l'on compare les paramètres du modèle de WEIBULL à ceux de la loi normale, on trouvera que  $\ln(X_0)$  et  $\frac{1}{\alpha}$  correspondent respectivement à la valeur moyenne et à l'écart type [SvH77].

### **III.4 Modèle de WEIBULL à deux paramètres**

Dans le cas où  $X_s = 0$ , le modèle de WEIBULL est dit à 2 paramètres. Le formalisme de WEIBULL s'écrit [Wei51] :

$$P(X) = 1 - \exp\left(-\left(\frac{X}{X_0}\right)^{\alpha}\right)$$
(III.4.1)

avec : X > 0

La relation (III.4.1) s'exprime aussi sous la forme linéaire suivante :

$$\log \ln \left(\frac{1}{1 - P(X)}\right) = \alpha \log X - \alpha \log X_0$$
 (III.4.2)

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

### **III.5** Modèle de WEIBULL à trois paramètres

Lorsque  $X_s \neq 0$ , introduire un paramètre de localisation consiste tout simplement à translater les courbes de probabilité cumulée selon l'axe des abscisses. Le modèle de WEIBULL, dit à trois paramètres, devient [CEI89] :

$$P(X) = 1 - \exp\left(-\left(\frac{X - X_s}{X_0 - X_s}\right)^{\alpha}\right)$$
(III.5.1)

avec :  $X > X_s$ 

L'expression (III.5.1) peut s'écrire aussi comme suit :

$$\log \ln \left(\frac{1}{1 - P(X)}\right) = \alpha \log \left(X - X_s\right) - \alpha \log \left(X_0 - X_s\right)$$
(III.5.2)

De la même manière que pour le cas à deux paramètres, si, cette fois, on porte en abscisses  $\log (X - X_s)$  et  $\log \ln \left(\frac{1}{1 - P(X)}\right)$ en ordonnées, le graphique ainsi obtenu doit être une droite de pente  $\alpha$ .

### **III.6** Avantages de la loi de WEIBULL

Après une étude comparative de la loi de WEIBULL et la loi Log-normal, OUDIN et *al*. ont montré que [ORT68] :

- Pour des probabilités faibles, l'hypothèse de la loi de WEIBULL correspond à des probabilités plus fortes. Par conséquent, il est 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.
- Il a une forme simple. C'est la raison pour laquelle il est utilisé par de nombreux auteurs ou d'ingénieurs [Fra04].
- Il permet de décrire la rupture et la distribution statistique des résistances à la rupture d'un grand nombre de matériaux dans des conditions de sollicitation simple [Fra04].

# III.7 Application à l'étude de la tenue diélectrique 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 deux 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 de système isolant sur toute son épaisseur.

Une base de la théorie statistique de rupture diélectrique a été présentée par DISSADO [Dis90]. Le modèle statistique de WEIBULL est très utilisé pour l'évaluation de la fiabilité des câbles électriques et de l'étude de la rupture diélectrique des isolants solides [SvH77].

Cette étude peut concerner aussi bien le court ou le long terme.

### III.7.1 Tenue diélectrique à long terme

La probabilité de claquage sous champ constant s'écrit :

$$P(G,t) = 1 - \exp(-Ct^a G^b)$$
 (III.7.1)

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 champs.

On définit le coefficient d'endurance électrique comme étant pose :  $n = \frac{b}{a}$ .

### **III.7.2** Tenue diélectrique à court terme

Dans le cas de vieillissement à court terme, le matériau est soumis à une rampe de champ électrique de vitesse de montée constante suivante :

$$V = \frac{G}{t} \text{ kV/s}$$
(III.7.2)

d'où, on obtient :

$$G = V \cdot t$$

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 (III.7.1), on obtient l'expression de la probabilité de claquage suivante :

$$P(G,t) = 1 - \exp\left(-C \cdot \frac{G^{a+b}}{V^a}\right)$$
(III.7.3)

### III.8 Détermination des paramètres du modèle

La robustesse d'un isolant peut être déterminée par des tests de durée de vie dans lesquels il est soumis à une tension constante jusqu'à la rupture. Un autre type de tests consiste à soumettre le diélectrique à une rampe de tension ou à une tension variant par paliers. Dans le premier cas, la variable aléatoire à considérer est le temps, alors que dans le second, la variable est une fonction complexe faisant intervenir le temps et la tension (ou le champ).

Répéter les essais plusieurs fois sur des échantillons identiques, mène généralement à des valeurs différentes de temps (ou tension). Ces dernières peuvent être représentées par la distribution de WEIBULL.

Ces résultats expérimentaux sont utilisés pour estimer les paramètres de la loi de WEIBULL. Cela est analogue à utiliser les temps (ou tensions) de claquage, à calculer la valeur moyenne,  $\mu$ , et l'écart type,  $\sigma$ , si la loi normale a été considérée pour les représenter.

Si les formules de calcul de  $\mu$  et  $\sigma$  de la distribution normale, sont simples et connues, ce n'est malheureusement pas le cas pour l'estimation des paramètres du modèle de WEIBULL. Différentes méthodes sont utilisées pour la détermination de ces derniers. Parmi celles-ci, on cite la méthode graphique, la méthode des moindres carrés, la méthode des moments et la technique du maximum de vraisemblance qui se trouvent être les plus utilisées par la communauté scientifique.

### III.8.1 Méthode graphique

Cette méthode implique l'utilisation d'un diagramme de WEIBULL. Les échelles de l'axe des temps (ou les tensions) de claquage et celui des probabilités cumulées, sont choisies de sorte à ce que les résultats des essais soient approximés par une droite. Dans le cas contraire, c'est-à-dire si les résultats expérimentaux ne suivent pas une droite, on conclue alors, qu'ils ne peuvent pas être représentés par une distribution de WEIBULL à deux paramètres. En d'autres termes,  $X_s \neq 0$ .

