

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

UNIVERSITE MOULOUD MAMMARI DE TIZI-OUZOU



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

## Mémoire de Fin d'Etudes de MASTER ACADEMIQUE

Domaine : Sciences et Technologies

Filière : Génie Electrique

Spécialité : Réseaux électriques

*Présenté par*

**Khaled BOUALI**

**Farid BENMEDJBER**

Thème

## Etude et réalisation d'une cellule de mesure de résistivités de polymères isolants

*Mémoire soutenu publiquement le 07 /10/ 2015 devant le jury composé de :*

**M Mustapha MOUDOUD**

MCA, UMMTO, Président

**M Mohand Amokrane HANDALA**

MCA, UMMTO, Encadreur

**M Abdallah HEDIR**

Doctorant, UMMTO, Co-Encadreur

**M Mhend MEKIOUS**

MAA, UMMTO, Examineur

**Mlle Nora KIRECHE**

MAA, Université de Bouira, Examinatrice

## *Dédicaces*

*Je dédie ce mémoire à mes parents, qui m'ont encouragé à aller de l'avant et qui m'ont donné tout leur amour pour avancer dans mes études.*

*A la mémoire de ma grand-mère « Mama AZIZA », à qui je dédie ce travail.*

*A mes sœurs ; Dalila, Fatiha.*

*A mes cousins, cousines, ainsi que Calvin & Eva, Islam et Maya.*

*Une spéciale dédicace à mes grands-parents, à ma tante « CHERIFA », toute ma famille, ainsi que mes amies.*

**FARID**

## *Dédicaces*

*Je dédie ce mémoire à mes parents, qui m'ont encouragé à aller de l'avant et qui m'ont donné tout leur amour pour avancer dans mes études.*

*A la mémoire de ma grand-mère, à qui je dédie ce travail.*

*A mon frère et ma sœur ainsi que son mari.*

*A mes cousins, Karim, Makhlouf, Rachid, et Asma.*

*Une spéciale dédicace à mes grands-parents, toute ma famille, ainsi que mes amies.*

**KHALED**

## Avant-propos

Les travaux présentés dans ce mémoire ont été effectués en vue de l'obtention du diplôme de Master académique en électrotechnique, Option : Réseaux électriques.

Nous tenons à remercier notre encadreur monsieur **Mohand Amokrane HANDALA**, Maitre de Conférences à l'UMMTO, d'avoir accepté de diriger notre travail, nous le remercions également pour ses conseils, qu'il trouve ici l'expression de notre gratitude.

Nous tenons à remercier également notre Co-encadreur monsieur **Abdallah HEDIR**, Doctorant à l'UMMTO, pour sa rigueur scientifique et les conseils pertinents et avisés qu'il nous a prodigués pour la réussite de ce travail. Nous sommes profondément reconnaissant envers lui pour sa disponibilité et de nous avoir supporté (dans tout les sens du terme) pendant la durée de ce mémoire.

Nous adressons nos remerciements à monsieur **Mustapha MOUDOUD**, Maitre de conférence classe A à l'UMMTO, ainsi qu'aux membres de jury pour l'intérêt qu'ils ont porté à ce travail, en acceptant de l'examiner.

Enfin, nous adressons un grand MERCI à **Mr. BILEK**, ainsi que **Mr. BELABBAS**, ingénieur à l'ENEL, qui ont contribué à la réalisation du dispositif et pour l'ensemble des étudiants de notre promotion, qui ont su créer une ambiance agréable pendant toutes ces années d'études, nous leurs exprimons notre profonde sympathie et leur souhaitons beaucoup de bonheur et de réussite dans leurs vies personnelle et professionnelle futures.

## Table des matières

|   |           |
|---|-----------|
| Introduction générale.....  | 01        |
| <b>Chapitre I : Généralités sur les polymères isolants.....</b>           | <b>03</b> |
| I.1 Introduction.....   | 04        |
| I.2 Définition d'un polymère.....   | 04        |
| I.3 Structure d'un polymère.....  | 04        |
| I.3.1 Structure chimique.....   | 04        |
| I.3.2 Structure physique.....   | 06        |
| I.4 Polarisation électrique et phénomène de relaxation diélectrique.....  | 07        |
| I.4.1 Bases de physique pour la polarisation diélectrique.....            | 07        |
| I.4.1.1 Principe de la polarisation.....                                  | 07        |
| I.4.1.2 Les différents processus de polarisation.....                     | 09        |
| I.4.2 Relaxation dipolaire dans les polymères.....                        | 10        |
| I.4.2.1 Modèles de relaxation.....  | 11        |
| I.4.2.1.1 Relaxation de debye et de conduction.....                       | 11        |
| I.4.2.1.2 Distribution des temps de relaxation et modèles empiriques..... | 12        |
| I.4.2.1.3 Influence de la température sur la relaxation dipolaire.....    | 13        |
| I.4.2.2 Phénomènes de relaxation diélectrique dans les polymères.....     | 14        |
| I.4.2.2.1 Relaxation dans les polymères amorphes.....                     | 14        |
| I.4.2.2.2 Relaxations dans les polymères semi-cristallins.....            | 15        |
| I.5 Charge d'espace et Mécanismes de conduction dans les polymères.....   | 15        |
| I.5.1 Charge d'espace.....  | 15        |
| I.5.1.1 Origine de la charge d'espace.....                                | 15        |
| I.5.1.2 Effet de la charge d'espace sur le vieillissement électrique....  | 17        |
| I.5.2 Conduction électrique dans les polymères.....                       | 18        |
| I.5.2.1 Conduction ionique .....  | 18        |
| I.5.2.2 Conduction électronique.....                                      | 19        |
| I.5.2.3 Mécanismes contrôlés par l'interface.....                         | 19        |
| I.5.2.4 Mécanismes contrôlés par le volume.....                           | 21        |
| I.6 Les polymères isolants dans les câbles haute tension.....             | 24        |
| I.6.1 Polychlorure de Vinyle (PVC).....                                   | 24        |
| I.6.2 Les polyéthylène (PE).....  | 25        |
| I.6.2.1 Polyéthylène basse densité (PEBD).....                            | 25        |
| I.6.2.2 Polyéthylène haute densité (PEHD).....                            | 26        |
| I.6.2.3 Polyéthylène réticulé chimiquement (PRC).....                     | 26        |

|   |           |
|---|-----------|
| I.7 Conclusion.....   | 27        |
| <b>Chapitre II : Etat de l'art sur la mesure de résistivités.....</b>               | <b>28</b> |
| II.1 Introduction.....  | 29        |
| II.2 Résistances et résistivités des matériaux isolants solides et définitions..... | 29        |
| II.3 Résistances et résistivités transversales et superficielles.....               | 30        |
| II.3.1 Résistance et résistivité transversales (ou volumique).....                  | 30        |
| II.3.2 Résistance et résistivité superficielles (ou de surface).....                | 32        |
| II.4 Méthodes de mesure des résistances transversale et superficielle.....          | 32        |
| II.4 .1 Mesure du courant.....  | 32        |
| II.4.2 Electrodes pour la mesure de résistivités.....                               | 33        |
| II.5. Préparation des échantillons et instrumentation.....                          | 35        |
| II.5.1 Echantillons.....  | 35        |
| II.5.2 Instrumentation.....   | 36        |
| II.6 Influence de divers paramètres sur les résistivités.....                       | 36        |
| II.6.1 Influence de la température.....   | 36        |
| II.6.2 Influence de l'humidité.....   | 37        |
| II.6.3 Influence du champ électrique appliqué.....                                  | 37        |
| II.6.4 Influence du temps d'application de la tension.....                          | 38        |
| II.6.5 Influence de la nature des électrodes.....                                   | 38        |
| II.7 Conclusion.....  | 39        |
| <b>Chapitre III : Réalisation et validation expérimentales.....</b>                 | <b>40</b> |
| III.1 Introduction.....   | 41        |
| III.2 Dimensionnement du dispositif réalisé.....                                    | 41        |
| III.2 .1 Dimensionnement de l'électrode de garde.....                               | 41        |
| III.2.2 Dimensionnement de l'électrode de haute tension.....                        | 42        |
| III.2.3 Dimensionnement de l'électrode gardée.....                                  | 43        |
| III.2.4 Isolant entre électrodes.....   | 44        |
| III- 3 Matériaux utilisés pour le dispositif.....                                   | 44        |
| III.3.1 Etude du bronze.....  | 44        |
| III.3.2 Utilisation du bronze.....  | 44        |
| III.3.2 Caractéristique du bronze.....  | 45        |
| III.3.4 Caractéristiques électriques et mécaniques.....                             | 46        |

|  |    |
|--|----|
| III.4 Etude générale sur le PMMA.....                | 47 |
| III.4.1 Propriétés électriques.....                  | 48 |
| III.4.2 Utilisation.....                             | 49 |
| III.4.3 Avantages et inconvénients du plexiglas..... | 49 |
| III.4.3.1 Avantages.....                             | 49 |
| III.4.3.2 Inconvénients.....                         | 49 |
| III.5 Source d'essai Téra ohmmètre H12.....          | 49 |
| III.6 Protocole d'essai.....                         | 50 |
| III.7 Résultats.....                                 | 51 |
| III.7.1 Résistivité transversale $\rho_T$ .....      | 51 |
| III.7.2 Résistivité superficielle $\rho_s$ .....     | 52 |
| III.8 Discussion des résultats.....                  | 53 |
| III.9 Conclusion.....                                | 53 |
| <b>Conclusion générale</b> .....                     | 54 |
| Bibliographie.....                                   | 56 |

## Introduction générale

La science des matériaux a toujours été une préoccupation majeure dans le domaine industriel. Parmi les différents états de la matière (gaz, liquide, solide), l'état solide, a procuré très tôt aux scientifiques un large champ d'investigations, aboutissant à de fructueux résultats. Les isolants solides sont des éléments de base pour l'isolation à la haute Tension.

Depuis leur découverte au début du siècle dernier, l'utilisation des isolants solides polymériques n'a cessé d'évoluer. Ces matériaux peu onéreux et facilement recyclables [1] sont utilisés dans plusieurs domaines qui s'étendent de la microélectronique à l'industrie aéronautique et spatiale en passant par la médecine. Vu leurs excellentes propriétés isolantes, leurs grandes résistance aux attaques chimiques et leurs bonnes caractéristiques mécaniques [2] [3], le domaine du génie électrique leur accorde actuellement de plus en plus d'investigation.

L'étude des propriétés diélectriques des polymères a fait l'objet de plusieurs travaux durant ces dernières années, vu l'intérêt que représente la connaissance de l'ordre de grandeur et la variation de ces propriétés. La résistivité représente la caractéristique diélectrique qui a la plage la plus large, sa connaissance constitue un facteur très important déterminant l'utilisation de chaque matériau. Cependant, pour être utilisés comme isolants, les polymères doivent avoir une grande résistivité. Aucun isolant n'étant parfait, on est tout d'abord conduit à étudier les mécanismes de conduction dans les isolants solides qui débouchent sur les notions de résistance et de résistivités.

De nombreuses applications en électrotechnique, telles que gaines de câbles, condensateurs, enrobage de composants, supports divers, etc., font appel aux propriétés isolantes des plastiques dont la résistivité transversale est généralement supérieure à  $10^9 \Omega \cdot \text{cm}$ . Ces propriétés dépendent bien entendu de la structure chimique des macromolécules, mais aussi de différents facteurs et, en particulier, des adjuvants ou des impuretés, qui jouent un rôle déterminant pour les propriétés diélectriques d'une matière plastique. [4]

Vu l'importance des caractéristiques diélectriques des polymères notamment la résistivité, des dispositifs de mesures doivent être mis en place. Dans le présent travail, nous avons étudié et dimensionné une cellule de mesure de résistivités transversale et superficielle.

Le présent mémoire comporte trois chapitres :

- Dans le premier chapitre, nous décrivons d'abord les polymères isolants et leurs compositions physiques et chimiques, ensuite les phénomènes de polarisations et de conduction ainsi qu'à la notion de la charge d'espace.
- Nous présenterons dans le deuxième chapitre, un l'état de l'art sur la mesure de résistivité d'isolants solides. Nous allons commencer par donner quelques notions et définitions sur la mesure de résistances et de résistivités des isolants solides. Nous allons illustrer ensuite, les différents montages expérimentaux qui nous permettent d'effectuer les mesures. Nous aborderons enfin les paramètres qui influent la mesure de résistivités.
- Dans le troisième et dernier chapitre, une validation expérimentale sera faite, des résultats seront montrés et des conclusions seront tirées.
- Ce modeste mémoire se terminera par une conclusion générale qui résume les points forts de cette étude, ces imperfections, ainsi que quelques perspectives.

## Chapitre I : Généralités sur les polymères isolants

### **Résumé :**

*Ce chapitre présente un survol sur les polymères isolants. La première partie est dédiée à la présentation de la composition physique et chimique des polymères isolants. La seconde est consacrée aux phénomènes de polarisation et de conduction ainsi qu'à la notion de la charge d'espace. La troisième partie est un survol sur les polymères les plus prépondérants dans l'isolation électrique notamment celle des câbles moyenne et haute tension.*

## **I.1 Introduction**

Les polymères sont largement utilisés à cause de leurs excellentes propriétés physico-chimiques comme l'hydrophobicité de leur surface, leur solidité mécanique...de nos jours, ces polymères jouent un rôle très significatif dans le domaine de l'isolation électrique [05]. Le développement industriel de la science macromoléculaire a connu un grand essor après la seconde guerre mondiale et a connu une très forte évolution depuis les années 60. Il existe actuellement plusieurs centaines de polymères différents et leur domaine d'application s'étend de la microélectronique à la médecine en passant par l'industrie aéronautique et spatiale [06]. L'objectif principal de ce chapitre est de dresser un état de l'art sur les isolants polymériques et donner ainsi un aperçu sur les principaux polymères, leur classification, leur structure.....

## **I.2 Définition d'un polymère**

Le mot polymère vient du grec « polus » plusieurs, et « meros » partie. Un polymère est une macromolécule, organique ou inorganique, constituée de l'enchaînement répété d'un même motif, le monomère (du grec monos: un seul ou une seule, et meros : partie), reliés les uns aux autres par des liaisons covalentes. Ces motifs peuvent être arrangés suivant un enchaînement unidimensionnel constituant des chaînes linéaires (polymères linéaires) ou reliés entre eux pour former un réseau tridimensionnel (polymères réticulés) [07]. Les macromolécules sont connectées les unes aux autres par des liaisons faibles de type Van der Waal [08].

Le nombre moyen de ces unités de base (monomères) dans les molécules finales (polymères) représente le degré de polymérisation. Si ce degré est élevé, on parle de hauts polymères par contre s'il est faible, le composé est une oligomère. Ce degré de polymérisation peut atteindre plusieurs centaines de milliers. La dimension d'un monomère est de l'ordre de 0.2 à 1 nm alors que celle du polymère peut atteindre quelques milliers de nm [09].

## **I.3 Structure d'un polymère**

Les matériaux polymères sont généralement utilisés pour leurs propriétés mécaniques particulières et leur aptitude à être mis en œuvre, ces qualités sont étroitement liées à leur structure. La structure et les propriétés finales du matériau dépendent de la nature des atomes constitutifs, de l'agencement des unités monomères et de l'organisation des chaînes dans l'espace [08].

### **I.3.1 Structure chimique**

Il s'agit de la description d'une macromolécule à partir d'atomes, notamment le type d'atomes et leur disposition le long de la chaîne polymère, la nature des groupements terminaux et des

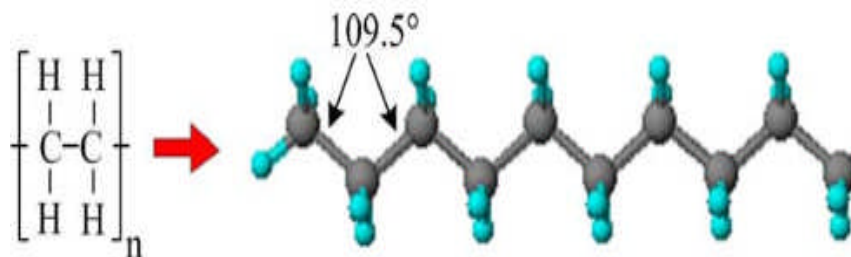


colorants, etc., en fonction des propriétés recherchées. Tous ces additifs, lors de l'élaboration du polymère, peuvent réagir avec d'autres molécules, et on retrouve dans la matrice solide des traces de ces substances, ou des produits de dégradation de celles-ci.

### I.3.2 Structure physique

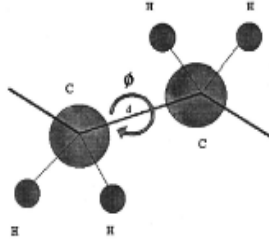
La structure physique d'un polymère définit l'architecture ou l'arrangement spatial des atomes et des groupements d'atomes dans une macromolécule, mais aussi ceux des macromolécules les unes par rapport aux autres. Ces macromolécules peuvent s'arranger en se repliant ou par rotation libre autour des axes de liaison, afin d'adopter la conformation qui demande le moins d'énergie [10]. La structure des polymères oscillent entre un état amorphe totalement désordonné et un état cristallin plutôt organisé. En général on a affaire à un mélange de deux phases, amorphe et cristalline, donnant une structure de type semi-cristallin, c'est le cas du polyéthylène, largement utilisé dans les applications industrielles pour ses bonnes propriétés diélectriques [12].

Le polyéthylène possède l'une des structures les plus simples de tous les polymères. La Figure I-2 montre la disposition spatiale des atomes dans la macromolécule de PE.



**Figure I-2 :** Représentation de la disposition spatiale d'une macromolécule du PE [10].

Un des modèle d'agencement les plus connus qui permet de décrire la structure physique des polymères est la disposition des atomes ou des groupes d'atomes les uns par rapport aux autres. Ceux-ci peuvent s'arranger en tournant autour des liaisons covalentes simples, afin d'adopter la conformation qui demande le moins d'énergie (Figure I-3).