Pour utiliser le diagramme de WEIBULL, les temps (ou les tensions) de claquage sont ordonnés par ordre croissant. La probabilité cumulée associée au  $i^{eme}$  petit temps, est donnée par :

1. Lorsque le nombre d'échantillons N est suffisamment grand :

$$P(X_i) = \frac{i}{N+1} \tag{III.8.1}$$

2. Lorsque le nombre d'échantillons N est faible (de l'ordre de la dizaine ou moins) :

$$P(X_i) = \frac{0,69}{N} + (i-1) \cdot \left(\frac{1,38}{N(N-1)}\right)$$
(III.8.2)

En calculant ainsi la probabilité cumulée, le premier claquage aura la plus faible probabilité, alors que le dernier aura la plus grande probabilité sans qu'elle n'atteigne 1.

Les résultats sont maintenant représentés sur le diagramme. Une droite d'interpolation est tracée soit visuellement soit en utilisant la méthode des moindres carrés.

L'estimé du paramètre d'échelle  $X_0$ , est le temps (ou la tension) correspondant à P(X) = 63, 2%. Le paramètre de forme  $\alpha$  est déterminé simplement par le tracé d'une droite parallèle à la droite d'interpolation passant par l'origine. La valeur de  $\alpha$  correspond à l'intersection de la droite ainsi représentée avec l'axe de l'estimateur du paramètre de forme.

Une autre méthode de détermination de ce paramètre, dans le cas où  $X_s = 0$ , est de considérer deux points de la droite d'interpolation :

$$\tilde{\alpha} = \frac{\ln\left(\ln\left(X_{1}\right)\right) - \ln\left(\ln\left(X_{2}\right)\right)}{\ln\left(\frac{t_{1}}{t_{2}}\right)}$$
(III.8.3)

avec :  $X_1 = \frac{1}{1 - P(t_1)}$  et  $X_2 = \frac{1}{1 - P(t_2)}$  .

La méthode graphique est réputée pour être d'application simple et permet de vérifier rapidement si la distribution de WEIBULL peut représenter les résultats. Cependant, l'impossibilité de déduire des intervalles de confiance pour les paramètres du modèle, constitue un inconvénient majeur. Cela influe négativement sur l'analyse des résultats. Ajouter à cela, elle ne peut pas être appliquée dans le cas de données censurées<sup>1</sup>.

### III.8.2 Méthode des moindres carrés

La méthode des moindres carrés est l'une des méthodes les plus utilisées dans les problèmes d'ingénieries ainsi que dans les problèmes d'algèbre dits surdéterminés. Elle est basée sur une relation linéaire entre les données.

Ainsi, en prenant deux fois le logarithme de l'expression (III.4.1), on obtient [GI13] :

$$\ln(-\ln(1 - P(X_i))) = \alpha \ln(X_i) - \alpha \ln(X_0)$$
 (III.8.4)

<sup>1.</sup> On appelle censure, un essai sur un nombre d'échantillons n, arrêté avant que l'ensemble des échantillons aient claqué.

On dénombre deux types de censures :

<sup>—</sup> Censure de type I : Elle consiste à arrêter les essais à un temps prédéterminé  $t_s$ , sans que tous les échantillons aient claqué.

<sup>—</sup> Censure de type II : Elle consiste à arrêter les essais au claquage du  $r^{eme}$  échantillon, sans tenir compte du temps. Avec r inférieur à n.

En posant :

$$y_i = \ln\left(-\ln\left(1 - P\left(X_i\right)\right)\right)$$

et :

 $x_i = \ln\left(X_i\right)$ 

on peut alors, écrire l'équation (III.8.4) sous une forme linéaire entre  $y_i$  et  $x_i$ . Cette dernière s'exprime comme suit :

$$y_i = \alpha x_i - \alpha \ln \left( X_0 \right) \tag{III.8.5}$$

La détermination de  $\alpha$  et  $X_0$  peut se faire en appliquant la méthode des moindres carrés soit sur les  $y_i$  ou les  $x_i$ . Deux méthodes des moindres carrés en découlent. Elles sont explicitées ci-après[GI13].

#### III.8.2.1 Méthode des moindres carrés sur Y

Soit *e* l'écart quadratique :

$$e = \sum_{i=1}^{r} \varepsilon_i^2 = \sum_{i=1}^{r} (y_i - y)^2$$
(III.8.6)

L'expression (III.8.6) peut s'écrire sous la forme suivante :

$$e = \sum_{i=1}^{r} (y_i - (\alpha x_i - \alpha \ln (X_0)))^2$$
(III.8.7)

On peut montrer que les valeurs estimés des paramètres  $\alpha$  et  $X_0$  s'écrivent comme suit :

$$\tilde{\alpha} = \frac{\sum_{i=1}^{r} (x_i - \overline{x}) \cdot (y_i - \overline{y})}{\sum_{i=1}^{r} (x_i - \overline{x})^2}$$
(III.8.8)

$$X_0 = \exp\left(-\left(\frac{\overline{y}}{\tilde{\alpha}} - \overline{x}\right)\right)$$
(III.8.9)

avec :

$$\overline{x} = \frac{1}{r} \sum_{i=1}^{r} x_i$$
$$\overline{y} = \frac{1}{r} \sum_{i=1}^{r} y_i$$

#### III.8.2.2 Méthode des moindres carrés sur X

Dans ce cas, l'écart quadratique e s'exprime comme suit :

$$e = \sum_{i=1}^{r} \left( x_i - \left( \frac{1}{\alpha} x_i + \ln(X_0) \right) \right)^2$$
(III.8.10)

On obtient alors, les estimés suivants :

$$\tilde{\alpha} = \frac{\sum_{i=1}^{r} (y_i - \overline{y})^2}{\sum_{i=1}^{r} (x_i - \overline{x}) \cdot (y_i - \overline{y})}$$
(III.8.11)

$$X_0 = -\frac{(\overline{x} - \overline{y})}{\tilde{\alpha}}$$
(III.8.12)

La méthode des moindres carrés présente l'avantage d'être applicable même dans le cas de données censurées.

### III.8.3 Méthode du maximum de vraisemblance

La méthode du maximum de vraisemblance est une technique largement utilisée pour l'estimation des paramètres de modèles empiriques notamment des paramètres du modèle de WEIBULL [SvH77]. Elle est basée sur la la fonction dite de vraisemblance générée pour cette distribution [SvH77, GI13].

Étant donnée la fonction de densité de probabilité associée à la distribution de WEIBULL, donnée par l'équation (III.8.13) ci-dessous :

$$f(X_i, X_0, \alpha) = \frac{\alpha}{X_0} \left(\frac{X_i}{X_0}\right)^{\alpha - 1} \exp\left(-\left(\frac{X_i}{X_0}\right)^{\alpha}\right)$$
(III.8.13)

En considérant la fonction de probabilité cumulée (III.4.1), la fonction de survie est donnée par :

$$S(X_i, X_0, \alpha) = 1 - \left\{ 1 - \exp\left(-\left(\frac{X}{X_0}\right)^{\alpha}\right) \right\}$$
(III.8.14)

La fonction de vraisemblance s'exprime alors, comme suit :

$$L(X_i, X_0, \alpha) = \prod_{i=1}^r f(X_i) \prod_{i=r+1}^n \overline{F(X_i)}$$
(III.8.15)

En d'autres termes, l'équation (III.8.15) peut être réécrite sous la manière suivante :

$$L(X_i, X_0, \alpha) = \prod_{i=1}^{r} \left[ \frac{\alpha}{X_0} \left( \frac{X_i}{X_0} \right)^{\alpha - 1} \exp\left( - \left( \frac{X_i}{X_0} \right)^{\alpha} \right) \right] \cdot \left[ 1 - \left\{ 1 - \exp\left( - \left( \frac{X}{X_0} \right)^{\alpha} \right) \right\} \right]$$
(III.8.16)

La détermination des coefficients d'intérêt  $\alpha$  et  $X_0$ , se fait en maximisant la fonction de vraisemblance (III.8.15). En calculant la première dérivée de l'expression (III.8.16) respectivement par rapport à  $\alpha$  et  $X_0$ , et en l'égalant à zéro, on détermine les paramètres optimaux en exploitant l'algorithme de NEWTON - RAPHSON comme explicité ci-après [SvH77].

### Algorithme III.1 Détermination des paramètres du modèle

Données : n et rLes temps de claquage Estimé initial  $\alpha_0$ 

Tant que Écart  $\geq \varepsilon$ 

Pour 
$$k = 1 : 3$$

$$A(k) = \sum_{i=1}^{r} X_{i}^{\alpha_{j}} \left[ \ln(X_{i}) \right]^{k-1} + (n-r) X_{f}^{\alpha_{j}} \left[ \ln(X_{f}) \right]^{k-1}$$

Fin

$$C = \frac{1}{r} \sum_{i=1}^{r} \ln (X_i)$$
  
$$f(\alpha_j) = \frac{A(2)}{A(1)} - \frac{1}{\alpha_j} - C$$
  
$$f'(\alpha_j) = \frac{A(3)}{A(1)} - \left(\frac{A(2)}{A(1)}\right)^2 + \frac{1}{\alpha_j^2}$$
  
$$\alpha_{j+1} = \alpha_j - \frac{f(\alpha_j)}{f'(\alpha_j)}$$
  
$$\text{Écart} = \|\alpha_{j+1} - \alpha_j\|$$

Fin

$$X_0 = \left(\frac{A\left(1\right)}{r}\right)^{\frac{1}{\alpha}}$$

### **Chapitre IV**

### Essais expérimentaux

### **IV.1** Introduction

Dans ce chapitre, nous présentons les différents essais expérimentaux réalisés en vue de l'étude de l'effet du vieillissement thermique sur la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle utilisé comme isolant dans les condensateurs et enrobages de composants. La première partie a consisté, d'abord, à soumettre une population d'échantillons de polyméthacrylate de méthyle aux essais de vieillissement thermique qui ont été réalisés au Laboratoire de Génie Électrique de l'Université Mouloud MAMMERI de Tizi-Ouzou. Quant à la deuxième partie, portant sur les essais de claquage, elle a été effectuée au laboratoire de physique de l'Entreprise Electro-Industrie sise à Azazga.

### **IV.2** Préparation des éprouvettes

Les éprouvettes du polyméthacrylate de méthyle (PMMA), utilisées pour les essais ont été découpées en carrés de 7 cm  $\times$ 7 cm. La figure IV.2.1 montre une éprouvette du PMMA avant vieillissement thermique.



FIGURE IV.2.1 – Éprouvette de PMMA avant vieillissement

### **IV.3** Dispositifs expérimentaux

### **IV.3.1** Mesure de la tension de claquage

Pour la mesure de la tension de claquage des éprouvettes, nous avons utilisé un appareil qui effectue automatiquement les fonctions de base nécessaires pour la mesure de la tension de claquage d'un échantillon (voir figure IV.3.1). Les caractéristiques techniques de celui-ci sont fournies en annexe.