**Figure I-3 :** Représentation schématique de l'arrangement des atomes les uns par rapport aux autres par rotation  $f$  autour de l'axe  $d$  (exemple d'un groupement  $C_2H_4$ ) [11].

## **I.4 Polarisation électrique et phénomène de relaxation diélectrique**

### **I.4.1 Bases de physique pour la polarisation diélectrique**

La polarisation électrique est souvent expliquée par la réorganisation de charges de façon à s'opposer à l'action d'un champ extérieur appliqué, cette propriété est caractéristique des matériaux diélectriques, ils se polarisent dès qu'un champ électrique leur est appliqué. Les charges présentes dans un diélectrique ne sont pas liées de façon absolument rigide les unes aux autres, de fait, sous l'effet d'un champ électrique le barycentre des charges positives et celui des charges négatives, initialement confondus, se séparent, formant ainsi un dipôle électrique [13, 14].

Les travaux de G.C.Montanari et D.K.Das-Gupta [15], ont montré que la détermination de la charge d'espace ou de la distribution de la polarisation peut être utile dans l'étude de vieillissement des polymères.

#### **I.4.1.1 Principe de la polarisation**

- **Echelle macroscopique** [16,18] :

Dans un vide contenant des charges libres, le champ électrique  $E$  et l'induction  $D$  sont liés par la relation(I.1) :

$$D = \varepsilon_0 E \quad (\text{I.1})$$

Où  $\varepsilon_0$  est la permittivité du vide.

La relation qui régit un diélectrique introduit dans un volume d'espace, tiendra compte des charges dues au phénomène de polarisation et sera donnée par :

$$D = \varepsilon_0 E + P \quad (\text{I.2})$$

Dans un milieu linéaire homogène et isotrope, la polarisation et le champ électrique sont liés par la relation(I.3) :

$$P = \varepsilon_0 \chi E \quad (\text{I.3})$$

Où  $\chi$  est la susceptibilité électrique statique.

En remplaçant l'expression (I.3) dans (I.2), on en déduit:

$$D = \varepsilon_0(1 + \chi)E \quad (\text{I.4})$$

On pose :

$$P = \varepsilon_0(\varepsilon_r - 1)E \quad (\text{I.5})$$

L'expression de l'induction D en fonction du champ électrique E devient ainsi comme suit :

$$D = \varepsilon E \quad (\text{I.6})$$

Où  $\varepsilon_r$  est la permittivité relative et  $\varepsilon$  est l'absolue.

La polarisation peut s'écrire aussi en fonction des permittivités :

$$P = \varepsilon_0(\varepsilon_r - 1)E \quad (\text{I.7})$$

- **Echelle microscopique** [17,18] :

Considérons le cas d'un polymère (diélectrique) dont les molécules ne peuvent pas être assimilées à des dipôles permanents. Si on le soumet à l'action d'un champ électrique, les centres des charges positives et négatives ne vont plus coïncider ; chaque atome ou molécule se déforme et peut être assimilé alors à un dipôle dont le moment a pour valeur :

$$\vec{p} = q\Delta\vec{l} \quad (\text{I.8})$$

Où  $\Delta\vec{l}$  est le vecteur joignant les charges q et (-q).

Dans un polymère polarisé, où se trouvent des moments dipolaires permanents, on peut penser directement à un champ local  $E_l$ , appelé aussi champ de Lorentz, ce même champ induit un moment dipolaire au niveau de chaque molécule (électrons, atomes, molécules non polaires) donné par :

$$\vec{p} = \alpha\vec{E}_l \quad (\text{I.9})$$

Où  $\alpha$  est la polarisabilité de la molécule.

La polarisation globale  $\vec{P}$  est relié au nombre de molécules  $N$  par unité de volume possédant des moments dipolaires  $\vec{p}$ , soit :

$$\vec{P} = N\vec{p} = N\alpha\vec{E}_l \quad (\text{I.10})$$

Le champ local  $\vec{E}_l$  est la somme du champ  $\vec{E}$  appliqué par la source et le champ  $\vec{E}_d$  dû à la présence de dipôles dans tout le volume de diélectrique :

$$\vec{E}_l = \vec{E} + \vec{E}_d \quad (\text{I.11})$$

Le champ  $\vec{E}_l$  est donné aussi par :

$$\vec{E}_l = \vec{E} + \frac{\vec{P}}{3\epsilon_0} \quad (\text{I.12})$$

On reprend l'expression (I.7) et on la remplace dans la relation (I.12), on trouve :

$$\vec{E}_l = \frac{(\epsilon_r + 2)\vec{E}}{3} \quad (\text{I.13})$$

On établit facilement, en tenant compte de la relation (I.10), la relation de Clausius-Mossotti :

$$\frac{(\epsilon_r - 1)}{(\epsilon_r + 2)} = \frac{N\alpha}{3\epsilon_0} \quad (\text{I.14})$$

L'équation de Clausius-Mossotti, nous permet d'établir une relation entre une propriété microscopique qui est la polarisation et une grandeur macroscopique qui est la permittivité ou la constante diélectrique.

#### I.4.1.2 Les différents processus de polarisation

- **Polarisation électronique**

Appelée aussi polarisation optique, elle se présente dans tout les matériaux diélectriques, ce type de polarisation s'établit en un temps très court et on peut l'observer dans des fréquences allant de  $10^{13}$  jusqu'à  $10^{15} \text{ Hz}$  [19]. La polarisation électronique se produit dès qu'un champ électrique est appliqué, engendrant un net déplacement du nuage électronique de chaque atome par rapport au noyau [20].

- **Polarisation ionique**

Cette polarisation, appelée aussi polarisation atomique se produit aux fréquences inférieures à  $10^{13} \text{ Hz}$  [19]. Lorsque différents atomes sont présents dans une molécule (cas des polymères), les électrons participant aux liaisons de covalence se déplacent préférentiellement vers l'atome le plus électronégatif créant ainsi, sous contrainte électrique extérieure, un moment de liaison. Si l'on superpose à un champ électrique, les atomes se déplacent les uns par rapport aux autres, donnant naissance à une polarisation ionique [21]. Les matériaux où se manifeste la polarisation atomique peuvent montrer une grande constante diélectrique (permittivité), parfois supérieure à 6000 [20].

- **Polarisation dipolaire ou d'orientation**

Etudiée par Debye, la polarisation dipolaire est spécifique aux matériaux ayant des molécules qui présentent un moment dipolaire permanent [22]. Les moments sont omniprésents même

si aucun champ électrique n'est appliqué et ne présentent pas d'orientation particulière, du fait de l'agitation thermique. Lorsque le diélectrique est soumis à champ électrique, les dipôles manifestent une tendance à s'orienter dans la direction de ce même champ, engendrant ainsi la polarisation d'orientation. Ce type de polarisation dépend fortement de la température, la polarisation totale où la polarisation dipolaire est dominante diminue avec l'augmentation de la température [23].

- **Polarisation interfaciale ou polarisation par charges d'espace (effet Maxwell-Wagner-Sillars)**

Cette polarisation se manifeste dans les matériaux constitués d'un mélange de composés. Ces matériaux constituent souvent des conglomerats où les propriétés diélectriques diffèrent. La polarisation interfaciale (charge d'espace) apparaît quand les porteurs de charges migrants sont piégés aux interfaces suite à l'application d'un champ électrique, causant ainsi une locale accumulation de charges et une distorsion macroscopique du champ [20].

Les différentes polarisations en fonction de la fréquence du champ électrique appliqué, sont représentées sur la figure I-4 :



**Figure I-4 :** Différentes étapes de polarisation en fonction de la fréquence

#### I.4.2 Relaxation dipolaire dans les polymères

La spectroscopie diélectrique est devenue une des importantes et effectives techniques pour étudier la dynamique des matières, elle permet d'analyser les structures et les comportements électriques des matériaux diélectriques, d'observer la relaxation de dipôles, de molécules, et le déplacement des charges dans les matériaux ainsi que de fournir des informations sur la

structure du matériau. Les processus de relaxation sont complexes et la compréhension de l'origine physique des mécanismes de relaxation est indispensable [24]. La relaxation rétablit l'état original d'un système après une perturbation temporelle. Les exemples sont la relaxation d'un solide sur difformité mécanique, ou la randomisation d'un ensemble de dipôles électriques ou aimantés après avoir enlevé le champ appliqué [25]. La relaxation diélectrique détectée dans les matériaux diélectriques dépend de la localisation et de l'orientation de moments du dipôle dans les molécules ou dans les unités moléculaires [24].

### I.4.2.1 Modèles de relaxation

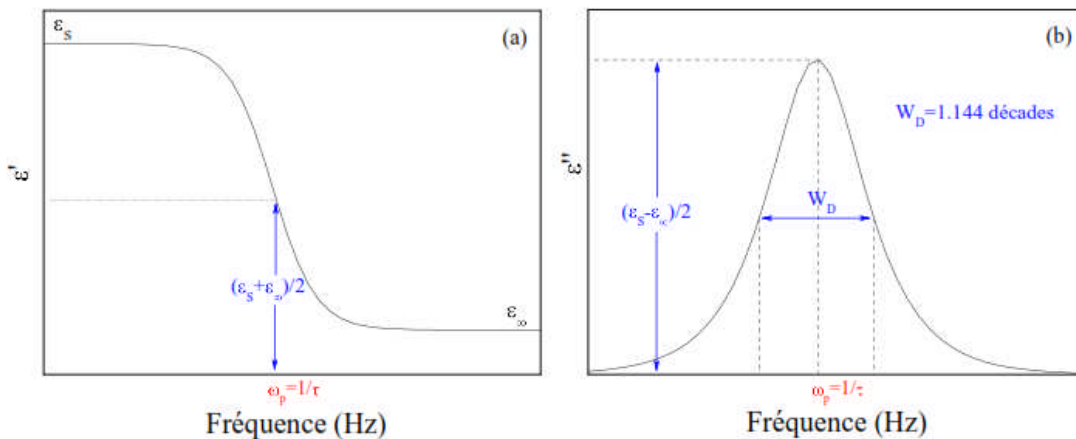
#### I.4.2.1.1 Relaxation de Debye et de conduction

La relaxation dipolaire, établie par Debye, est le type de relaxation le plus simple, elle se manifeste dans les structures visqueuses sans force d'interaction entre les dipôles. Le modèle de Debye de la permittivité diélectrique complexe en fonction de la fréquence angulaire  $\omega$  est défini par la relation suivante [26] :

$$\varepsilon(\omega) = \varepsilon'(\omega) - i\varepsilon''(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + i\omega\tau} \quad (I.15)$$

$$\text{Avec : } \begin{cases} \varepsilon'(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + \omega^2\tau^2} \\ \varepsilon''(\omega) = (\varepsilon_s - \varepsilon_\infty) \frac{\omega\tau}{1 + \omega^2\tau^2} \end{cases} \quad (I.16)$$

Où  $\varepsilon_s$  et  $\varepsilon_\infty$  sont respectivement les permittivités statique et à fréquence infinie et  $\tau$  est le temps de relaxation unique de Debye. La Figure I.5, représente l'évolution des parties réelle et imaginaire de la permittivité diélectrique complexe en fonction de la fréquence suivant la relation (I.15) du modèle de Debye.



**Figure I-5 :** Evolution des parties réelles (a) et imaginaires (b) de la permittivité diélectrique complexe en fonction de la fréquence suivant le modèle de Debye [27].

La permittivité réelle  $\varepsilon'(\omega)$  et imaginaire  $\varepsilon''(\omega)$ , donc le facteur de pertes diélectriques sont reliés par la transformé d'Hilbert souvent connu sous le nom de relations de Kramers-Kronig [28]. De plus, si l'on tient compte de la contribution de la conductivité  $\sigma_{DC}$  u milieu, qui intervient sur les pertes diélectriques aux basses fréquences, la relation qui donne la permittivité imaginaire devient :

$$\varepsilon''(\omega) = (\varepsilon_s - \varepsilon_\infty) + \frac{\omega\tau}{1 + i\omega^2\tau^2} + \frac{\sigma_{DC}}{\varepsilon_0\omega} \quad (\text{I.17})$$

#### I.4.2.1.2 Distribution des temps de relaxation et modèles empiriques

En général, la relaxation de Debye est observée seulement dans quelques solutions diluées ou matériaux ferroélectriques dont l'interaction entre dipôles dans le système condensé joue un rôle important. Les pics de pertes diélectriques observés dans les isolants solides sont généralement plus larges et asymétriques comparés à celui de Debye. Par conséquent, le temps de relaxation dipolaire n'est plus unique et devient défini par une fonction de distribution  $G(t)$  autour d'une valeur moyenne  $\tau$ . La nouvelle permittivité diélectrique complexe se définit alors par [28] :

$$\varepsilon(\omega) = \varepsilon_\infty + \int_0^\infty \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{1 + i\omega\tau} G(\tau) d\tau \quad (\text{I.18})$$

Il existe plusieurs méthodes proposées pour obtenir la fonction de distribution  $G(t)$  mais le problème n'est pas bien résolu. Pour cette raison, des formules empiriques basées sur une relaxation de type « non-Debye » ont été développées par Cole-Cole, Davidson, Havriliak et Negami, et ont pour forme générale [30, 31,32] :

$$\varepsilon(\omega) = \varepsilon_\infty + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_\infty}{\left[1 + (i\omega\tau)^\alpha\right]^\beta} \quad (\text{I.19})$$

Où  $\alpha$  et  $\beta$  sont les paramètres dépendant de la forme de la réponse qui décrivent respectivement le caractère symétrique et asymétrique de la fonction de distribution des temps de relaxation :

- Si  $\alpha = \beta = 1$ , on a la réponse de Debye.

-  $\alpha = 1, 0 < \beta < 1$  sont représentatifs de la réponse diélectrique dans les liquides et les solutions de polymères. Ce modèle a été proposé par Davidson et Cole [31].

- Pour  $0 < \alpha < 1$  et  $\beta = 1$ , on a la réponse de Cole–Cole pour les solides amorphes et certains polymères [30].

-  $0 < \alpha < 1$  et  $0 < \beta < 1$  correspondent à la réponse de Havriliak-Negami [32]. Elle constitue en général la meilleure description pour représenter le comportement des polymères. Les paramètres de forme sont souvent notés  $\alpha_{HN}$  (pour  $\alpha$ ) et  $\beta_{HN}$  (pour  $\beta$ ).

Par ailleurs, aux fréquences les plus basses, la conductivité DC entraîne une forte augmentation des pertes bien visible dans la partie imaginaire de  $\varepsilon(\omega)$ . On rajoute donc le terme de conductivité à (I.19) ce qui donne:

$$\varepsilon(\omega) = \varepsilon_{\infty} + \frac{\varepsilon_s - \varepsilon_{\infty}}{\left[1 + (i\omega\tau)^{\alpha_{HN}}\right]^{\beta_{HN}}} + \frac{\sigma_{DC}}{i\varepsilon_0\omega} \quad (\text{I.20})$$

Le rapport de la partie imaginaire sur la partie réelle de la permittivité diélectrique complexe correspond au facteur de pertes diélectriques  $\tan \delta$  qui définit la quantité d'énergie électrique dissipée dans l'isolant indépendamment de ses dimensions (épaisseur, section). Il s'exprime donc par:

$$\tan \delta = \frac{\varepsilon''(\omega)}{\varepsilon'(\omega)} \quad (\text{I.21})$$

#### I.4.2.1.3 Influence de la température sur la relaxation dipolaire

Le temps de relaxation  $\tau$ , correspondant aux moments dipolaires est fonction de la température. On observe généralement que  $t$  varie dans une échelle semi-logarithmique en fonction de l'inverse de la température. Il a souvent été suggéré que le temps de relaxation des différents polymères peut être décrit, soit par l'équation d'Arrhenius ou par celle de WLF (Williams-Landel-Ferry), appelée aussi équation de VTF (Vogel-Tammann-Fulcher) [33]. Le premier cas pour tous les diélectriques [34], le second pour la relaxation  $\alpha$  dans les polymères amorphes [26]. Nous décrivons succinctement ces 2 comportements ci-après

- **Loi d'Arrhenius**

Ce type de comportement est observé dans un grand nombre de matériaux diélectriques quand la température est inférieure à la température de transition vitreuse  $T_g$ . L'évolution du temps de relaxation moyen en fonction de la température, obéissant à la loi d'Arrhenius, est alors donnée par : [35]

$$\tau(T) = \tau_0 \exp\left(\frac{E_a}{k_B T}\right) \quad (\text{I.22})$$

Où :  $E_a$  est l'énergie d'activation,  $k_B$  est la constante de Boltzmann ( $k_B = 8.61 \times 10^{-5} \text{ eVK}^{-1}$ ) et est une constante ou une fonction qui varie lentement en fonction de la température [33].

- **Loi de Vogel-Tammann-Fulcher**

Ce type de comportement a été observé pour un grand nombre de grandeurs physiques essentiellement dans une gamme de températures supérieures à la température de transition vitreuse  $T_g$  à cause du changement de volume libre dans le matériau. La fréquence de relaxation correspondant est inversement proportionnelle à une exponentielle, ce qui donne la relation de VFT : [35]

$$\tau(T) = \tau_0 \exp\left(\frac{E_a}{k_B(T - T_V)}\right) \quad (\text{I.23})$$

Où  $T_V$  est la température de Vogel au-dessus de laquelle la fraction du volume libre est non nulle. Dans de nombreux polymères qui obéissent à la loi de VFT, la température  $T_V$  est trouvée empiriquement environ  $50^\circ \text{C}$  au-dessus de la température de transition vitreuse  $T_g$  [36].