FIGURE IV.3.1 – Appareil utilisé pour les essais de claquage

### IV.3.2 Système d'électrodes

Nous avons utilisé un bac à essai en verre 0, 4 1itre pour isolants solides ayant un diamètre de contact plan avec l'isolant de 6 mm (figure IV.3.2).



FIGURE IV.3.2 – Système d'électrodes

### IV.3.3 Appareil de mesure de l'épaisseur

Pour mesurer l'épaisseur des échantillons, nous avons utilisé un comparateur mécanique à cadran avec course normale, présenté à la figure IV.3.3. Il présente une précision de l'ordre de  $10^{-2}$  mm.



FIGURE IV.3.3 – Comparateur mécanique

### **IV.3.4** Vieillissement thermique

Après avoir découpé et nettoyé les échantillons, ces derniers ont été soumis à un vieillissement thermique dans des étuves à air ventilé (figure IV.3.4), réglées aux températures : 80 °C, 90 °C, 100 °C.

- 1. Aux températures 80 °C et 90 °C, des prélèvements d'échantillons ont été effectués à intervalles de temps de 1000 heures de vieillissement.
- 2. A la température 100 °C, les prélèvements d'échantillons ont été effectués à intervalles de temps de 500 heures de vieillissement.



(a)



FIGURE IV.3.4 – Étuves à air ventilé

### IV.4 Déroulement des essais expérimentaux

### **IV.4.1** Conditionnement des échantillons

Conformément aux recommandations de la norme NF EN 60317-0-1, avant les essais de claquage, les éprouvettes ont été nettoyées puis conditionnées pendant au moins 24 heures dans un dessiccateur (figure IV.4.1) contenant du gel de silicone régénéré afin d'éliminer toute présence d'humidité.





(a)

(b)

FIGURE IV.4.1 – Dessiccateur

### IV.4.2 Essais de rigidité diélectrique

Les essais consistent à placer l'éprouvette de PMMA entre deux électrodes et à lui appliquer une rampe de tension de 1 kV/mm, jusqu'au claquage.

L'ensemble (échantillon - système d'électrodes) a été immergé dans une huile minérale isolante (BORAK 22) afin d'éviter les contournements. Comme il a été dit plus haut, la rupture est un phénomène aléatoire. Il s'avère alors, indispensable de soumettre une population importante d'échantillons au claquage pour chaque temps de vieillissement. Dans notre cas, ce lot est constitué de 25 échantillons.

Après conditionnement, l'éprouvette est retirée du dessiccateur pour être insérée entre les deux électrodes (figure IV.3.2). L'écrou est serré sur la tige mobile qui exerce une pression sur l'éprouvette assurant ainsi, un contact parfait électrodes-isolant. Ensuite, la porte du générateur est fermée. Puis, on appuie sur le « bouton go », après avoir fixé la vitesse de montée de la rampe.

Des phénomènes acoustiques et lumineux ont été constatés avec l'augmentation de la tension appliquée. Au départ, nous avons observé des décharges superficielles qui éclairent le milieu, puis des crépitements suivis de bruits d'abeilles et enfin un bruit sourd caractérisant le claquage. La valeur de la tension de claquage est affichée et mémorisée pendant 5 secondes.

### CHAPITRE IV. ESSAIS EXPÉRIMENTAUX

Après rupture, nous retirons l'échantillon de la cellule et nous repérons le point noir, dû à la carbonisation du matériau caractérisant le lieu du claquage. S'il n'y a pas de trace de claquage sur l'échantillon, c'est qu'il y a eu contournement. Dans ce cas, il est nécessaire de remuer l'huile pour dissiper les particules de carbonisation entreposées aux alentours des électrodes.

Si plusieurs contournements successifs ont eu lieu, c'est qu'il y a suffisamment de particules de carbone accumulées dans l'huile formant un canal conducteur favorisant le contournement. Dans un tel cas et pour remédier au problème, nous procédons au changement de l'huile isolante.

La mesure de l'épaisseur est effectuée en trois points aux alentours du canal de perforation avec le comparateur présenté à la figure IV.3.3. L'épaisseur retenue a été calculée comme la moyenne arithmétique des trois mesures.

Cette opération a été faite pour toutes les éprouvettes testées à différents temps de vieillissement. Les valeurs de la rigidité diélectrique ont été analysées statistiquement en utilisant le modèle de WEIBULL à deux paramètres.





FIGURE IV.4.2 – Éprouvettes perforées.

### **IV.5** Résultats et discussion

### IV.5.1 Calcul de la rigidité diélectrique

La rigidité diélectrique est donnée par la formule suivante :

$$E = \frac{U}{d} \tag{IV.5.1}$$

avec :

U: tension de claquage donnée (kV)

$$d$$
: épaisseur de l'échantillon $(mm)$ 

### **IV.5.2** Analyse statistique

Le calcul des coordonnées des points expérimentaux dans une représentation de WEIBULL, conduit aux expressions suivantes :

$$X = \log E \tag{IV.5.2}$$

$$Y = \log \ln \left(\frac{1}{1-P}\right) \tag{IV.5.3}$$

avec :

*E* : Rigidité diélectrique donnée (kV/mm).

*P* : Probabilité de rupture.

### IV.5.3 Calcul des probabilités de rupture

La probabilité de rupture a été calculée en utilisant la relation suivante [Cha92] :

$$P(i,N) = \frac{i}{N+1}$$
(IV.5.4)

avec :

- *i* : rang de la valeur de la rigidité diélectrique après classement par ordre croissant des tensions de claquage.
- N : nombre d'échantillons. Dans notre cas, nous avons considéré un lot de 25 échantillons.

Les diagrammes de WEIBULL à 2 paramètres donnant  $\log \ln(1/(1-P))$  en fonction de log E, ont été tracés pour les différents temps et températures de vieillissement.

### **IV.5.4** Avant vieillissement

La figure IV.5.1 donne le diagramme de WEIBULL à deux paramètres de la rigidité diélectrique du polymère avant vieillissement.



FIGURE IV.5.1 – Diagramme de WEIBULL à deux paramètres pour le lot avant vieillissement

### IV.5.5 Vieillissement à 80 °C

Les figures IV.5.2 - IV.5.11 représentent les diagrammes de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle vieilli à la température de 80°C.



FIGURE IV.5.2 – Diagramme de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle après 1000 h de vieillissement à 80°C.



FIGURE IV.5.3 – Diagramme de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle après 2000 h de vieillissement à 80°C.



FIGURE IV.5.4 – Diagramme de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle après 3000 h de vieillissement à 80°C.



FIGURE IV.5.5 – Diagramme de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle après 4000 h de vieillissement à 80°C.



FIGURE IV.5.6 – Diagramme de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle après 5000 h de vieillissement à 80°C.



FIGURE IV.5.7 – Diagramme de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle après 6000 h de vieillissement à 80°C.



FIGURE IV.5.8 – Diagramme de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle après 7000 h de vieillissement à 80°C.



FIGURE IV.5.9 – Diagramme de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle après 8000 h de vieillissement à 80°C.



FIGURE IV.5.10 – Diagramme de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle après 9000 h de vieillissement à 80°C.



FIGURE IV.5.11 – Diagramme de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle après 10000 h de vieillissement à 80°C.

### IV.5.6 Vieillissement à 90 °C

Les figures IV.5.12 - IV.5.21 représentent les diagrammes de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle vieilli à la température de 90 °C.



FIGURE IV.5.12 – Diagramme de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle après 1000 h de vieillissement à 90°C.



FIGURE IV.5.13 – Diagramme de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle après 2000 h de vieillissement à 90°C.



FIGURE IV.5.14 – Diagramme de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle après 3000 h de vieillissement à 90°C.



FIGURE IV.5.15 – Diagramme de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle après 4000 h de vieillissement à 90°C.



FIGURE IV.5.16 – Diagramme de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle après 5000 h de vieillissement à 90°C.



FIGURE IV.5.17 – Diagramme de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle après 6000 h de vieillissement à 90°C.



FIGURE IV.5.18 – Diagramme de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle après 7000 h de vieillissement à 90°C.



FIGURE IV.5.19 – Diagramme de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle après 8000 h de vieillissement à 90°C.



FIGURE IV.5.20 – Diagramme de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle après 9000 h de vieillissement à 90°C.



FIGURE IV.5.21 – Diagramme de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle après 10000 h de vieillissement à 90°C.

### IV.5.7 Vieillissement à 100 °C

Les figures IV.5.22 - IV.5.30 représentent les diagrammes de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle vieilli à la température de 100°C.



FIGURE IV.5.22 – Diagramme de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle après 500 h de vieillissement à 100°C.



FIGURE IV.5.23 – Diagramme de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle après 1000 h de vieillissement à 100°C.



FIGURE IV.5.24 – Diagramme de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle après 1500 h de vieillissement à 100°C.



FIGURE IV.5.25 – Diagramme de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle après 2000 h de vieillissement à 100°C.



FIGURE IV.5.26 – Diagramme de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle après 2500 h de vieillissement à 100°C.



FIGURE IV.5.27 – Diagramme de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle après 3000 h de vieillissement à 100°C.



FIGURE IV.5.28 – Diagramme de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle après 3500 h de vieillissement à 100°C.



FIGURE IV.5.29 – Diagramme de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle après 4000 h de vieillissement à 100°C.



FIGURE IV.5.30 – Diagramme de WEIBULL à 2 paramètres de la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle après 4500 h de vieillissement à 100°C.

# IV.5.8 Variation de la valeur nominale de la rigidité diélectrique en fonction du temps de vieillissement

La figure IV.5.31 représente l'évolution de la valeur nominale de la rigidité diélectrique en fonction du temps de vieillissement, pour les différentes températures

de vieillissement étudiées, à savoir : 80 °C, 90 °C et 100 °C .



FIGURE IV.5.31 – Variation de la rigidité diélectrique en fonction du temps de vieillissement à  $80^{\circ}$ C,  $90^{\circ}$ C et  $100^{\circ}$ C.

Après analyse des résultats, cette évolution peut être résumée comme suit :

- A la température de 80 °C, au début du vieillissement, la rigidité diélectrique (*E*) augmente de 23,53 kV/mm à 25,21 kV/mm puis diminue à 23,55 kV/mm correspondant à 3000 h. A partir de ce point, *E* augmente à 24,54 kV/mm puis diminue brusquement jusqu'à 19,72 kV/mm pour un temps de vieillissement de 5488 h. Ensuite, *E* augmente de nouveau et atteint 24,95 kV/mm pour 9258 h puis diminue à 24,14 kV/mm après 10000 h d'exposition à la température.
- A la température de 90 °C, *E* augmente de 23,53 kV/mm à 25,35 kV/mm puis décroît 25,09 kV/mm puis augmente de nouveau et atteint un maximum de 25,65 kV/mm correspondant à un temps de vieillissement de 3700 h. A partir de ce point, *E* diminue brusquement jusqu'à 20,92 kV/mm pour un temps de vieillissement de 5490 h. Ensuite, la rigidité diélectrique augmente rapidement jusqu'à 25,01 kV/mm puis diminue à 22,13 kV/mm et augmente de nouveau jusqu'à 24,14 kV/mm pour un temps de vieillissement de 10000 h.
- A la température de 100 °C, *E* augmente de 23,53 kV/mm puis diminue rapidement à 21,61 kV/mm puis augmente à 24,42 kV/mm après 2130 h de vieillissement. Au-delà de ce point, *E* diminue brusquement jusqu'à 19,25 kV/mm puis augmente de nouveau à 22,51 kV/mm puis diminue à 21,83 kV/mm correspondant à un temps de 4500 h.