#### I.4.2.2 Phénomènes de relaxation diélectrique dans les polymères

##### I.4.2.2.1 Relaxation dans les polymères amorphes

La spectroscopie diélectrique d'un polymère amorphe présente plusieurs relaxations qui peuvent être identifiées dans la réponse des composantes réelle  $\varepsilon'$  et imaginaire  $\varepsilon''$  de la permittivité [37]. Les polymères amorphes présentent en général deux types de relaxations, une relaxation primaire  $\alpha$  et une secondaire  $\beta$ , elles sont essentiellement dues aux mouvements de segments polaires plus ou moins longs des chaînes principales et latérales [38].

- **Relaxation primaire  $\alpha$**  : La relaxation  $\alpha$ , due aux mouvements micro browniens des longs segments de chaînes, est liée à la transition vitreuse du système et pour cette raison, ce processus de relaxation est également appelé '*la transition vitreuse dynamique*' [39].

Le pic de relaxation  $\alpha$  observé sur  $\varepsilon''$  est plus large que celui prévu par Debye mais reste en général d'une assez faible largeur et asymétrique. Les différentes fonctions comme Cole-Cole, Cole – Davidson et Fuoss – Kirkwood peuvent décrire ce pic de relaxation mais la meilleure représentation est celle de Havriliak – Negami. On peut

observer que la force de relaxation  $\Delta\varepsilon = \varepsilon_s - \varepsilon_\infty$  augmente avec la diminution de la température surtout autour de  $T_g$ . Par ailleurs, la dépendance en température des temps de relaxation montre généralement une courbure dans le diagramme d'Arrhenius qui est le signe d'un comportement de type VFT [39,40].

- **Relaxation secondaire  $\beta$**  : Il est communément accepté que la relaxation diélectrique  $\beta$  des polymères amorphes résulte de fluctuations rotationnelles du vecteur représentatif du moment dipolaire [39,40]. Les mécanismes physiques associés à ce type de relaxation restent encore aujourd'hui non clairement établis. Les fluctuations de parties localisées de la chaîne principale ou des fluctuations rotationnelles d'une partie ou de l'ensemble des chaînes latérales seraient la cause de cette relaxation [41]. De leur côté, Goldstein et Johari ont suggéré que la relaxation  $\beta$  était une caractéristique spécifique de l'état amorphe des matériaux et qu'à ce titre on pouvait rencontrer cette relaxation dans des matériaux autres que des polymères [42]. Des discussions sur de possibles corrélations entre la relaxation  $\beta$  et la transition vitreuse dynamique ont également été proposées [39].

La dépendance en température des temps de relaxation associés à la relaxation  $\beta$  suit un comportement de type Arrhenius. La contribution de la relaxation  $\beta$  sur le facteur de pertes ( $\varepsilon''$ ) est un pic d'amplitude faible, souvent symétrique et très large (largeur à mi-hauteur étalée sur 3 à 6 décades) [39].

#### I.4.2.2.2 Relaxations dans les polymères semi-cristallins

Dans les polymères semi cristallins, les mouvements moléculaires peuvent s'effectuer soit dans la phase amorphe, soit dans la phase cristalline. De ce fait, les modes de relaxation sont en général plus complexes que dans les polymères amorphes. Cette complexité affecte en particulier les modes de relaxation secondaires. C'est ainsi que le mode  $\beta$  du PET amorphe se clive en deux composantes dans le PET semi cristallin [43].

La relaxation primaire a le même comportement phénoménologique dans les polymères semi cristallins que dans les polymères amorphes. Elle est évidemment très sensible au vieillissement physique [44]. Pour les polymères à liquide faible, comme le PVDF, une discontinuité de la loi de comportement est observée avec des processus thermiquement activés coopératifs au dessous de  $T_g$  et un mode complexe gouverné par le volume libre au

dessus de  $T_g$ . Pour les polymères semi cristallins à liquide fort comme les polyamides, le comportement au dessus de  $T_g$  reste thermiquement activé.

## **I.5 Charge d'espace et Mécanismes de conduction dans les polymères**

### **I.5.1 Charge d'espace**

Un isolant est dit parfait si seulement s'il présente une parfaite pureté de telle sorte que les seules sources de charges internes soient les atomes du réseau. En réalité, il n'existe pas d'isolants parfaits, ils présentent souvent une très faible conductivité due essentiellement à la structure de l'isolant et à l'existence de sources de charges autres que les atomes du réseau. Ainsi, Lorsqu'un diélectrique est soumis aux différentes contraintes, nous pouvons observer dans certaines régions du matériau un excès de charges électriques que nous appelons charges d'espace. La charge d'espace est un facteur majeur dans le comportement diélectrique des isolants (la fiabilité à haute tension, le facteur de dissipation diélectrique en fonction de la température et la fréquence). Depuis plusieurs décennies, beaucoup d'études s'intéressent au rôle de la charge d'espace dans le vieillissement diélectrique des isolants [45].

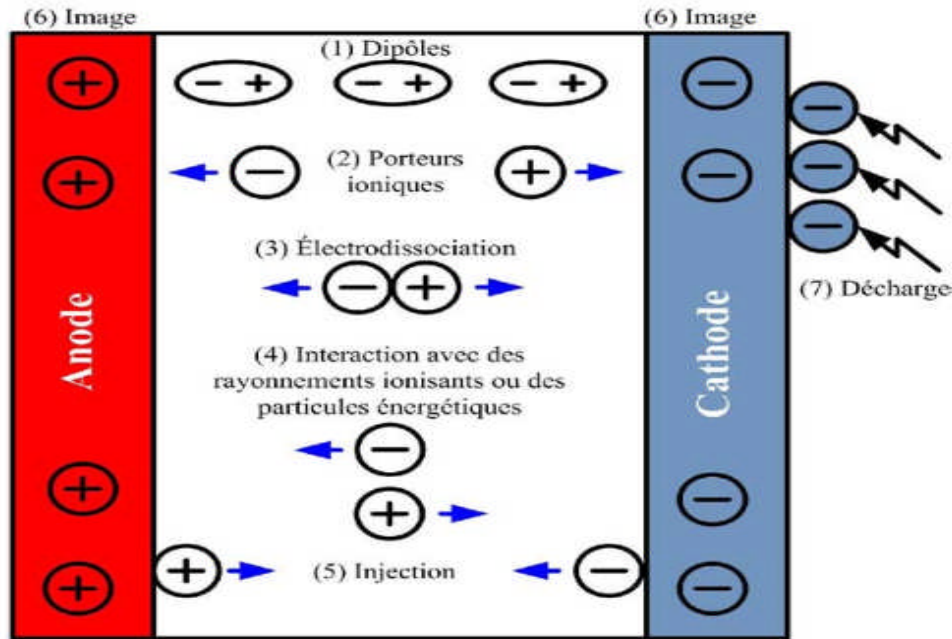
#### **I.5.1.1 Origine de la charge d'espace**

Selon les mécanismes de génération, les charges d'espace sont classées en plusieurs types comme illustré à la Figure 1-6, ces différents mécanismes sont :

- 1) Dipôles : d'orientation et de déformation.
- 2) Les porteurs ioniques : peuvent être générés à partir des électrodes. Ils peuvent résulter, soit de la diffusion vers l'isolant d'impuretés ionisables à partir d'électrodes non métalliques, soit de l'hydrolyse de l'eau présente sous forme de vapeur en surface des électrodes.
- 3) Electrodissoiation : Une espèce initialement neutre d'un point de vue électrique se dissocie en des espèces chargées sous l'action d'un champ électrique. Dans ce cas, les porteurs de charge résultent, soit de la dissociation de la molécule de l'isolant elle-même, soit des additifs et impuretés qui peuvent se dissocier, éventuellement suite à des réactions électrolytiques.
- 4) Interaction : Les charges d'espaces se forment aussi sous l'action d'interaction de l'isolant avec des rayonnements ionisants (UV, X et  $\gamma$ ) ou avec des particules énergétiques.
- 5) Injection d'électrons : La génération des charges d'espace peut avoir lieu aux interfaces métal – isolant. C'est le cas d'une injection des porteurs électroniques. En effet, l'électron peut franchir la barrière métal-isolant par deux mécanismes, effet

Schottky et effet Fowler-Nordheim. Il faut également noter que les mécanismes cités ci-dessus n'interviennent qu'en présence d'un champ électrique et/ou de la température.

- 6) Charges images : En réponse aux autres charges d'espaces
- 7) Décharges électriques, souvent inévitables dans un grand nombre de dispositifs du génie électrique, sont aussi des sources de particules chargées.

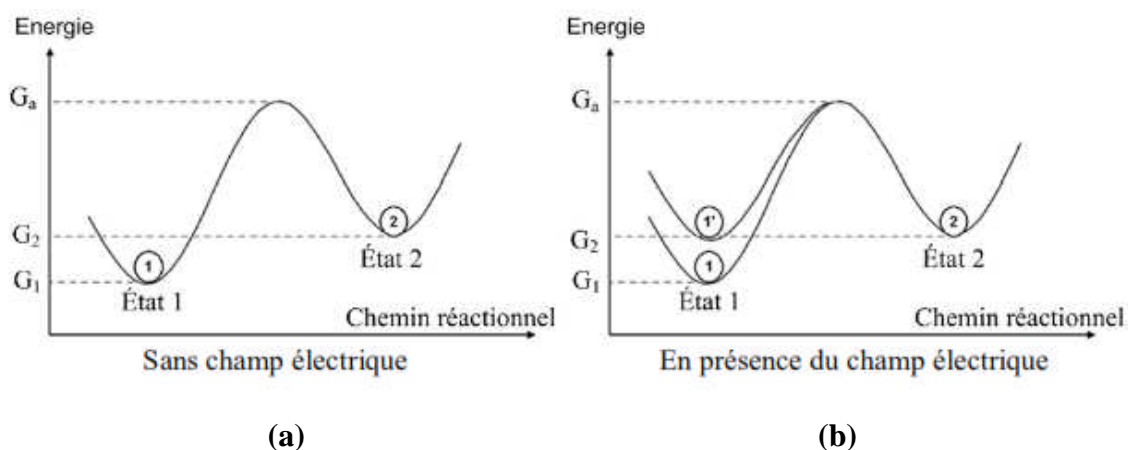


**Figure I-6 :** Différents mécanismes de génération des charges d'espace [46].

### I.5.1.2 Effet de la charge d'espace sur le vieillissement électrique

Les études effectuées ces dernières années ont montré la contribution directe de la charge d'espace au phénomène de vieillissement électrique du matériau polymère [47]. Dissado, Mazzanti et Montanari décrivent l'influence des charges d'espace sur le vieillissement comme suit [45, 48].

En considérant qu'un matériau polymère est constitué de sites réactionnels, chimiques ou morphologiques, soumis à une réaction locale, l'isolant arrive en fin de vie lorsqu'une quantité critique de sites est passée de l'état initial à l'état final. Ces états sont représentés respectivement en 1 et 2 sur la figure I.7(a). A l'issue de la fabrication, la quasi-totalité des sites est dans l'état 1 puis l'équilibre thermodynamique tend à s'établir. Si, à l'équilibre, la quantité critique de sites à l'état 2 n'est pas atteinte, l'isolant a une durée de vie qui n'est pas affectée par la contrainte.



**Figure I-7** : Diagramme d'énergie des "sites réactionnels" [10].

Lorsque le matériau est soumis à un champ électrique, des charges électriques sont injectées dans le matériau, atteignant à plus ou moins long terme une densité stationnaire. L'effet des charges d'espace sur ce modèle est de deux natures :

- 1) L'énergie électrostatique générée par la présence des charges augmente l'énergie des sites réactionnels. Cependant, l'ensemble des états (1 et 2) est affecté par ce gain en énergie et l'équilibre n'est pas modifié. Un processus de vieillissement peut toutefois intervenir par réaction chimique avec les charges injectées.
- 2) la présence des charges d'espace induit une contrainte mécanique dans le matériau. L'énergie mécanique mise en jeu peut alors être absorbée par les sites réactionnels à l'état 1, facilitant alors la transition vers l'état 2 (figure I.7(b)). Les contraintes mécaniques résiduelles peuvent être à l'origine de défauts dont la présence est fatale à l'isolant (fissures, vacuoles).

## I.5.2 Conduction électrique dans les polymères

### I.5.2.1 Conduction ionique

A cause de leur diversité, il est difficile de citer les différents mécanismes de génération des ions à l'origine de la conduction électrique dans les polymères isolants. En effet, des ions, résidus chimiques de la mise en œuvre, existent dans le diélectrique. Les réactions chimiques, comme par exemple, le soufre présent dans les antioxydants ou des ions organiques issus de l'oxydation du polymère peuvent être à l'origine de la génération des ions. D'autre part, l'humidité constitue un facteur crucial puisque la molécule d'eau influe dans le transport des charges électriques, en formant, par dissociation, l'ion OH<sup>-</sup> [49,11]. D'autre part, l'application d'un champ électrique peut créer des ions par dissociation

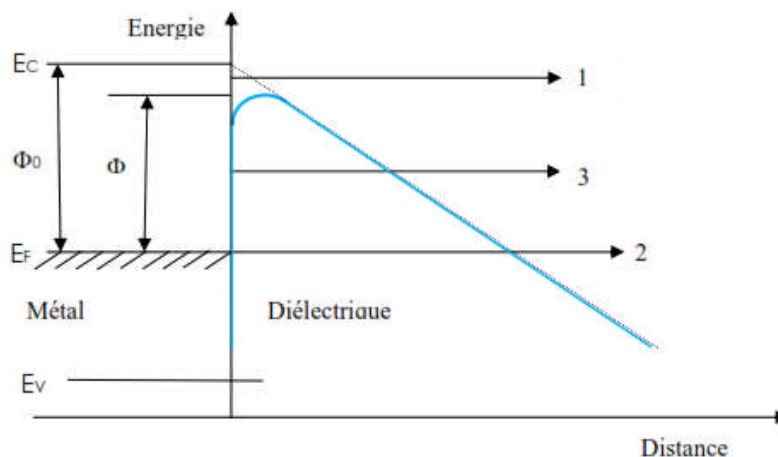


### I.5.2.2 Conduction électronique

La dissociation radiative et l'agitation thermique sont les deux processus essentiels de génération d'électrons de conduction dans un isolant solide. En effet, lorsqu'un porteur de charge acquiert une énergie suffisante, il peut quitter son environnement électronique créant ainsi une charge libre. Le courant mesuré dans le circuit extérieur est le résultat des effets de l'interface électrode/isolant et du volume. Cependant, ces deux processus sont découplés pour la description analytique de la conduction électrique dans les isolants solides.

### I.5.2.3 Mécanismes contrôlés par l'interface

La conduction dans un matériau diélectrique nécessite l'injection de charges à partir des électrodes dans la bande de conduction de l'isolant ou dans des états localisés. Un schéma idéalisé de l'interface électrode – isolant est représenté sur la figure I-8. Sans champ électrique appliqué, la hauteur de barrière est représentée par la grandeur  $\phi_0$ . Cette hauteur de barrière dépend de l'énergie du niveau de Fermi du métal constituant l'électrode



**Figure I-8 :** Diagramme de bande à l'interface électrode métallique-diélectrique [49].

Lorsqu'un champ électrique est appliqué à l'isolant, une énergie supplémentaire est fournie aux charges injectées par l'électrode en plus de leur énergie thermique. Cet apport d'énergie conduit à un abaissement de la hauteur de barrière. Les trois mécanismes d'injection de charges sont représentés sur la figure -8. Si l'injection de charges est faible devant la mobilité de ces mêmes charges dans l'isolant, alors les courants de conduction seront limités par le phénomène d'injection

• **Effet thermoélectronique(ou effet Schottky)**

Il s'agit du trajet 1 sur la figure I-8.

La hauteur de barrière  $\phi$  que doit franchir un porteur issu de l'électrode métallique est déterminé par trois facteurs :

- a) la hauteur de barrière, en l'absence de champ appliqué :

$$\phi_0 = E_C - E_F \quad (I-25)$$

Où  $E_C$  est le niveau de la bande de conduction de l'isolant et  $E_F$  le niveau de Fermi du métal.

- b) le champ électrique extérieur, appliqué au système ; il est supposé uniforme dans l'isolant et donc égal à  $V/L$  où  $V$  est la différence de potentiel appliqué entre les deux électrodes et  $L$  l'épaisseur de l'isolant.
- c) l'énergie liée à la force image ; cette force est due au champ électrostatique créé par l'électron qui s'éloigne du métal et par la charge de signe opposé induite par l'électron à la surface de ce métal.

Le calcul détaillé, montre que la hauteur de barrière est donnée par : [50]

$$\phi = \phi_0 - \beta_s \cdot \sqrt{E} \quad (I-26)$$

La constante de Schottky  $\beta_s$  est donnée par :

$$\beta_s = \sqrt{\frac{q^3}{4\varepsilon_0\varepsilon_r}} \quad (I-27)$$

Où  $\varepsilon_0$  étant la permittivité du vide,  $\varepsilon_r$  la permittivité relative du diélectrique et  $q$  la charge élémentaire.

La densité de courant émise par un tel mécanisme est donnée ci-dessous :

$$J = AT^2 \exp\left[-\frac{\phi}{kT}\right] = AT^2 \exp\left[-\frac{\phi_0 - \beta_s \sqrt{E}}{kT}\right] \quad (I-28)$$

Où  $A$ , constante de Richardson-Schottky, est donnée par :

$$A = 4\pi mk^2/h^3 = 120 \text{ A/cm}^2$$

Où  $m$  est la masse de l'électron et  $h$  est la constante de Planck.