## IV.5.9 Variation du facteur de forme en fonction du temps de vieillissement



FIGURE IV.5.32 – Variation du facteur en fonction du temps de vieillissement à  $80^{\circ}$ C,  $90^{\circ}$ C et  $100^{\circ}$ C.

La figure IV.5.32 présente la variation du facteur de forme  $\alpha$  des diagrammes de WEIBULL de la rigidité diélectrique du polymère en fonction du temps de vieillissement (h). Cette variation peut être résumée comme suit :

- A 80 °C, la caractéristique présente 4 pics : 6,85 kV/mm pour t = 685 h; 22,00 kV/mm pour t = 3000 h; 44,64 kV/mm pour t = 5600 h et 25,15 kV/mm pour t = 9170 h.
- A 90 °C, la courbe présente 3 pics : 22, 14 kV/mm pour t = 1860 h; 35, 5 kV/mm pour t = 5120 h et 18, 21 kV/mm pour t = 8050 h.
- A 100 °C, la caractéristique montre 2 pics : 17, 23 kV/mm pour t = 1350 h et 28, 98 kV/mm pour t = 3440 h.

### Discussion

- La caractéristique donnant l'évolution de la rigidité diélectrique en fonction du temps de vieillissement pour les différentes températures montre la présence de plusieurs pics attribués à la relaxation des dipôles à l'intérieur du polymère.
- La courbe du facteur de forme en fonction du temps de vieillissement montre aussi des pics attribués à des défauts existant dans le volume du matériau ou créés durant le vieillissement.

### IV.6 Dégradation du matériau

A des temps élevés de vieillissement, nous avons observé un changement de couleur du matériau tel que montré par la figure IV.6.1 et un dégagement de gaz.



(a) à 90 °C après 10000 h

(b) à 100 °C après 4000 h

FIGURE IV.6.1 – Echantillons vieillis

### **Conclusion générale**

Le travail présenté dans ce mémoire s'insère dans l'étude du vieillissement thermique des isolants solides. Comme cas d'étude, nous avons considéré le polyméthacrylate de méthyle connu commercialement sous le nom du Plexiglas.

En vue de mettre en évidence cette influence, nous avons réalisé le vieillissement thermique pour trois populations d'échantillons, à différentes températures : 80 °C, 90°C et 100 °C. Des prélèvements périodiques ont été effectués : toutes les cinq cents heures à 100 °C et toutes les mille heures pour 80 °C et 90 °C. Dans un second temps, des essais de claquage ont été réalisés sur tous les échantillons.

L'analyse statistique montre que les diagrammes de WEIBULL à 2 paramètres correspondant aux différents temps de vieillissement conduisent à des polynômes de premier ordre.

La courbe donnant l'évolution de la rigidité diélectrique en fonction du temps de vieillissement ainsi que celle donnant le coefficient de forme en fonction du temps de vieillissement pour les différentes températures de vieillissement, ont été déduites. Après analyse des résultats obtenus, on remarque que la caractéristique donnant l'évolution de la rigidité diélectrique en fonction du temps de vieillissement pour les différentes températures de plusieurs pics attribués à la relaxation des dipôles à l'intérieur du polymère. De plus, la courbe du facteur de forme en fonction du temps de vieillissement montre aussi des pics attribués à des défauts existant dans le volume du matériau ou créés durant le vieillissement.

Cette étude peut être poursuivie à des temps de vieillissement plus importants afin de déduire la durée de vie du polymère.

Comme perspective, ce travail peut être complété par des analyses physicochimiques : MEB, FTIR, microscope électronique afin de donner une interprétation au mécanisme de dégradation.

### Annexe

Туре	DTA 100	
Alimentation électrique	100 130 V/ 200 240 V $\sim$	
	$\pm$ 10% $$ 50/60 Hz	
Puissance absorbée	600 VA	
Tension d'essai max. (symétrique)	100 kV eff. $\sim$	
Tension de disruption max. selon IEC 156	400 kV eff./cm	
Tension de disruption min. pour matières solides	15 kV	
Vitesse de montée	0,5 5 kV/s, sélection en 10 niveaux	
Affichage	16 positions, alphanumérique	
Sélection de langage	Allemand, Anglais, Français, Espagnol.	
	Autres langues sur demande	
Plage de mesure de tension, numérique	0 - 100 kV eff.	
Précision de mesure	$\leq \pm 1  \text{kV}$	
Résolution de mesure	0,1 kV (1 chiffre)	
Coupure position « normal »		
Sensibilité de coupure	4 mA	
Limitation dynamique de courant de court-circuit	25 mA	
Coupure position « silicone »		
Sensibilité de coupure	4 mA	
Limitation dynamique de courant de court-circuit	10 ÷16 mA	
Temps de coupure max.	$\leq 4 \mathrm{ms}$	
Programmes disponibles	IEC 156/95; CEI 10-1/73; BS 148/72;	
	UNE 21309/70; IRAM2341/VDE0370/84	
Normes	SEV3141/69; UTEC 27-221/74;	
	ASTMD 877/84; ASTMD 1816/84	
	CH-1; CSSR; JISC; UNE 21308/89	
Electrodes et bac à essai		
Imprimante	Imprimante à aiguille, 24 caractères,	
	Papier ordinaire de 57 mm	
Interface	RS 232 (V24); 2400 bauds; 8 bits;	
	Pas de parité ; prise DP 25	
Température de fonctionnement	0 °C 55 °C	
Dimensions $(l \times h \times p)$	env. $450 \times 460 \times 500 \mathrm{mm}$	
Dimensions avec mallette de transport	env. $540 \times 480 \times 580 \mathrm{mm}$	
Poids	env. 44 kg	
Poids avec mallette de transport	env. 59 kg	

Tableau 1 – Caractéristiques de l'appareil utilisé pour les essais de claquage.