- **Effet Fowler-Nordheim**

Il s'agit des trajets 2 et 3 sur la figure I-8. L'injection par effet de champ, aussi appelée Fowler-Nordheim [13, 11,51], est liée à la théorie quantique. Un électron de la couche électronique du métal a une probabilité non nulle de se trouver à un instant donné de l'autre côté de la barrière de potentiel. Cette probabilité non nulle permet à certains électrons de passer à travers la barrière de potentiel sans avoir l'énergie nécessaire pour la franchir (tunnel). Le phénomène est intimement lié à la fonction d'onde des particules, qui décroît rapidement avec l'augmentation de la distance. L'injection de type Fowler-Nordheim ne devient significative que pour des champs élevés ( $10^9 \text{ V.m}^{-1}$ ), dans ce cas l'épaisseur de la barrière de potentiel est très fine.

En première approximation, la densité de courant qui régit ce type de mécanisme est donnée par : [49]

$$J = AE^2 \exp\left(-\frac{B}{E}\right) \quad (\text{I-29})$$

Avec :

$$\begin{cases} A = \frac{q}{8\pi h\phi_0} \\ B = 4\phi \left[ (2m)^{1/2} \phi_0^{3/2} \right] \end{cases}$$

#### I.5.2.4 Mécanismes contrôlés par le volume

- **Courants limités par charge d'espace**

Cette conduction décrit les courants lorsque l'on néglige les courants de diffusion et en supposant qu'il n'existe ni porteurs intrinsèques, ni pièges dans le diélectrique, on arrive à la relation qui relie le courant et la tension, qui dépend essentiellement de la répartition énergétique et de la densité des pièges, cette relation est donnée par :

$$J = \frac{9}{8} \varepsilon_0 \varepsilon_r \mu \frac{V^2}{L^3} \quad (\text{I-30})$$

Où  $L$  est l'épaisseur du diélectrique,  $V$  la tension appliquée et  $\mu$  est la mobilité du porteur.

-Si l'on suppose maintenant qu'il existe, dans le matériau, des sites susceptibles de piéger une partie des porteurs, l'équation (I-30) devient :

$$J = \frac{9}{8} \varepsilon_0 \varepsilon_r \theta \mu \frac{V^2}{L^3} \quad (\text{I-31})$$

Où  $\theta$  est la fraction de porteurs injectés libres par rapport aux porteurs piégés.

-Si on considère une répartition exponentielle de pièges, l'expression de la densité de courant devient alors :

$$J_{S\theta} = \frac{9}{8} \varepsilon_0 \varepsilon_r \mu \frac{V^{l+1}}{L^{2l+1}} \quad (\text{I-32})$$

Où  $l$  est un nombre variant entre 0 et 3 et dont la valeur dépend de la distribution des pièges en énergie.

• **Mécanisme de Poole-Frenkel**

Le mécanisme de Poole-Frenkel dans le volume est l'analogue de l'injection de Schottky à l'interface métal-isolant. Ce mécanisme tient compte du possible piégeage et dépiégeage des porteurs de charges par activation thermique. Contrairement au phénomène de Schottky, où la barrière d'injection est diminuée par la charge présente dans le diélectrique, le mécanisme de Poole-Frenkel est basé sur la diminution de la hauteur de la barrière de potentiel à franchir grâce à l'application d'un champ électrique. Cette barrière diminue d'une quantité :

$$\Delta\phi = \phi_0 - \phi = \beta_{PF} \sqrt{E} \quad (\text{I-33})$$

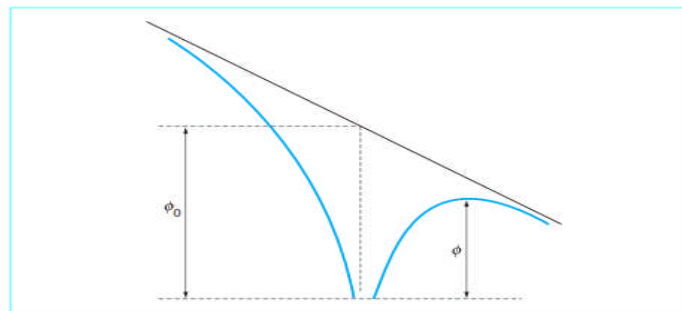
Où  $\beta_{PF}$  est la constante de Poole –Frenkel qui s'écrit :

$$\beta_{PF} = \sqrt{\left( \frac{q^3}{\varepsilon_0 \varepsilon_r} \right)} \quad (\text{I-34})$$

L'expression de la densité de courant résultant de ce phénomène peut être écrite comme suit :

$$J_{PF} = J_0 \exp \left[ \frac{\phi_0 - \beta_{PF} \sqrt{E}}{kT} \right] \quad (\text{I-35})$$

Où  $J_0$  est la densité de courant à  $T = 0K$ .



**Figure I-9** : Diagramme de bande dans le cas de l'effet Poole-Frenkel [49].

- **Conduction par saut (par Hopping)**

Comme on l'a vu précédemment, il existe plusieurs niveaux d'énergie dans la bande interdite de l'isolant. Si les sites à différents niveaux d'énergie sont proches spatialement ou énergétiquement de façon à ce que leurs orbitales se recouvrent il y aura alors une conduction appelée conduction par saut (hopping). En effet, une charge a une probabilité de passer d'un piège à un autre d'énergie similaire par effets combiné d'une activation thermique et effet tunnel (Thermally Associated Tunneling) [53,09]

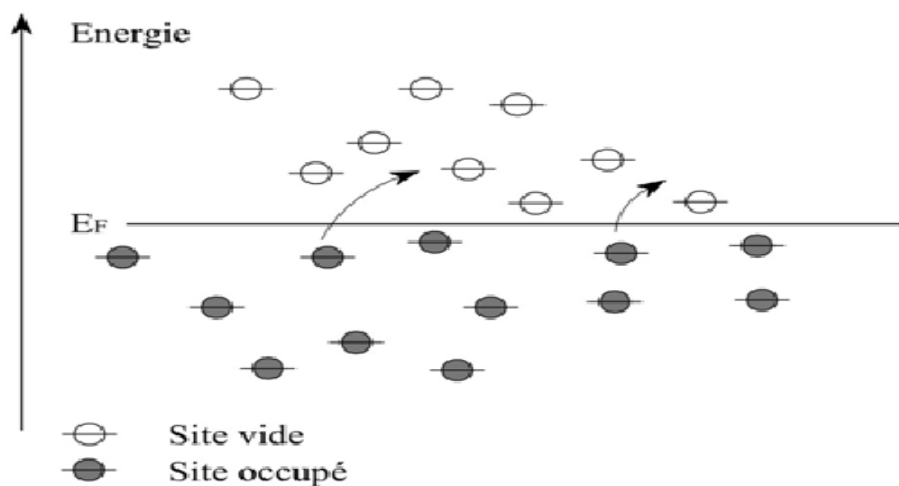
Plus on se rapproche du niveau de Fermi, plus la probabilité de trouver des sites donneurs (occupés) ou accepteur (vides) proches les uns des autres est grande. La situation autour du niveau de Fermi est représentée par la figure I-10 [49].

La conductivité due à ce mécanisme est donnée par la relation suivante :

$$\sigma = \sigma_0 \left[ - (AT^{-1/4}) \right] \quad (\text{I-36})$$

Où  $A$  est une constante dépendant de la densité et de la nature des pièges.

Pour mettre en évidence ce mécanisme, c'est-à-dire le démasquer par rapport aux autres processus, il est impératif de procéder à l'expérimentation à basse température, inférieure ou égale à la température de l'azote liquide [49].



**Figure I-10** : Sauts de site à site dans un mécanisme de Hopping [49].

## I.6 Les polymères isolants dans les câbles haute tension

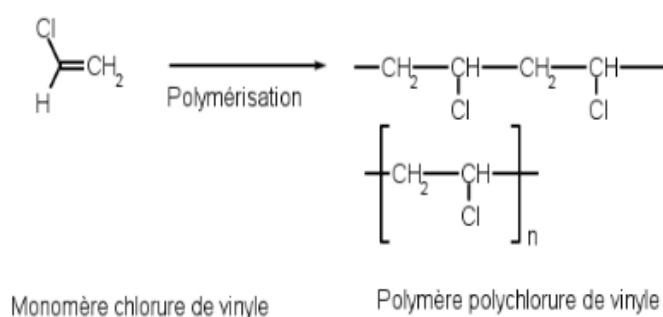
La technique d'isolation des câbles de puissance à base de papier imprégné d'huile sous pression, a permis à partir des années soixante dix de transporter de l'électricité sous haute tension. Cependant des inconvénients propres au matériel employé, comme le coût d'entretien et la surveillance des lignes, a toujours entravé son utilisation à grande échelle. Les progrès dans la fabrication des polymères, pouvant supporter des champs électriques intenses associés à une méthode d'extrusion des câbles par une combinaison de polymère et d'écran semi-conducteur, a permis de remplacer définitivement le procédé à papier imprégné [54].

Dans ce qui suit nous faisons un survol sur les deux polymères les plus prépondérants dans l'isolation des câbles moyenne et haute tension, à savoir le polychlorure de vinyle(PVC) et le polyéthylène(PE).

### **I.6.1 Polychlorure de Vinyle (PVC)**

Le polychlorure de vinyle a été découvert en 1872 par E.Baumane [55]. Ce polymère a révolutionné l'isolation des câbles électriques en Europe dans les années cinquante, l'usage industriel des câbles PVC couvrait au début la distribution dans et aux alentours des usines pour des niveaux de tension supérieurs à 3.3kV. A l'exception peut être de l'Amérique du nord les câbles PVC ont été utilisés presque universellement depuis le début des années soixante [56]. L'essor qu'a connu l'utilisation du PVC dans la fabrication des câbles moyenne tension, comme isolant et matériau de gaine de protection est du, d'une part à son faible coût de revient, à son amitié de la nature, à son excellente maniabilité et surtout à ses bonnes qualités d'isolation électrique.

Le PVC a pour formule chimique  $[-CH_2-CHCl]_n$ . Il est obtenu par polymérisation radicalaire du monomère chlorure de vinyle  $CH_2=CHCl$  [57].



**Figure I-11** : Synthèse du Polychlorure de vinyle.

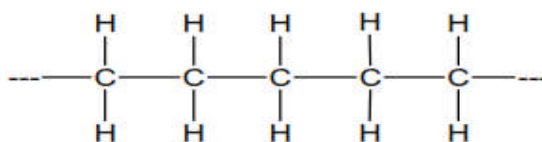
### I.6.2 Les polyéthylène (PE)

Polyéthylène est un nom générique utilisé afin de décrire les polyoléfines issues de la polymérisation de l'éthylène [58]. Ce sont probablement les polymères les plus couramment utilisés, en raison de son faible coût de fabrication et de ses bonnes propriétés physiques et mécaniques. De plus ce polymère permet une mise en forme généralement aisée telle que l'extrusion ou l'injection. Il possède également d'excellentes propriétés d'isolation électrique et de résistance aux chocs et présente une grande inertie chimique et biologique (contact alimentaire). En effet ils sont employés pour la fabrication des sacs plastiques, des bouteilles d'emballage et de certains jouets. Il en existe de nombreux types mais ceux-ci sont généralement classés dans deux grandes familles qui se définissent en fonction de leur masse volumique :

a) Polyéthylènes basse densité PEBD :  $0.92 \text{ g/cm}^3 < \rho < 0.94 \text{ g/cm}^3$

b) Polyéthylènes haute densité PEBD :  $0.95 \text{ g/cm}^3 < \rho < 0.97 \text{ g/cm}^3$

Ajouté à ces deux types, on peut obtenir par réticulation le polyéthylène réticulé chimiquement dit PRC. Le polyéthylène est un matériau thermoplastique obtenu par polymérisation de l'éthylène ( $\text{C}_2\text{H}_4$ ), menant à des macromolécules composées par la répétition du motif  $\text{CH}_2$  Comme le montre la figure I-12 ci-dessous :



**Figure I-12** : Fraction du Polyéthylène [57].

#### I.6.2.1 Polyéthylène basse densité (PEBD)

Polyéthylène basse densité a été découvert en 1933 par Fawcett et Gibson dans les laboratoires de la société Britannique ICI [59]. Ils découvrent ainsi un procédé de fabrication du polyéthylène fondé sur la polymérisation radicalaire de l'éthylène à haute pression conduisant à des chaînes ramifiées. Cette synthèse sera utilisée à l'échelle industrielle à partir de 1939. L'architecture macromoléculaire irrégulière résultant de cette technique a pour conséquence une cristallisation difficile du matériau qui est alors appelé polyéthylène à basse densité (PEBD). Le polyéthylène basse densité caractérisés par de bonnes propriétés diélectriques, par une faible perméabilité à la vapeur d'eau et une bonne résistance à la fissuration.

### **I.6.2.2 Polyéthylène haute densité (PEHD)**

La découverte du PE-HD sous la forme d'un polyéthylène linéaire, appelé PE-L, date des années 50 et est due à quatre équipes appartenant à trois laboratoires différents. En 1945, Bailey et Reid de la Phillips Petroleum Company utilisent un catalyseur à base d'oxyde de nickel et d'oxyde de chrome pour synthétiser du PE-L. En 1950, Zletz de la Standard Oil of Indiana met au point un catalyseur à base d'oxyde de molybdène. En 1951, Hogan et Banks de la Phillips Petroleum Company améliorent le procédé existant par l'utilisation d'oxyde de chrome et d'oxyde d'aluminium. Enfin en 1953, Karl Ziegler, à l'Institut Max Planck, met au point un procédé basse pression utilisant un catalyseur appartenant à la famille de catalyseurs dits de Ziegler-Natta. De nouveaux catalyseurs furent développés dans les années 1990 par Dow et Exxon, ce sont les métallocènes, qui ont la particularité d'assurer un meilleur contrôle de la dispersion des masses moléculaires, de la dispersion des comonomères le long de la chaîne et du degré de branchement long et branchement court du polyéthylène. Aujourd'hui le PE-HD est obtenu par polymérisation cationique catalysée de l'éthylène. On utilise principalement les catalyseurs Ziegler-Natta et les catalyseurs au chrome.

Le Polyéthylène haute densité est caractérisé par : résilience même à basse température, résistance aux produits chimiques, faible sensibilité à l'eau, imperméabilité à la vapeur d'eau, excellentes propriétés électriques, en font un matériau de choix dans les applications les plus variées comme l'extrusion-soufflage de corps creux, l'injection d'articles les plus divers, l'extrusion de films, tubes et câbles pour ne citer que les plus importantes.

### **I.6.2.3 Polyéthylène réticulé chimiquement (PRC)**

Les bonnes propriétés PE feraient de lui un choix judicieux dans l'isolation des câbles moyenne et haute tension, mais présente toutefois un crucial inconvénient qui est celui d'une basse température de service qui atteint à son maximum 75 °C, pour y remédier, on procède à le réticulé, et augmenter par conséquent sa température maximale de service à 90°C et la température maximale de court-circuit à 250 °C [60]. Le polyéthylène réticulé (XLPE) est une forme de polyéthylène basse densité dans lequel les chaînes moléculaires individuelles sont liées les unes aux autres pour former un polymère en réseau avec toutefois des réseaux beaucoup moins denses que dans le cas des résines époxydes par exemple. Par rapport au LDPE, ce sont principalement les propriétés thermomécaniques qui sont améliorées. Le matériau est plus complexe, chimiquement et structurellement que le LDPE.

### **I.7 Conclusion**

Ce chapitre présente un survol sur les matériaux polymères employés en génie électrique et plus particulièrement dans les systèmes haute et moyenne tension. Une présentation des différentes structures (physique et chimique) de ces matériaux a été faite, afin de les classer en famille dans le but de faciliter leur utilisation dans les systèmes d'isolation électrique.

Les différents phénomènes tels que la polarisation et la conduction ont été ensuite abordés, nous avons aussi présenté quelques matériaux polymères utilisés dans le domaine de l'isolation électrique.

## Chapitre II : Etat de l'art sur la mesure de résistivités

### *Résumé*

*Ce chapitre dresse un état de l'art sur la mesure de résistivités d'isolants. La première partie est dédiée à la présentation de quelques notions et définitions sur la mesure de résistances et de résistivités des matériaux isolants solides. La seconde partie est consacrée au protocole d'essai (préparation des échantillons, instrumentation...). La troisième partie est dédiée à l'étude de l'influence des différents paramètres sur la mesure de résistivités.*

## II.1 Introduction

Les mesures des résistances et les calculs afférents des résistivités font partie des objectifs fondamentaux des techniques de mesure électrique, de même que les mesures de tension et de courant [61].

La résistivité est la caractéristique électrique qui a la plage la plus large; elle s'étend sur quelque trente ordres d'amplitude du métal le plus conducteur tel que l'or et l'aluminium aux isolants presque parfaits (verre avec une résistivité de  $10^{17}$  et le polystyrène avec  $10^{20}$   $\Omega \cdot m$ ) [61].

La base est la loi Ohm, et elle est valable pour le courant continu et les valeurs instantanées du courant alternatif dans les conducteurs par électrons (métaux, carbone, etc.). Les valeurs des mesures de résistance utilisant le courant alternatif peuvent être influencées par la réactance inductive/capacitive, en fonction de la fréquence. De ce fait, les normes internationales traitant de mesures de résistance des matériaux solides exigent normalement l'application de courant continu [61].

La plupart des matériaux non métalliques, tels que le plastique sont classés parmi les polymères. Le transport de charges peut être dépendant de l'intensité du champ électrique appliquée pendant la mesure. Hormis le courant de mesure, il existe un courant de charge qui polarise et/ou charge électro statiquement le matériel indiqué par une décroissance asymptotique du courant de mesure avec le temps, et qui est la cause d'un changement apparent de la résistance [61].

## II.2 Résistances et résistivités des matériaux isolants solides et définitions

Les notions de résistance et de résistivité, qui sont généralement bien définies pour les conducteurs, peuvent être extrapolées aux matériaux isolants avec toutefois des spécificités que nous allons étudier. Lorsque l'on applique une tension continue à une éprouvette de matériau isolant, celui-ci n'étant pas parfait est traversé par un courant que l'on peut mesurer. Il est donc possible de déterminer une résistance.