### Bibliographie

- [Ado89] B.J.P. Adohi. *Claquage électrique de films d'oxyde de polyphénylène réalisé par voie électrochimique*. Thèse de Doctorat, Institut National de Grenoble, Juillet 1989.
- [Aïd12] R. El Aïdani. Effet du vieillissement sur les propriétés de la membrane humidifuge en E-PTEF/NOMEX utilisée dans les vêtements de protection contre les incendies. Thèse de Doctorat, École de Technologie Supérieure, Montréal, 2012.
- [Ant03] A. Anton. *Matériaux isolants solides caractéristiques électriques*. Techniques de l'Ingénieur, D 2315, 2003.
- [Baz96] I. Bazovski. *Fiabilité, théorie et pratique de la sûreté de fonctionnement*. Dunod, 1996.
- [BF70] P. Belloc and B. Fallou. Thermal aging of polyvinyl chloride used in electrical insulation. *RGE*, 1 :243–246, Janvier 1970.
- [BNK94] A. Boubakeur, M. Nedjar, and R. Khaili. Étude des propriétés électriques du polychlorure de vinyle avant et après un vieillissement thermique. *Numéro Spécial AJOT Journal Proceeding of CEA 94*, 1, Mars 1994.
- [Bos85] J. Bost. *Matières plastiques*. Lavoisier, Paris, 1985.
- [Bou07] L. Boukezzi. Influence du mode du vieillissement thermique sur les propriétés du polyéthylène réticulé chimiquement utilisé dans l'isolation des câbles de haute tension. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Polytechnique, Alger, 2007.
- [Car00] M. Carrega. *Matériaux polymères*. Editions Dunod, Paris, 2000.
- [CC07] M. Carrega and Collectif Dunod. *Matériaux polymères*. Dunod, 2 ème édition, 2007.
- [CEI89] CEI. Comité d'étude no 63. Système d'isolation : évaluation de l'endurance électrique des systèmes d'isolation électrique, procédure d'évaluation basée sur les distributions de valeurs extrêmes. Septembre 1989.
- [Cha92] C. Chauvet. Mise au point d'une méthodologie pour les essais de rupture à court terme en vue de la caractérisation des isolants synthétiques de câbles haute tension. Thèse de Doctorat, Université Paul Sabatier, Toulouse, 1992.
- [CSO88] J. P. Crine and H. Saint-Onge. Evaluation of ageing in transmission and distribution extruded dielectric cables. *R.G.E*, 3, Mars 1988.
- [Dak48] T.W. Dakin. Electrical insulation deterioration treated as a chemical rate phenomenon. *AIEE Transactions*, 67 :113–122, 1948.

- [DCPP83] L. Deschamp, C. Caillot, M. Pars, and J. Perret. L'utilisation des matériaux synthétiques pour l'isolation des câbles HT et THT. *RGE, Tome 83*, 5 :343–360, Mai 1983.
- [Dis90] L.A. Dissado. Theoritical basis of the dielectric breakdown. J. Phys. D. Appl. Phys., Vol. 23 :1582–1591, 1990.
- [Fal85] B. Fallou. Comportement spécifique des matériaux isolants soumis à diverses contraintes (chaleur, champ électrique, radiation). *R.G.E*, 10 :756– 767, Octobre 1985.
- [Fou90] R. Fournié. Les isolants en électrotechnique, Essais, Mécanismes de dégradation, Applications industrielles. Editions Eyrolles, Paris, 1990.
- [Fra04] D. François. *Endommagements et rupture de matériaux*. EDP Sciences, Paris, 2004.
- [GI13] C.B. Guure and N.A. Ibrahim. Methods for estimating the 2-parameter Weibull distribution with type-I censored data. *Res. J. Appl. Sci. Eng. Technol.*, 5(3) :689–694, 2013.
- [IEC74] IEC-216-1. Méthodes générales pour la détermination des propriétés d'endurance thermique, des indices de températures et des profils d'endurance thermique. 1974.
- [IEC90] IEC-216. Guide for the determination of thermal endurance properties of electrical insulating. *Part 1*, 1990.
- [KBOL94] N. Khaleche, A. Boubakeur, A. Oubdeslam, and C. Laurent. Application de la loi de Weibull au phénomène de vieillissement et d'évaluation de la durée de vie du polychlorure de vinyle. In 2 ème CEA, Algérie, Novembre 1994.
- [Laf02] S. Lafaye. *Propriétés mécaniques de friction et de déformation des surfaces de polymères solides*. Thèse de doctorat, Université Louis Pasteur Strasbourg 1, France, 2002.
- [LAVM90] V. Langlois, L. Audouin, J. Verdu, and M. Meyer. Vieillissement thermique du polyéthylène réticulé. In *Journées d'études sur les polymères, JEPO 18, G.F.P*, France, Septembre 1990.
- [Mao12] S. Maou. Etude des propriétés thermiques de mélanges à base de PVC et PVC-PEHD et les phénomènes de dégradation. Mémoire de Magister, Université Kasdi Merbah, Ouargla, 2012.
- [Mec08] Y. Mecheri. Influence du mode du vieillissement thermique sur les propriétés du polyéthylène réticulés chimiquement utilisé dans l'isolation des câbles moyenne tension. Thèse de Doctorat, Ecole Nationale Polytechnique, Alger, 2008.
- [MGGQ04] A. Marcilla, S. Garcia, and J. C. Garcia-Quesada. Study of the migration of pvc plasticizers. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 91 :457–463, 2004.
- [NBBB03] M. Nedjar, A. Boubakeur, A. Béroual, and M. Bournane. Thermal aging of polyvinyl chloride used in electrical insulation. *Annales de Chimie, Sciences des Matériaux*, 28 :97–104, 2003.