Dans certaines conditions, on peut alors calculer une résistivité qui présente théoriquement l'avantage sur la résistance de ne pas dépendre de la géométrie de l'éprouvette et des électrodes utilisées, rappelons ce qui se passe pour un conducteur [62].

Un fil métallique de section  $s$  et de longueur  $l$  est traversé par un courant  $I$  lorsqu'on lui

applique (avec certaines précautions non détaillées ici) une différence de potentiel  $V$

- La résistance du fil  $R$  se déduit de la loi d'Ohm :

$$R = \frac{V}{I} \quad (\text{II.1})$$

- La résistivité  $\rho$  du métal constituant le fil est donnée par la formule :

$$\rho = R \frac{S}{l} \quad (\text{II.2})$$

$\rho$  Est de l'ordre du  $\mu\Omega \cdot \text{cm}$  pour les métaux les plus conducteurs.

- Résistivité d'une plaque d'épaisseur  $e$  et de surface  $S$

$$\rho = R \frac{S}{e} \quad (\text{II.3})$$

### Remarque

L'ordre de grandeur du courant à mesurer constitue une différence majeure entre un métal et un isolant : dans le cas de l'isolant le courant est de l'ordre de nano-ampères, pico-ampères, voir femto ampères. La mesure de courants aussi faibles est difficile et nécessite des appareils et des techniques de mesure très spécifiques. Pour les matériaux isolants, on est de ce fait amené à définir plusieurs types de résistances (et de résistivités) [62].

## II.3 Résistances et résistivités transversales et superficielles

### II.3.1 Résistance et résistivité transversales (ou volumique)

La résistance volumique est définie comme étant le rapport d'une tension à courant continu ( $V$ ) appliquée entre deux électrodes placées sur deux surfaces (opposées) d'une éprouvette et du courant en régime établi ( $A$ ) entre deux électrodes, elle s'exprime en  $\Omega$ . La résistivité est quant à elle, le rapport d'une intensité de champ à courant continu ( $V/m$ ) et de la densité du courant en régime permanent ( $A/m$ ) dans le matériau. En pratique, il est équivalent à la résistance transversale d'un cube de longueur unitaire, ayant des électrodes aux deux surfaces opposées, elle s'exprime généralement en  $\Omega \cdot m$ , mais souvent en pratique on utilise le  $\Omega \cdot \text{cm}$ .

Le facteur géométrique joue un rôle fondamental dans le passage de la résistance à la résistivité transversale, nous verrons dans ce qui suit, après description des différentes géométries comment passer de la résistance transversale à la résistivité.

### II.3.2 Résistance et résistivité superficielles (ou de surface)

La résistivité surfacique est le rapport d'une tension à courant continu (V) appliquée entre deux électrodes sur une surface d'une éprouvette et du courant (A) entre les électrodes, son unité est  $\Omega$ . La résistivité superficielle est équivalente à la résistance superficielle d'une surface carrée dotée d'électrodes aux deux côtés opposés, elle s'exprime en  $\Omega$ , mais souvent on utilise d'autres unités, le  $\Omega \cdot \text{cm}/\text{cm}$  ou même  $\Omega/\square$  afin d'éviter toute confusion avec la résistance superficielle, aussi pour rappeler qu'il s'agit d'une résistance mesurée entre deux côtés opposés d'un carré.

## II.4 Méthodes de mesure des résistances transversale et superficielle

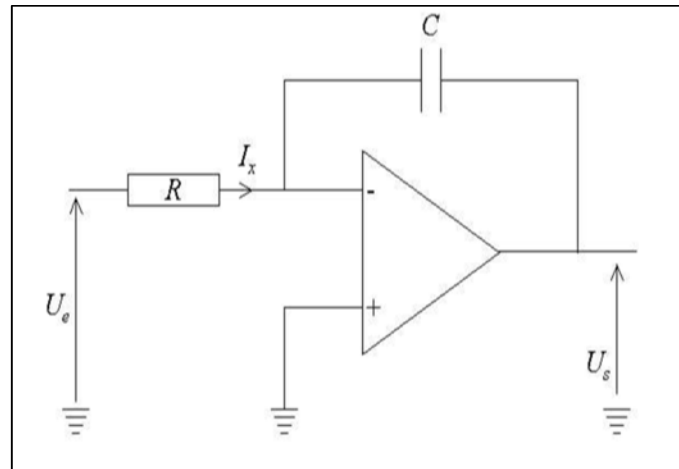
### II.4 .1 Mesure du courant

Il faut disposer d'un appareil dynamique capable de mesurer des courants très faibles. En effet, faisons une évaluation d'ordre de grandeur. Pour des résistivités comprises entre  $10^9$  et  $10^{20} \Omega \cdot \text{cm}$  avec, par exemple, une épaisseur d'éprouvette de 2 mm et une surface d'électrode de  $20 \text{ cm}^2$ , les résistances à mesurer sont comprises entre  $10^7 \Omega$  et  $10^{18} \Omega$ . Avec une tension appliquée de 100 V, les courants à mesurer sont compris entre  $10^{-5} \text{ A}$  et  $10^{-16} \text{ A}$  [62]. Pour mesurer des courants aussi faibles, on utilise un électromètre. C'est un multimètre à courant continu capable de mesurer des courants jusqu'à  $10^{-17} \text{ A}$ .

Son circuit d'entrée est généralement un amplificateur opérationnel à transistors à effet de champ (FET) mais on trouve encore des électromètres à lame vibrante dont l'élément d'entrée est un condensateur de quelques picofarads. Une des armatures de ce condensateur vibre à la fréquence de quelques centaines d'Hertz convertissant ainsi le signal continu en tension alternative plus facile à mesurer par détection synchrone.

Les appareils modernes disposent généralement d'une sortie analogique qui permet

d'enregistrer le signal de courant, et ainsi, de mieux analyser son évolution temporelle [62].

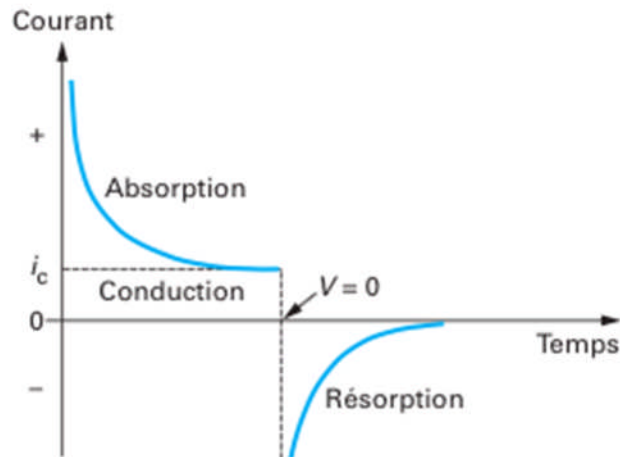


**Figure II-1:** Schéma de principe d'intégration du courant [63].

L'éprouvette isolante peut être considérée comme un condensateur. À la mise sous tension continue, il apparaît d'abord un courant transitoire dit « courant d'absorption », illustré sur la figure 2, qui est dû aux différents phénomènes de polarisation qui s'explique par la réorganisation de charge de façon à s'opposer à l'action d'un champ extérieur appliqué, cette propriété est caractéristique des matériaux diélectriques, ils se polarisent dès qu'un champ électrique leur est appliqué [64,65]. Au bout d'un temps qui peut être important, ce courant peut tendre vers une valeur d'équilibre appelée « courant de conduction » et notée  $i_C$ . La résistivité se calcule alors avec cette définition du courant de conduction [66].

En pratique, ce temps nécessaire pour atteindre le régime permanent pouvant être très long (quelques heures, voire quelques jours), on décide de fixer un temps pour cette mesure. Ainsi, la résistivité donnée sera toujours suivie du temps correspondant à cette mesure. Pour une grande partie des isolants, la valeur d'équilibre n'est jamais atteinte pour les basses températures [66].

Si on décide de retirer l'alimentation et de court-circuiter ce condensateur chargé, alors le courant qui en résulte est un courant inverse de décharge dit « courant de résorption » dû aux différents phénomènes de dépolarisation.



**Figure II-2 :** Courant d'absorption et de désorption [66].

#### II.4.2 Electrodes pour la mesure de résistivités

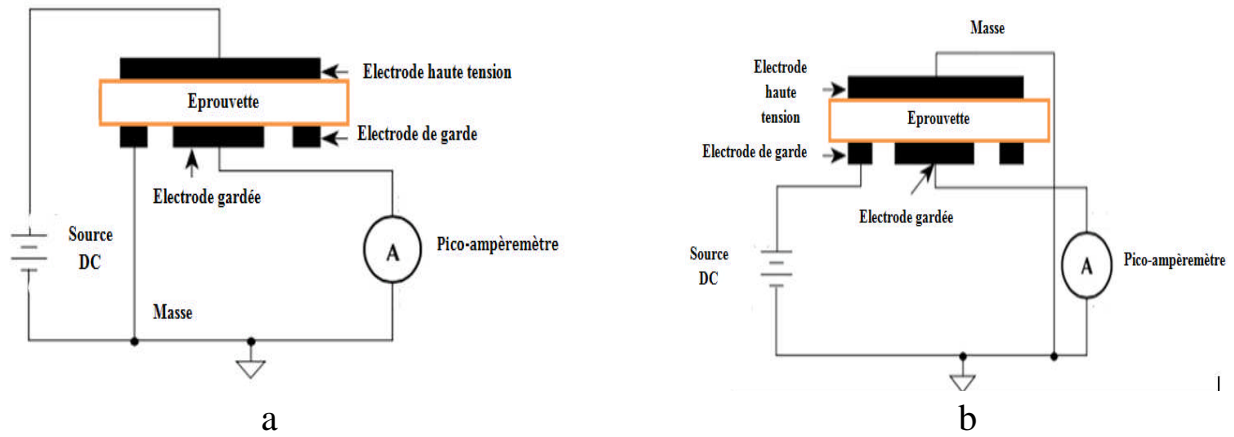
Les électrodes doivent comprendre un matériau permettant un contact intime avec la surface de l'éprouvette et n'introduisant aucune erreur significative du fait de la résistance de l'électrode ou de la contamination de l'éprouvette. Le matériau de l'électrode doit être résistant à la corrosion dans des conditions d'essai et ne doit causer aucune réaction chimique avec le matériau à l'essai [61].

Nous savons bien que, pour mesurer la résistance transversale d'une éprouvette, il fallait s'affranchir du courant superficiel. Pour y parvenir, on utilise une troisième électrode appelée électrode de garde qui dérive à la terre les courants superficiels (figure 3).

Pour mesurer la résistance transversale, la connexion des trois électrodes est effectuée selon le schéma de la figure 3-a.

L'électrode de garde a pour rôle d'écouler tous les courants ne passant pas directement entre l'électrode haute tension et l'électrode de mesure (électrode gardée). Dans ce cas, la différence de potentiel entre l'électrode de mesure et l'électrode de garde est très faible, et par conséquent, le courant circulant entre ces deux électrodes est très faible également.

La figure 3-b montre la connexion à réaliser avec ces mêmes électrodes pour effectuer une mesure de la résistance superficielle.



**Figure II-3 :** Connexions de base des électrodes pour la mesure de la résistivité transversale et de la résistivité superficielle [67].

Avec le système d'électrodes illustré ci-dessus et conformément aux normes telles que la CEI 60093, on peut passer des résistances transversale  $R_t$  et superficielle  $R_s$  aux résistivités correspondantes  $\rho_t$  et  $\rho_s$  par les formules :

$$\rho_t = R_t \cdot \frac{S}{e} \quad (\text{II.4})$$

Et

$$\rho_s = R_s \cdot \frac{P}{g} \quad (\text{II.5})$$

$$\text{Où } S = \frac{\pi (d_1 + g)^2}{4}$$

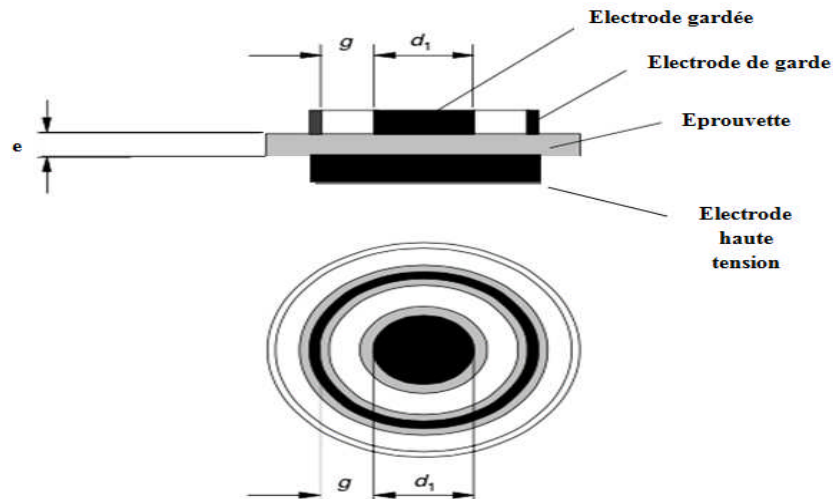
$e$  : Epaisseur de l'éprouvette

$$P = \pi (d_1 + g)$$

Avec  $d_1$  diamètre de l'électrode gardée ;

$g$  distance entre l'électrode gardée et l'anneau (électrode) de garde.

La norme CEI 93 décrit d'autres géométries d'électrodes gardées, par exemple carrées, rectangulaires ou en forme de tube.



**Figure II-4 :** Configuration relative à la conversion en résistivité superficielle ou transversale [61].

### Remarque

Le comportement électrostatique des matériaux est influencé par les conditions d'environnement, telles que la température et l'humidité relatives. C'est pourquoi les mesures doivent être exécutées selon des conditions contrôlées.

La sélection des conditions appropriées pour les essais doit être décidée en fonction du type de matériau (spécification de produit), de l'application prévue, et sur la base des conditions les plus sévères (par exemple, humidité la plus faible) susceptibles d'intervenir à l'usage. Sauf spécification contraire, les éprouvettes doivent être conditionnées et mesurées sous le même climat [61]. On y reviendra sur ces points la dans les paragraphes qui suivent.

## II.5. Préparation des échantillons et instrumentation

### II.5.1 Echantillons

En se référant aux spécifications de matériaux applicables pour les instructions d'échantillonnage.

Les éprouvettes ne doivent pas être traitées ou marquées sur des surfaces sur lesquelles les mesures sont effectuées. Si les surfaces sur lesquelles les électrodes établissent un contact ont été traitées de nouveau, cette opération doit figurer dans le rapport d'essai. Lorsque la résistance superficielle doit être mesurée, la surface ne doit pas être nettoyée, sauf accord ou spécification contraire. S'agissant de l'application des électrodes, ainsi que du traitement et du montage des éprouvettes pour les mesures, il est nécessaire de faire en sorte de minimiser la

possibilité de création de chemins de fuite susceptibles d'affecter défavorablement les résultats d'essais.

Les éprouvettes doivent, de préférence, posséder une forme géométrique simple sous la forme de feuilles avec une taille d'au moins 80 mm x 120 mm ou un diamètre de 110 mm.

Si aucun autre règlement n'est imposé, un minimum de trois éprouvettes représentatives du matériau d'échantillon doit être préparé. Il convient que l'échantillon soit clairement marqué afin d'identifier la surface à soumettre à l'essai [61].

### II.5.2 Instrumentation

L'instrumentation peut comprendre soit une alimentation continue et un ampèremètre, soit un instrument intégrer (ohmmètre). Si un ohmmètre sans dispositif de lecture de courant est utilisé pour les mesures de résistance transversale, un ampèremètre séparé est prescrit pour pouvoir assurer la lecture au minimum de 10 pA à 10 mA avec une précision de  $\pm 5\%$ .

La tension d'alimentation doit s'élever à  $100\text{ V} \pm 5\%$  pour les mesures allant de  $1 \times 10^6\ \Omega$  à  $1 \times 10^{13}\ \Omega$ ,  $10\text{ V} \pm 5\%$  pour celles de moins de  $1 \times 10^6\ \Omega$  et  $500\text{V} \pm 5\%$  pour les résistivités dépassant  $1 \times 10^{13}\ \Omega$ . La lecture se fera après 60s après mise sous tension.

S'il est prescrit une évaluation de la résistivité transversale, l'épaisseur moyenne  $e$  de chaque éprouvette doit être déterminée avant toute mesure, d'après les instructions données dans la spécification de produit applicable.

Le matériau doit être soumis à l'essai sur un support plat et lisse doté d'une résistance superficielle de plus de  $1 \times 10^{13}\ \Omega$  au moment de l'essai avec 500 V, conformément à la CEI 60093 et à la CEI 60167. La taille doit correspondre à 10 mm au minimum de plus en longueur et en largeur en comparaison à la taille de l'éprouvette à l'essai. L'épaisseur minimale doit être de 1 mm.

## II.6 Influence de divers paramètres sur les résistivités

De manière générale, les résistivités dépendent de la température, de l'humidité, du champ appliqué et du temps d'application de la tension.

Les autres paramètres d'influence concernent les électrodes (nature et géométrie).

### II.6.1 Influence de la température

Dans un intervalle de température donné, la résistivité dépend de la température selon une loi du type :

$$\rho = \rho_0 \cdot \exp \frac{E_A}{kT} \quad (\text{II.6})$$

Avec :

$T$  : Température absolue (K)

$k$  : Constante de Boltzmann ( $k = 1.38 \times 10^{-23} \text{ J.K}^{-1}$ )

$E_A$  : Energie d'activation (J)

Dans cette formule,  $E_A$  est l'énergie d'activation du mécanisme de conduction, donnée par la pente de la droite  $\ln \rho = f(1/T)$ . La linéarité est en général vérifiée dans un domaine de température assez étendu, mais l'énergie d'activation dépend du matériau. Lorsque l'on sort de l'intervalle de linéarité, on constate une rupture de pente qui traduit un changement dans le mécanisme de conduction prépondérant.

### II.6.2 Influence de l'humidité

C'est sans doute le paramètre qui a la plus forte influence sur les résistivités des matériaux isolants. Pour la résistivité transversale, il s'agit surtout de la teneur en eau du matériau exprimée par exemple en Pourcentage de sa teneur en eau à saturation. Le rapport entre la résistivité transversale d'un matériau parfaitement sec et celle du même matériau à saturation d'eau dépend du caractère hygroscopique de celui-ci. Ce rapport peut valoir environ 10 pour des matériaux tels que les silicones et jusqu'à  $10^7$  pour des résines phénoliques chargées de cellulose. La résistivité superficielle dépend elle aussi de la teneur en eau du matériau mais, à teneur en eau donnée, elle dépend surtout de l'humidité relative de l'air ambiant. Des variations d'un facteur 100 de la résistivité superficielle ont été constatées pour un changement de 10 % de l'humidité relative.

Lorsque les mesures de résistivité superficielle sont réalisées dans une enceinte insuffisamment régulée en humidité, on peut « suivre » les variations d'humidité de cette enceinte en enregistrant les variations du courant superficiel.

### II.6.3 Influence du champ électrique appliqué

En champ faible, les matériaux isolants suivent en général la loi d'Ohm, en d'autres termes, leur résistivité est indépendante du champ appliqué. En revanche, en champ fort, on constate généralement une décroissance de la résistivité lorsque le champ appliqué augmente. Cela

s'explique par l'injection d'électrons aux électrodes et par la présence d'impuretés ou de défauts dans le matériau. La limite entre la zone de champ faible et celle de champ fort est voisine de 1 à 10 MV/m (ou kV/mm) à la température ambiante. En pratique, on devrait mesurer la résistivité en champ faible afin de rester dans le domaine ohmique mais, à l'opposé, pour obtenir le maximum de précision, il convient de choisir le champ le plus élevé possible. En fin, lorsque l'on souhaite comparer les résistivités de matériaux d'épaisseurs différentes, il faut travailler à champ électrique constant pour les différents matériaux.

#### **II.6.4 Influence du temps d'application de la tension**

La définition relative à la résistance transversale est basée sur le courant en régime établi. En pratique, lorsque l'on applique un échelon de tension à un isolant, le courant résultant comprend un terme transitoire, dont la durée peut être très variable, et un terme permanent qui constitue le véritable courant de conduction. Ce courant de conduction résulte du mouvement des charges qui se déplacent dans toute l'épaisseur de l'isolant jusqu'aux électrodes. Le terme transitoire appelé courant de déplacement ou courant d'absorption correspond à la polarisation du diélectrique (faibles déplacements relatifs des charges liées) [68].

Le courant permanent n'est parfois atteint qu'après des temps de mise sous tension extrêmement longs (heures, jours, voire semaines).

Dans la pratique, les mesures sont souvent effectuées à partir des courants pseudo-permanents (variation en fonction du temps faible) qui donnent des valeurs par défaut. Les normes préconisent généralement des durées d'application de la tension d'une minute.

Ce facteur affecte également, quoique de façon moins notable, la résistance superficielle.

#### **II.6.5 Influence de la nature des électrodes**

Pour que les mesures de résistances et de résistivités soient valables, les électrodes doivent adhérer parfaitement à la surface du matériau. Toute lame d'air entre l'électrode et la surface modifie le résultat par suite de la résistivité très élevée de l'air. Un procédé permettant d'obtenir de très bonnes électrodes est le dépôt par évaporation sous vide d'un métal (généralement de l'argent ou de l'or). Le défaut de cette méthode en dehors de son coût élevé est le risque de modification du matériau sous l'effet, d'une part, du vide poussé et, d'autre part, de l'échauffement. Un bon compromis qualité-coût est obtenu avec les peintures conductrices disposées au pinceau ou au pistolet. On utilise généralement une laque à l'argent ou au platine, lorsque les mesures doivent être effectuées à haute température. Une suspension colloïdale de graphite est parfois utilisée.

Dans tous les cas, le solvant utilisé peut attaquer chimiquement le matériau et fausser la mesure si des précautions ne sont pas prises.

## **II.7 Conclusion**

Ce chapitre nous a permis de dresser un état de l'art sur la mesure de résistivités dans les isolants solides,

Les différents montages ont été illustrés et le protocole d'essai a été expliqué dans la première partie. Dans la seconde, nous avons abordé l'influence des différents paramètres sur la mesure de résistivités tels que température, l'humidité, le champ appliqué, le temps d'application de la tension et la géométrie des électrodes.

Le but principal de ce chapitre est de fournir une base théorique sur les différentes mesures, ainsi qu'aux divers montages.

## Chapitre III : Réalisation et validation expérimentales

### *Résumé*

*Ce chapitre est consacré à la réalisation du dispositif expérimental, la première partie est dédiée au dimensionnement des électrodes (électrode de haute tension, électrode de garde, et gardée), on exposera aussi la source d'essai.*

*La seconde partie est dédiée à l'étude des différents matériaux avec lesquels les différents constituant du dispositif sont faits.*

*La troisième partie, est dédiée, aux résultats expérimentaux et aux discussions.*

### III.1 Introduction

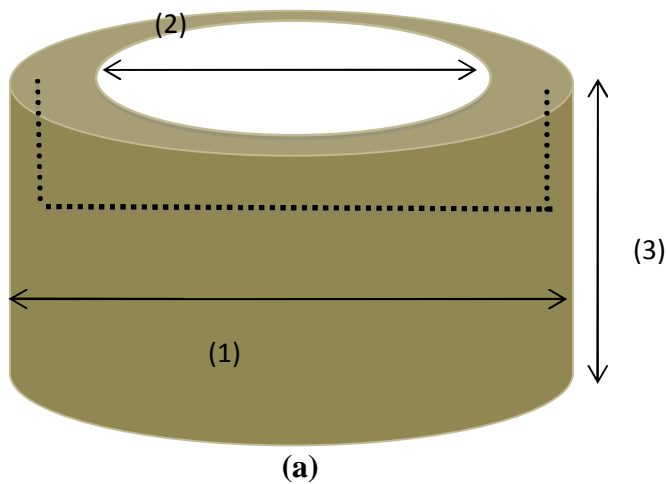
Ce chapitre est consacré aux travaux expérimentaux et aux essais avec le dispositif réalisé, sur des échantillons de plusieurs polymères isolants.

On citera les différents composants du dispositif (électrodes, isolant, et branchement), les échantillons d'essais, et la source d'alimentations.

### III.2 Dimensionnement du dispositif réalisé

#### III.2.1 Dimensionnement de l'électrode de garde

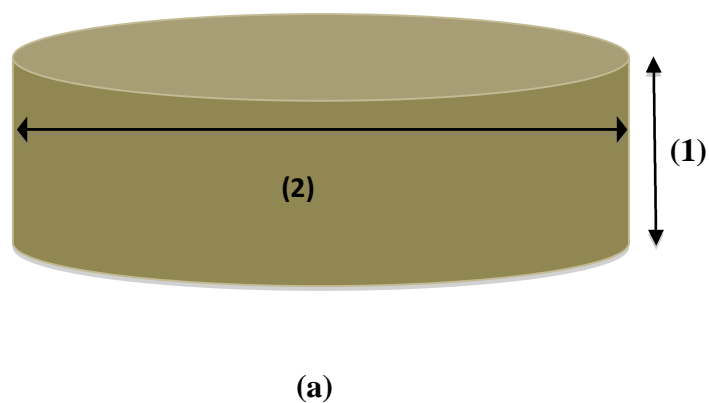
- Le rôle de l'électrode de garde est d'écouler tous les courants de fuites.



- (1) = 65mm : Diamètre extérieur.  
(2) = 57,1mm : Diamètre intérieur.  
(3) = 20mm : La hauteur  
(4) = 5mm : l'entaille

*Figure III- 1 : Electrode de garde.*

### III.2.2 Dimensionnement de l'électrode de haute tension



(1) = 20mm : hauteur  
(2) = 70mm : diamètre

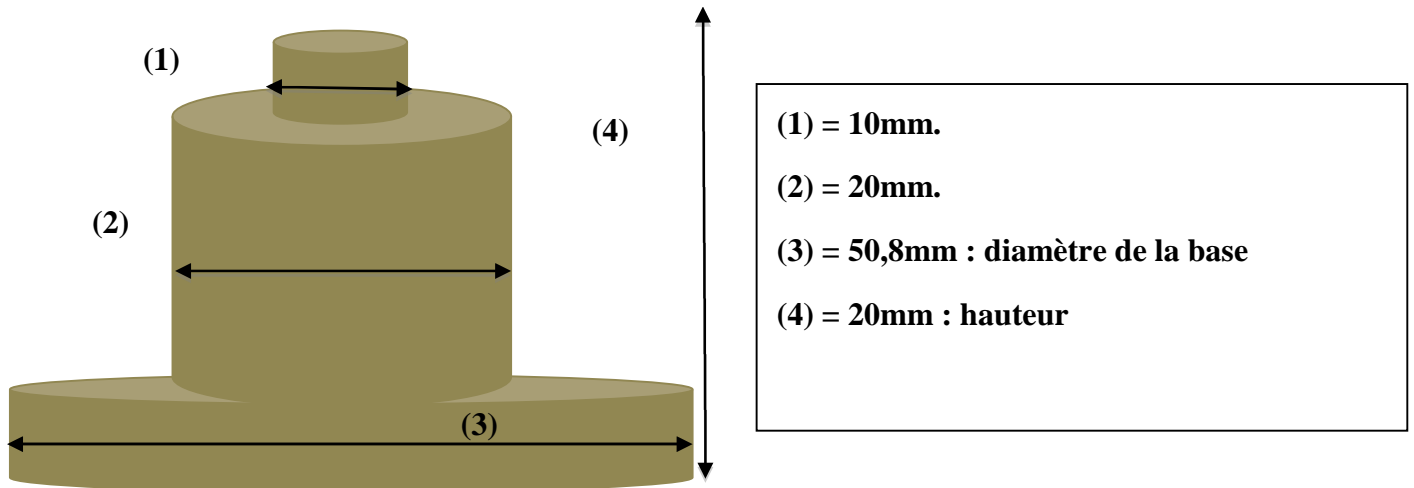
*Figure III- 2 : Electrode de haute tension.*

*a: Schéma de montage électrode de haute tension.*

*b : Vue de dessus.*

### III.2.3 Dimensionnement de l'électrode gardée

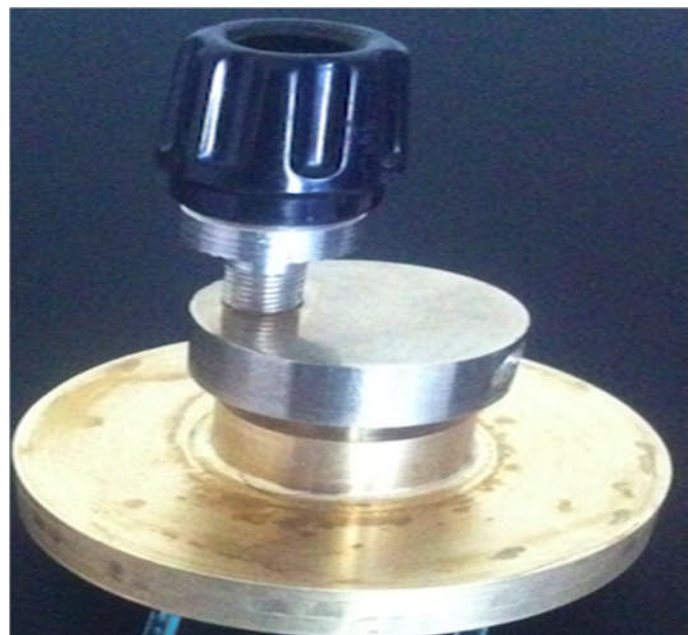
Cette configuration nous permet de respectée les normes du dimensionnement et d'allonger le chemin du courant de fuite (2), ainsi de tenir l'isolant sur le sommet de l'électrode (1)



(a)



(b)

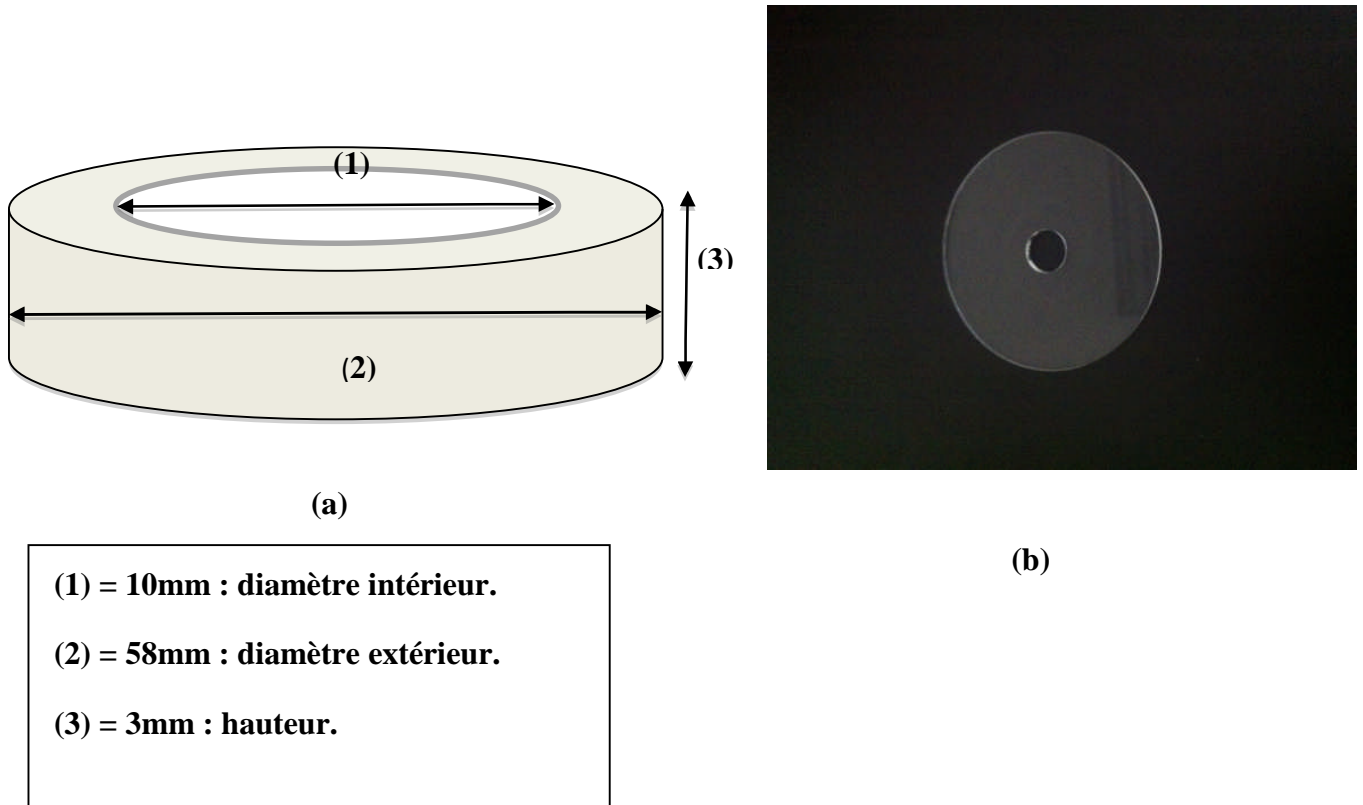


(c)

*Figure III- 3 : Electrode gardée.*

*a : Schéma de l'électrode gardée, b : Vue de dessus, c : Vue de profile.*

### III.2.4 Isolant entre électrodes



*Figure III- 4 : Isolant PMMA.*

*a : schéma de l'isolant, b : Vue de dessus.*

#### Remarque :

On a inséré un isolant en PMMA dans l'électrode de garde, et pour ce faire on a entaillé un creux tout le long de l'électrode de garde (de l'intérieur) qui sert de support à l'isolant et pour qu'il puisse tenir l'électrode gardée.

### III.3 Matériaux utilisés pour le dispositif

#### III.3.1 Etude générale du bronze

Le bronze est un nom générique qui était donné autrefois à tous les alliages de cuivre. Aujourd'hui son sens s'est restreint aux alliages de cuivre et d'étain [69].

Le bronze désigne un alliage de cuivre à 60% et d'étain. Le juste dosage en étain est essentiel à la solidité du bronze, Les caractéristiques principales du bronze sont : Une bonne

résistance à l'usure, une résistance moyenne à la corrosion et une bonne conductivité électrique. Le bronze possède une bonne résistance mécanique [70].

### III.3.2 Utilisation du bronze

- Le bronze est le métal couramment utilisé en fonderie d'objets d'art et de décoration.
- Le bronze peut être poli et traité pour obtenir différentes teintes [70].