- [Ned91] M. Nedjar. Influence du vieillissement thermique sur les propriétés du polychlorure de vinyle utilisé dans l'isolation des câbles de haute tension. Thèse de Magister, Université Mouloud Mammeri, Tizi-Ouzou, 1991.
- [ORT68] J.M. Oudin, Y. Rerolle, and H. Thevenon. Théorie statistique du claquage électrique. *RGE*, 4 :430–436, 1968.
- [Per81] C. Perrin. *Polyacryliques Poly(méthacrylate de méthyle)*. Techniques de l'Ingénieur, A 3350, 1981.
- [PS95] R. Perrin and J. P. Scharef. *Chimie industrielle*. Editions Masson, Paris, 1995.
- [Rey98] M. Reyne. *Les plastiques*. Presses Universitaires de France, Paris, 1998.
- [Saa12] Z. Aït Saadi. Vieillissement électrique du polyester-imide et du polyamide imide utilisés dans les machines électriques. Mémoire de Magister, Université de Tizi-Ouzou, 2012.
- [SDF82] G.C. Stevens, A.G. Day, and B. Fallou. *Méthodes complémentaires aux essais d'endurance thermique des matériaux isolants*. CIGRE, rapport 15-05, groupe 15, pp. 1-8, 1982.
- [SvH77] G.C. Stone and R.G. van Heeswijk. Parameter estimation for the Weibull distribution. *IEEE Trans. Electr. Insul*, EI-12, No 4 :253–261, 1977.
- [Tro82] J.P. Trotignon. *Précis Matières plastiques, Structures, Propriétés, Mise en œuvre, Normalisation*. Editions Nathan, Paris, 1982.
- [TVDP82] J.P. Trotignon, J. Verdu, A. Dobraczynski, and M. Piperaud. *Précis Matières plastiques, Structures-propriétés, Mise en œuvre, Normalisation*. Editions Nathan, Paris, 1982.
- [TVDP94] J.P. Trotignon, J. Verdu, A. Dobraczynski, and M. Piperaud. *Précis Matières plastiques*. AFNOR, 5 ème édition, 1994.
- [TVDP96] J.P. Trotignon, J. Verdu, A. Dobraczynski, and M. Piperaud. *Précis Matières plastiques, structures-propriétés, mise en œuvre, Normalisation*. Editions Nathan, Paris, 1996.
- [Ver80a] J. Verdu. *Comportement à long terme*. Techniques de l'Ingénieur, A 3150, A 91, 1980.
- [Ver80b] J. Verdu. Vieillissement chimique. Techniques de l'Ingénieur, A 3151, 1980.
- [Ver80c] J. Verdu. *Vieillissement physique des plastiques*. Techniques de l'Ingénieur, A 3150, 1980.
- [Ver84] J. Verdu. *Vieillissement des plastiques*. Editions Eyrolle, Paris, 1984.
- [Wei51] W. Weibull. A statistical distribution of wide applicability. *Journal of Applied Mechanics*, 18:293–297, 1951.
- [Wil87] W.D. Wilkens. Statistical methods for the evaluation of electrical insulating systems. *Engineering dielectrics, Electrical properties of solid insulating materials : measurement techniques,* II-B :491–529, 1987.

### Résumé

Le présent travail traite l'étude de l'effet du vieillissement thermique sur la rigidité diélectrique du polyméthacrylate de méthyle, connu sous son nom commercial le Plexiglas.

Des populations d'échantillons ont été soumises à un vieillissement thermique sous différentes températures, à savoir : 80°C, 90°C et 100°C. Des prélèvements ont été effectués toutes les mille heures pour les températures 80°C et 90°C, alors que pour la température 100°C, ceux-ci ont été réalisés toutes les cinq cents heures. Des essais de claquage électrique ont été réalisés, par la suite, sur les différents échantillons.

Une analyse statistique des résultats obtenus a été effectuée en utilisant le modèle de WEIBULL à 2 paramètres.

La courbe donnant l'évolution de la rigidité diélectrique du matériau en fonction du temps de vieillissement ainsi que celle donnant le coefficient de forme en fonction du temps de vieillissement pour les différentes températures de vieillissement, ont été déduites.

*Mots-clés* : Polyméthacrylate de méthyle ; endurance thermique ; rigidité diélectrique ; statistique de WEIBULL.

### Abstract

The present work deals with the study of the effect of the thermal ageing on the dielectric rigidity of the poly(methyl methacrylate).

To assess this effect, three sets of material samples were aged at different temperatures, namely,  $80^{\circ}$ C,  $90^{\circ}$ C and  $100^{\circ}$ C. Samples were taken periodically, each 1000 hours for those aged at  $80^{\circ}$ C and  $90^{\circ}$ C temperatures, and each 500 hours for the ones aged at  $100^{\circ}$ C. After that, electrical breakdown tests were performed.

Statistical analysis, exploiting the 2 parameters WEIBULL model, is done.

The dielectric rigidity of the PMMA versus ageing time and the evolution of the shape parameter in function of ageing time were depicted.

*Keywords* : Poly(methyl methacrylate) ; Thermal ageing ; Dielectric rigidity ; WEIBULL Statistical Analysis.