### III.3.3 Caractéristique du bronze [71].

|                                     |  |
|-------------------------------------|--|
| Famille                             | Métaux non ferreux   |
| Composition                         | Alliage de cuivre et d'étain, contenant 60% de cuivre  |
| Aspect                              | Brillant   |
| Propriétés                          | Bonne conductivité électrique et thermique (mais inférieure au cuivre seul). Bonne résistance mécanique. Résistance à la corrosion. Malléable. |
| Points Faibles                      | Une trop grande proportion d'étain dans cet alliage nuit à sa conductivité et à sa solidité.   |
| Oxydation                           | Oxyde de cuivre (revêtement protecteur contre la corrosion). Teinte tirant sur le vert.  |
| Déclinaisons                        | Bronzes binaires (composés uniquement de cuivre et d'étain). Bronze avec additions (de composants).  |
| Domaines d'application du bricolage | Peu utilisé en bricolage, le bronze est avant tout travaillé par les fonderies. Est aussi très apprécié en décoration.                         |
| Mise en œuvre                       | Brasage. Cintrage. Ciselage. Sciage. Soudure.  |
| Entretien                           | Se polit. Pour éviter qu'il ne se ternisse, utilisez un revêtement protecteur transparent.   |

*Tableau III- 1 : caractéristiques du bronze.*

### III.3.4 Caractéristiques électriques et mécaniques

|  |  |   |
|--|--|---|
| <b>Caractéristiques physiques et électriques</b> | - Couleur :  | <b>Bronze</b>                                       |
|  | - Densité (p) at 20 °C:  | <b>8,90</b>   |
|  | - Point de fusion (°C):  | <b>930</b>  |
|  | - Chaleur spécifique (J kg <sup>-1</sup> K <sup>-1</sup> ) :                     | <b>380</b>  |
|  | - Coefficient moyen de dilatation linéaire thermique m/m °C entre 0 °C – 100 °C: | <b>17.3 x 10<sup>-6</sup></b>                       |
|  | - Module d'élasticité (E) à 20 °C MPa/mm2:                                       | <b>105000</b>                                       |
|  | - Conductibilité électrique (σ) (% IACS) :                                       | <b>17</b>   |
|  | - Résistivité électrique (R) (μ Ω – cm):   | <b>10</b>   |
|  | - Propriétés magnétiques:  | <b>Très bon, amagnétique à toutes températures.</b> |
|  | - Conductivité thermique (λ) (W m /m <sup>2</sup> °C) à 20 °c :                  | <b>67</b>   |

*Tableau III- 2 : Caractéristiques physique et électriques du bronze [72].*

| <b>Caractéristiques mécaniques</b>        |                          |          |                |                |
|---|--------------------------|----------|----------------|----------------|
| Etat de livraison                         | Etat recuit (uniquement) | 1/ 2 dur | ϕ>8<br>4/4 dur | ϕ>8<br>4/4 dur |
| Charge de rupture R <sub>m</sub> (MPa)    | ≤ 400                    | 350-500  | ≥ 600          | ≥ 500          |
| Limite élastique R <sub>e</sub> 0,2 (MPa) | ≥ 100                    | 250-350  | ≥ 450          | ≥ 400          |
| Allongement à la rupture A( ε ) (%)       | ≥ 35                     | ≥ 5      | ≤ 5            | ≤ 10           |
| Dureté Vickers (HV)                       | ≤ 90                     | 120-150  | ≥ 160          | ≥ 160          |

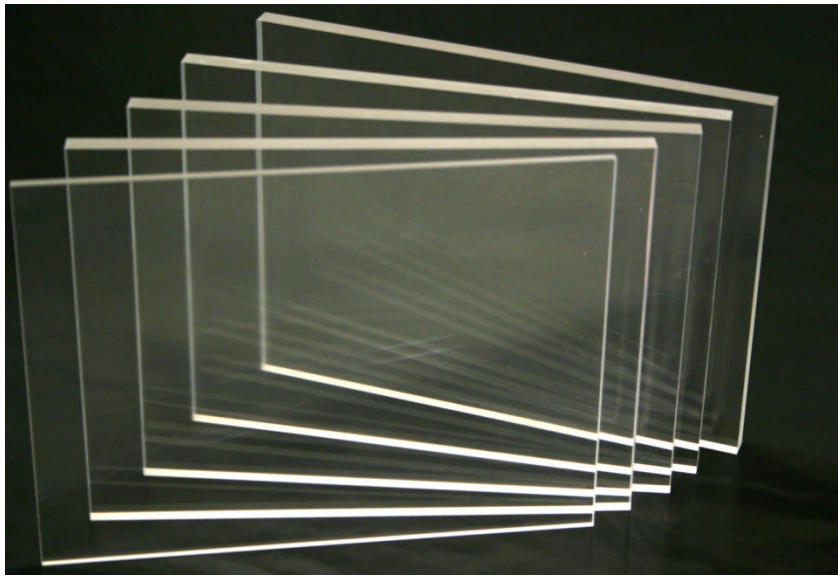
*Tableau III- 3 : Caractéristiques mécaniques du bronze [72].*

### III.4 Etude générale sur le PMMA utilisée comme isolant.

Le poly méthacrylate de méthyle, PMMA, est issu de la polymérisation du méthacrylate de méthyle, MMA [73].

Ce polymère est connu sous son nom commercial de plexiglas, mais aussi sous les noms de perpex, vitroflex, méthacrylate ou lucite.

Le PMMA est un polymère très répandu qui a fait l'objet de nombreuses études ce qui en fait un polymère modèle [74].



*Figure III- 5 : PMMA [75].*

#### III.4.1 Propriétés électriques

Les propriétés électriques sont sensibles à l'humidité que reprend le PMMA ;

- La résistance à l'arc est excellente ;
- Il est électrostatique, par conséquent, il attire la poussière. On peut remédier à cet inconvénient, en chargeant le PMMA par des produits antistatiques qui migrent en surface et le recouvre d'une couche conductrice pour les utilisations dans d'autres domaines qu'électrique [76].

Pour le PMMA coulé on a [77]:

- La résistivité transversale est supérieure à  $10^{15} \Omega \cdot \text{cm}$
- La tension de claquage dans l'air est entre 3 et 15 kV/mm
- La permittivité relative à 60Hz est de 2.6

Pour le matériau de 2 à 4mm d'épaisseur conditionné à 23°C, sous l'humidité relative de 50% présente les caractéristiques suivantes [76] :

- Résistance superficielle :  $10^{15}$  à  $10^{16}$   $\Omega$ .Cm
- Résistance transversale :  $10^{15}$  à  $10^{16}$   $\Omega$ .Cm
- Rigidité diélectrique : 15 à 20 kV/mm.

### III.4.2 Utilisation

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

- Les applications industrielles : cadrans, hublots et capots de machines à laver, chaînes hifi, portes de fours à micro-ondes, les écrans de contrôle industriel, les synoptiques de contrôle de trafic routier et ferroviaire ;
- L'ameublement et décoration : salons, ables, ébénisterie, escaliers, mobiliers hospitaliers, couveuses ;
- Le sanitaire : baignoires, bacs à douche, lavabos (pièces thermoformées et colorées) [78].

### III.4.3 Avantages et inconvénients du plexiglas

| <b>Avantages</b>   | <b>Inconvénients</b>  |
|--|---|
| <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Transparence exceptionnelle.</li> <li>➤ Bonne tenue aux ultra-violets.</li> <li>➤ Surface brillante.</li> <li>➤ Possibilité de coulée.</li> <li>➤ Facile à coller.</li> <li>➤ Excellents propriétés optiques.</li> <li>➤ Bonne résistance aux chocs.</li> </ul> | <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Cassant, fragile, rayable.</li> <li>➤ Faible tenue en température limitée (800°C).</li> <li>➤ Résistance chimique très moyenne.</li> <li>➤ Fendillement sous charge possible.</li> <li>➤ Faible résistance aux hydrocarbures et aux solvants.</li> <li>➤ Inflammabilité.</li> <li>➤ Attraction de poussières.</li> </ul> |

*Tableau III- 3 : Avantages et inconvénients du PMMA [79], [62].*

### III.5 Source d'essai Téra ohmmètre H12

- **Principe de mesure** : circuit additif, stabilisation point nul, amplificateur de modulateur redresseur, tension de mesure constante.

- **Tension de mesure** : commutable à 10V, 100V ,500V réglée, courant de court-circuit 1mA.

- **Branchement de l'instrument de mesure** : l'instrument de mesure et l'alimentation sont protégés de façon optimale, du moins pour les tensions élevées, par exemple avec une électrode d'anneau de garde munie d'une prise de branchement standard ou avec la cage de faraday. L'isolation de l'âme de câble est de haute qualité et courte si possible. Le câble pouvant être livré comme accessoires sont munis d'une couche intermédiaire conductrice pour réduire la perturbation électrostatique dans les coudes.



*Figure III- 6 : Téra ohmmètre H12.*

- 1 Potentiomètre
- 2 Prise d'entrée
- 3 Sortie de tension a mesuré
- 4 Interrupteur de gamme de résistivité.
- 5 Ajustement à la main.
- 6 Voyant d'alimentation.

### III.6 Protocole d'essai

- Nettoyage du dispositif (électrode de garde, gardée et l'électrode de haute tension) avec de l'alcool.

- Nettoyage des échantillons avec de l'alcool, et les laisser sécher.
- Branchement du dispositif à la source, (selon la mesure).
  - Mesure de résistivité volumique, mettre l'électrode de garde à la masse.
  - Mesure de résistivité superficielle, mettre l'électrode de haute tension à la masse.
- Pour faire une mesure, on place l'échantillon entre l'électrode de haute tension et l'ensemble des électrodes garde et gardée.
- On allume la source, et on varie le calibre de résistivité.
- La tension est à 500V.
- Pour chaque matériau (échantillons), on a procédé à trois essais, on finit d'abord le premier essai pour tous les échantillons, puis on recommence pour le deuxième, pour but de donner du temps aux échantillons afin de ce déchargés. Le schéma de montage est illustré ci-dessous :

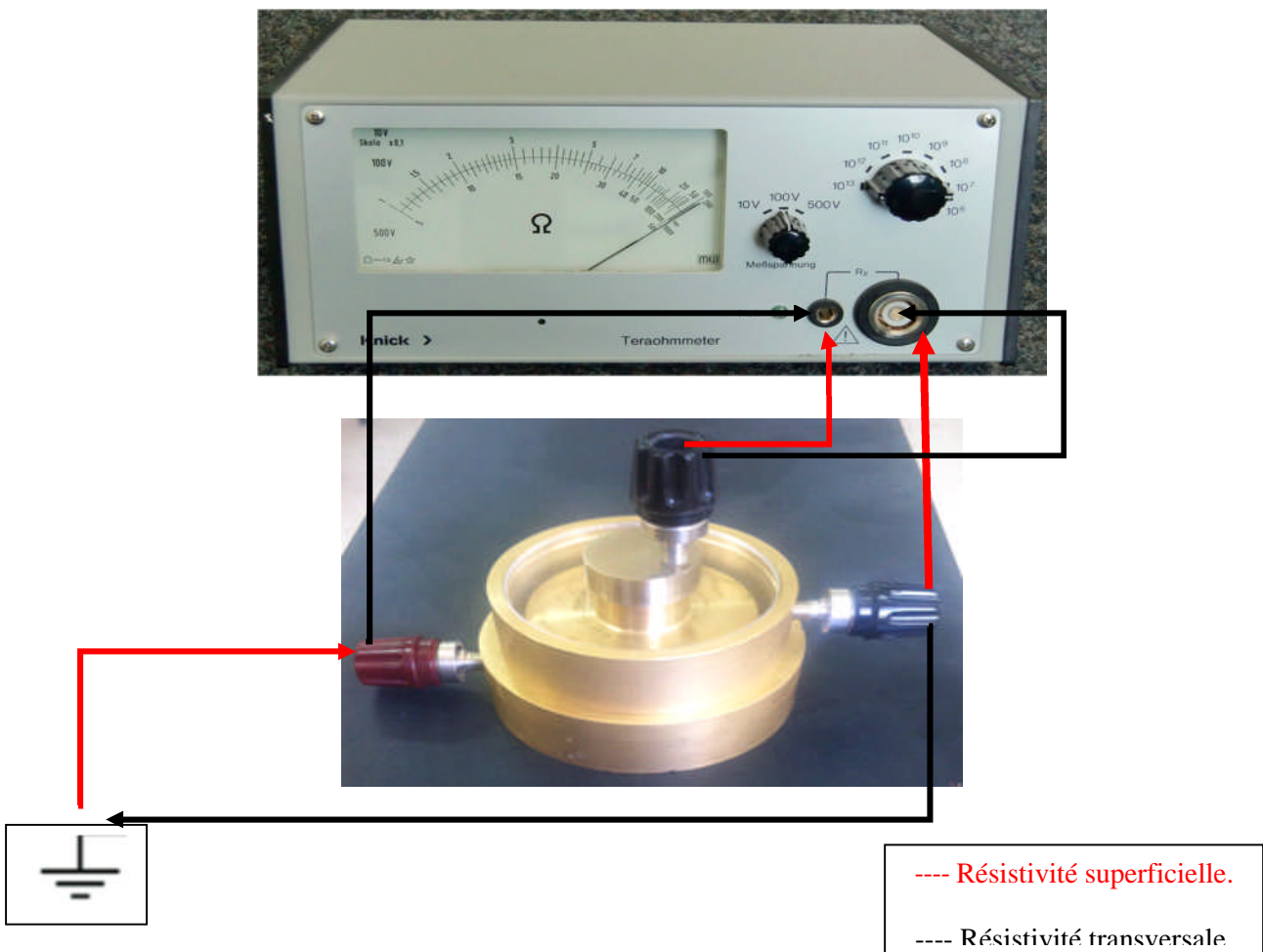


Figure III- 7 : Schéma de branchement entre le dispositif (Téra ohmmètre et cellule de mesure)

### III.7 Résultats

#### III.7.1 Résistance et résistivité transversale $\rho_T$

Dispositif ENEL :

| Matériaux | e      | $R_t$ moyennes        | $\rho_t$              | I                      |
|-----------|--------|-----------------------|-----------------------|------------------------|
| PC        | 0,0916 | $6,16 \times 10^{12}$ | $1,53 \times 10^{15}$ | $8,11 \times 10^{-11}$ |
| SAN       | 0,403  | $2,43 \times 10^{13}$ | $1,37 \times 10^{15}$ | $2,05 \times 10^{-11}$ |
| PMMA      | 0,0986 | $1,03 \times 10^{11}$ | $2,38 \times 10^{13}$ | $4,85 \times 10^{-9}$  |
| PP        | 0,2847 | $7,66 \times 10^{12}$ | $6,18 \times 10^{14}$ | $6,52 \times 10^{-11}$ |
| PRC       | 0,0213 | $4,83 \times 10^{12}$ | $5,18 \times 10^{15}$ | $1,03 \times 10^{-10}$ |
| PS        | 0,0486 | $4,93 \times 10^{13}$ | $2,31 \times 10^{16}$ | $1,01 \times 10^{-11}$ |
| PE        | 0,394  | $2,56 \times 10^{14}$ | $1,48 \times 10^{16}$ | $1,95 \times 10^{-11}$ |
| VERRE     | 0,392  | $8 \times 10^9$       | $4,66 \times 10^{11}$ | $6,25 \times 10^{-8}$  |
| PAPIER    | 0,0486 | $37 \times 10^8$      | $1,74 \times 10^{12}$ | $1,35 \times 10^{-7}$  |

Tableau III-4 : Résultats du dispositif de l'ENEL.

Dispositif UMMTO

| Matériaux | e      | $R_t$ moyennes        | $\rho_t$              | I                      |
|-----------|--------|-----------------------|-----------------------|------------------------|
| PC        | 0,0916 | $1,73 \times 10^{13}$ | $4,32 \times 10^{15}$ | $2,89 \times 10^{-11}$ |
| SAN       | 0,403  | $9,83 \times 10^{12}$ | $5,57 \times 10^{14}$ | $5,08 \times 10^{-11}$ |
| PMMA      | 0,0986 | $1,66 \times 10^{12}$ | $3,84 \times 10^{14}$ | $3,01 \times 10^{-10}$ |
| PP        | 0,2847 | $7,5 \times 10^{13}$  | $6,02 \times 10^{15}$ | $6,67 \times 10^{-12}$ |
| PRC       | 0,0213 | $1,4 \times 10^{13}$  | $1,50 \times 10^{16}$ | $3,57 \times 10^{-11}$ |
| PS        | 0,0486 | $1,46 \times 10^{14}$ | $6,86 \times 10^{16}$ | $3,42 \times 10^{-12}$ |
| PE        | 0,394  | $3,67 \times 10^{13}$ | $2,13 \times 10^{16}$ | $1,36 \times 10^{-12}$ |
| VERRE     | 0,392  | $25 \times 10^8$      | $1,45 \times 10^{11}$ | $2 \times 10^{-7}$     |
| PAPIER    | 0,0486 | $38 \times 10^8$      | $1,78 \times 10^{12}$ | $1,31 \times 10^{-7}$  |

Tableau III-5 : Résultats du dispositif de l'UMMTO.

III.7.2 Résistance et résistivité transversale  $\rho_s$ 

## Dispositif ENEL

| Matériaux | $R_t$ moyennes        | $\rho_s$              | I                      |
|-----------|-----------------------|-----------------------|------------------------|
| PC        | $1,8 \times 10^8$     | $1 \times 10^{10}$    | $2,7 \times 10^{-07}$  |
| SAN       | $21,33 \times 10^8$   | $1,14 \times 10^{11}$ | $2,34 \times 10^{-07}$ |
| PMMA      | $3 \times 10^8$       | $1,60 \times 10^{10}$ | $1,66 \times 10^{-07}$ |
| PP        | $15,66 \times 10^8$   | $8,39 \times 10^{10}$ | $3,19 \times 10^{-07}$ |
| PRC       | $7,3 \times 10^8$     | $3,91 \times 10^{10}$ | $6,84 \times 10^{-07}$ |
| PS        | $35,66 \times 10^8$   | $1,91 \times 10^{11}$ | $1,4 \times 10^{-07}$  |
| PE        | $1,37 \times 10^{10}$ | $9,27 \times 10^{11}$ | $3,75 \times 10^{-08}$ |
| VERRE     | $17 \times 10^7$      | $9,11 \times 10^9$    | $2,94 \times 10^{-06}$ |
| PAPIER    | $12 \times 10^9$      | $6,43 \times 10^{11}$ | $4,16 \times 10^{-08}$ |

Tableau III-6 : Résultats du dispositif de l'ENEL.

## Dispositif, UMMTO

| Matériaux | $R_t$ moyennes      | $\rho_s$              | I                      |
|-----------|---------------------|-----------------------|------------------------|
| PC        | $51,6 \times 10^7$  | $2,76 \times 10^{10}$ | $9,6 \times 10^{-07}$  |
| SAN       | $146 \times 10^7$   | $7,82 \times 10^{10}$ | $3,42 \times 10^{-07}$ |
| PMMA      | $83 \times 10^6$    | $4,44 \times 10^9$    | $6,02 \times 10^{-06}$ |
| PP        | $9,66 \times 10^8$  | $5,17 \times 10^{10}$ | $5,17 \times 10^{-07}$ |
| PRC       | $9,33 \times 10^8$  | $5 \times 10^{10}$    | $5,35 \times 10^{-07}$ |
| PS        | $36,66 \times 10^8$ | $1,96 \times 10^{11}$ | $1,36 \times 10^{-07}$ |
| PE        | $4,5 \times 10^8$   | $2,41 \times 10^{10}$ | $1,11 \times 10^{-07}$ |
| VERRE     | $16,33 \times 10^7$ | $8,75 \times 10^9$    | $3,06 \times 10^{-06}$ |
| PAPIER    | $6,66 \times 10^9$  | $3,57 \times 10^{11}$ | $7,5 \times 10^{-08}$  |

Tableau III-7 : Résultats du dispositif de l'UMMTO.

- Calcul de résistance d'isolement

$$R = \rho s \times L$$

L = distance entre l'électrode de garde et l'électrode gardée.

$\rho s$  = résistivité superficielle du PMMA.

$$R = (4,44 \times 10^{09}) \times 2,4 = 1,06 \times 10^{10} \Omega.$$

### III.8. Discussion des résultats

On a vu, que certains résultats trouvés avec le dispositif de l'UMMTO, correspondent avec ceux de l'ENEL, et que d'autres plus au moins, avec une marge de différence, (pour les deux mesures).

Cette différence est due à plusieurs paramètres dont on peut citer :

- Résistance d'isolement du PMMA (isolant entre électrode de garde, et gardée).
- L'état de surface des électrodes, qui demande de ne pas introduire d'erreur significative et une surface très lisse (introduction de l'air par exemple).
- Système de branchement, (câbles).
- Les champs d'interférence.
- Les conditions d'environnement.

### III.9. Conclusion

Ce chapitre, est basé, sur le dimensionnement des différentes parties qui composent le dispositif expérimentale, tel que les matériaux, les électrodes, et l'isolant entre ces dernières, un aperçu sur le protocole d'essai.

Ce chapitre, nous a permis de mesurer les résistivités transversales et superficielles de certains isolants polymères avec le dispositif réalisé à l'UMMTO et celui de l'ENEL et puis de faire une comparaison.

## Conclusion générale

Ce travail, est dédié à l'étude et à la réalisation d'un dispositif de mesure des résistivités, des polymères isolants.

Dans une première partie, nous avons exposé une idée générale sur les polymères employés en génie électrique plus particulièrement dans les systèmes d'isolations, et leurs différentes structures (physiques et chimiques) ainsi que les phénomènes surgissant dans ces matériaux.

Dans une seconde partie, nous avons dressé, un état de l'art sur la mesure de résistivité des isolants solides, ou on a défini les différentes résistances et résistivités des isolants solides, ainsi que les différents schémas et montages. Nous avons ensuite parlé du protocole d'essai (électrodes, préparation des échantillons, et l'instrumentation), qui nous permettent de mesurer ces propriétés. Enfin, nous avons abordé, l'influence des différents paramètres sur la mesure de résistivités tels que la température, l'humidité, le champ appliqué, le temps d'application de la tension et la géométrie des électrodes.

Cette partie nous a fourni une base théorique sur les différentes mesures.

Dans la troisième partie, nous avons, dimensionner les diverses parties qui composent le dispositif de mesure (les électrodes, isolant), et les matériaux dont ils sont fait, suivie d'une réalisation. On a pu passer aux essais sur plusieurs échantillons, selon un protocole d'essais bien défini, on a pu tirer quelques inconvénients, tels que la résistance d'isolement du PMMA, l'état de surface des électrodes qui n'est pas parfaitement lisse (les rayures, les taches.), champ d'interférence dû à la présence d'appareils au laboratoire.

Comme perspectives, on propose :

- De changer l'isolant en PMMA et de le remplacer par le Téflon qui possède une résistance d'isolement nettement supérieure.

- Amélioration de l'état de surface des électrodes, pour avoir une surface parfaitement lisse, les électrodes doivent adhérer parfaitement à la surface du matériau, toute lame d'air entre l'électrode et la surface modifie le résultat par suite de la résistivité très élevée de l'air.

- Mettre le dispositif d'essai à l'abri des champs d'interférences, pour cela on propose une cage de faraday.
- Utilisation d'échantillon plus épais.

## Bibliographie

- [1] **M.M.Ueki, J.H.Vilckas, L.G.Albiero, M.Zanin**, *DC Electrical Conductivity of Recycled PP and PS From Post Consumer Packaging*" 7<sup>th</sup> Int. Conf. on Properties and Appl. Of Diel. Materials, June 1-5, 2003, pp 771-713.
- [2] **M.A. Sussi, G.R. Govinda Raju**, *Electrical conduction current in polytetrafluoethylene*, *Elect. Insul. and Diel. Phenomena*, 1990, Conf. on 28-31 Oct. 1990, pp 196-2001.
- [3] **K.C. Kao**, *Electrical conduction and breakdown in Insulating Polymers*, 6<sup>th</sup> Int. Conf. on Properties and Appl. of Diel. Materials, June 21-26, 2000 China, pp 1-17.
- [04] **J.C DUBOIS**, *propriétés diélectriques du plastique*, techniques de l'Ingénieur, traité Plastiques et Composites.
- [5] **M. Ieda, N. Nagao, M. Nikita**, *High field conduction and breakdown in insulating polymers*, *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, Vol.1,No.5,October 1994.
- [6] **C. Laurent**, *Contribution à l'étude des mécanismes de la rupture diélectrique à long terme des polymères*, Thèse de Doctorat, UPS ,1984 .
- [7] **DJ. Bouguedad**, *Influence du vieillissement thermique sur les propriétés de l'éthylène propylène diène monomère (EPDM)*, Thèse de Doctorat, UMMTO, 2010.
- [8] **M. Taleb**, *Phénomènes aux Interfaces des isolants : Mesure et simulation*, Thèse de Doctorat, UPS ,2011
- [9] **M. Moudoud**, *Etude de la conduction électrique dans les polymères isolants*, Thèse de Doctorat, UMMTO, 2010.
- [10] **T. Trun Anh**, *Corrélation entre les charges d'espaces accumulées et les déformations mécaniques induites dans des isolants organiques soumis à un champ électrique*, Thèse de Doctorat, UPS, 2011.
- [11] **S. Le Roy**, *Modélisation numérique des phénomènes de transport électrique*, Thèse de Doctorat, UPS ,2004
- [12] **P. Detruel**, *Contribution à l'étude des propriétés diélectriques des polymères en fonction de leur histoire thermodynamique*, Thèse de Doctorat, UPS ,1984 .

- 
- [13] **C.D. Pham**, *Cartographie de charge d'espace par méthode FLIMM, complémentarité avec les méthodes PEA et TPT*, Thèse de Doctorat UPS, 2009.
- [14] **P. Robert**, *Matériaux de l'électrotechnique*, volume II. Edition: Presses polytechniques romandes.
- [15] **G.C. Montanari and D.K. Das Gupta**, *Polarization and space charge behavior of unaged and electrically aged crosslinked polyethylene*, IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol.1,No.5,Auguste 2007.
- [16] **D.K. Das Gupta and P.N. Scrapa**, *Polarization and dielectric behavior of ac-aged crosslinked polyethylene*, IEEE, Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol.3,No.3, June 1996.
- [17] **R.Fournie, R.Coelho**, Diélectriques, bases théoriques, Techniques de l'ingénieur, Traité de Génie Electrique.
- [18] **M. Aguet**, *Traité de haute tension*, Edition George, Traité d'électricité, 1990.
- [19] **A .A. Demkov and A. Navrotsky**, *Materials of fundamentals of gate dielectrics*, Springer Edition, 2005.
- [20] **K.M .Nair, A.S. Bhalla, T.K. Gupta, S.C. Hirano, B.V. Hiremath, J.H. Jean, R. Pohanka**, *Dielectric materials and devices*, The American Ceramic Society,USA,2002.
- [21] **L. Boukezzi**, *Influence du vieillissement thermique sur les propriétés du polyéthylène réticulé chimiquement utilisé dans l'isolation des câbles de haute tension*, Thèse de Doctorat, ENPA,2007.
- [22] **E. Kuffel, W.S. Zaengel, J. Kuffel**, *High voltage engineering fundamentals*, Second edition, Edition Newnes, 2000.
- [23] **K.C. Kao**, *Dielectric phenomena in solids*, Elsevier academic press, USA, 2004
- [24] **T. Pakula**, *Dielectric relaxation modeling in complex polymer systems*, IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol.8,No.6, December 2001.
- [25] **S.C.J. Meskerles,C.M. Bassler,J. Hubner and M. Osreich**, *Relaxation of Excellus and charge carriers in polymers*, IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol.8,No.3, June 2001.

- [26] **G. Williams**, *Dielectric relaxation behavior of amorphous polymers and related materials*, IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol.EI-20, No.5, October 1985.
- [27] **V.V. Daniel**, *Dielectric relaxation*, Academic press, London and New York, 1967
- [28] **D.K. Das Gupta and P.N. Scrapa**, *Modeling of dielectric relaxation spectra of polymers in the condensed phase*, IEEE Electrical insulation magazine, Vol.15, No.2, April 1999.
- [29] **A.K. Jonscher**, *Dielectric in solids*, Chelsea dielectrics press, London, 1983.
- [30] **K.S. Cole, R.H Cole**, *Dispersion and absorption in dielectrics: Alternating current characteristics*, the journal of chemical physics, Vol.9, No.4, 941.
- [31] **D.W Davidson, R.H Cole**, *Dielectric relaxation in glycol, propylene and n-propylene*, The journal of chemical physics, Vol.19, No.12, 1951.
- [32] **S.C. Harviliak, S. Negami**, *A complex plane analysis of alpha-dispersion in some polymer systems*, the journal of polymer science: Part C, Vol.14, 1966.
- [33] **J.P. Crine**, *On the interpretation of some electrical aging and relaxation phenomena in solid dielectrics*, IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol.12, No.6, December 2005.
- [34] **N.G. Mc Crum, B.E. Read, G. Williams**, *An elastic and dielectric effect in polymer solids*, J.Willey, London, 1967.
- [35] **I. M. Kalogeras, M. Roussau, A.Vassilikou, A.S. Spanoudaki, P. Pissis, Y.V. Saveylev, V.I. Shtompel and .P. Robota**, *Structure and relaxation dynamics of poly(amide urethane)s with bioactive transition metal acetyl acetanates in hard B-blacks*, The European physical journal, Vol.18, No.4, 2005.
- [36] **S. Diaham**, *Etude du comportement sous haute température de matériaux polyamides en vue de la passivation de composants de puissance à semi-conducteur grand gap*, Thèse de Doctorat, UPS, 2007.
- [37] **C. Guillermin**, *Vieillissement électrique et thermique d'un composite résine époxyde-silice : étude des charges d'espace et de la conduction*, Thèse de Doctorat, Université Joseph Fourier Grenoble I, 2004.

- 
- [38] **C. Mayoux, J.J. Martinez-Vega, J.Guastavino and C. Laurent**, *Towrds a better knowledge of insulating polymers under stress*, IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol.8, No.1, February 2001.
- [39] **P. Runt, J. John**, *Dielectric spectroscopy of polymeric materials*, American chemical society, Washington, 1997.
- [40] **A. Schonhals**, *Dielectric spectroscopy on the dynamics of amorphous polymeric systems*, Novocontrol, 1998.
- [41] **J. Heijboer**, *Molecular basis of transition and relaxation*, Gordon and Branch, Meier DJ Edition, 1978.
- [42] **G.P. Johari, M. Goldstein**, Viscous liquids and the glass transition III. *Secondary relaxations in aliphatic alcohols and other non rigid molecules*, Journal of chemical physics, Vol.55, No.9, 1971.
- [43] **J. Mengoto**, *Etude de la mobilité moléculaire dans les polymères linéaires à l'état solide per spectroscopies diélectriques*, Thèse de Doctorat, UPS ,1999.
- [44] **L. Struik**, *Physical aging in amorphous polymers and other materials*, Elsevier, 1978.
- [45] **L. Dissado, G. Mazzanti, G.C. Montanari**, *The incorporation of space charge degradation in the life model for electrical insulating materials*, IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol.2, No.2, 1995.
- [46] **C. Laurent**, *Diélectriques solides et charges d'espace*, Traité de génie électrique, Techniques de l'ingénieur, Vol D2, PP.305-13,1998.
- [47] **G. Krause, K. Moller, D. Meurer**, *Dielectric phenomena in semi crystalline Polymers*, IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol.24, No.2, 1989.
- [48] **G. Mazzanti, G.C. Montanari, L. Dissado**, Space charge life model for ac-electrical aging of polymers, IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol.4(5), No.2, 1995.
- [49] **Y. Seguie**, *Courants de conduction*, Techniques de l'ingénieur, Pack génie électrique, Vol .D2301, pp.1-12 ,2000.

- [50] **D.R. Lamb**, *Electrical conduction mechanisms in thin insulating films*, Methuen and co, London, 1967.
- [51] **R.H. Fowler and L. Nordheim**, *Electron emission in intense electrical field*, Proceedings of royal society, Vol.119, 1928.
- [52] **J.J. Oldweyer**, *The theory of electrical conduction and breakdown of solid*, Oxford clarendon press, 1973.
- [53] **F. Boufayed**, *Simulation du transport électrique dans le PE pour câble d'énergie par modèle de conduction bipolaire avec dissipation exponentielle de pièges*, Thèse de Doctorat, UPS, 2006.
- [54] **M. Schmid, M. Laurent, F. Gaille**, *Use of elastomeric material of HV and EHV accessories*, Proceeding JICABLE 95, Paris, Vol. A.33, June 1995.
- [55] **J.W. Summers**, *A review of Vinyl technology*, Journal of vinyl and additive technology, Vol.3, No.2, pp130-139, juin 1997.
- [56] **G.F Moore**, *Electrical cables handbook*, Bicc cables, Third edition, Blackwell Science, 1997.
- [57] **D. Ausseur**, *Polychlorure de vinyle*, Techniques de l'ingénieur, Traité plastique et composite, Doc AM 3325.
- [58] **A. Barlow**, *The chemistry of polyethylene insulation*, IEEE, Electrical Insulation Magazine, Vol. 7, No.1, pp. 8-19, 1991.
- [59] **H. Herman, J. Thomas, G. Stevens**, *Spectroscopy and chemo-metrics analysis of cable condition in the Arrhenius program*, IEEE International conference on solid dielectrics (ICSD), pp.623-627, July-5-9, 2004.
- [60] **A.M. Nóbrega, M.L. Barreira Martinez, A.A. Alencar de Queiroz**, *Investigation and Analysis of Electrical Aging of XLPE Insulation for Medium Voltage Covered Conductors Manufactured in Brazil*, IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation Vol. 20, No. 2; April 2013
- [61] *Méthodes d'essais pour la détermination de la résistance et de la résistivité des matériaux planaires solides destinés à éviter les charges électrostatiques*, Norme internationale ,CEI 61340-2-3 première édition 2000-03.

- [62] **C. MENGUY**, *Mesure des caractéristiques des matériaux isolants solides*, Techniques de l'ingénieur, Traité de génie électrique 2310.
- [63] **O. Monnoye et N. Ruchaud**, *Étalonnage des résistances de haute valeur et des très faibles courants*, Revue française de métrologie, N°14, Volume 2008-2.
- [64] **P. Detruel**, *Contribution à l'étude des propriétés diélectriques des polymères en fonction de leur histoire thermodynamique*, Thèse de Doctorat, UPS, 1984
- [65] **M. Reyne**, *Technologie des plastiques*, 3eme édition, Revue et augmentée, Paris, Hermes, 2009.
- [66] **J.F. Morel**, *Mesure électriques des matériaux diélectriques solides*, technique de l'ingénieur, r1115, 12/09/2010.
- [67] **Keithley** model 6517A electrometer user's manual
- [68] **R. GOFFAUX**, *Propriétés électriques superficielles des diélectriques solides*. Bull. Acad Roy. Belgique CP. Sci. 36 fasc. N° 5, N ° 1971 (1965).
- [69] <https://fr.wikipedia.org/wiki/Bronze>
- [70] <http://www.finexto.com/c/article-727-bronze.html>
- [71] <http://www.bricoleurdudimanche.com/fiches-materiaux/metaux/le-bronze.html>
- [72] <http://www.kleinmetals.ch/shop/datenblatt/F/641.pdf>
- [73] **Françoise PARDOS**, *Poly méthacrylate de méthyle (PMMA) - Aspects économiques*, Référence AM3350, date de publication 10 janvier 2013.
- [74] **T. Kashiwagi, A. Inaba, J. E. Brown, K. Hatada, T. Kitayama, E. Masude**, *Etude des macromolécules*, 1986.
- [75] [http://www.artinis.com/product/attenuation\\_plates](http://www.artinis.com/product/attenuation_plates)
- [76] **M. BENARAB et K. AOUDJEHAN**, *Contribution à l'étude de PMMA*, mémoire de fin d'études 2005.
- [77] **M. F. ASHBY, J. P. BAILON**, *Des matériaux*, presses Internationales POLYTECHNIQUE.2000
- [78] **M. Carrega**, *Matériaux polymères*, Editions Dunod, juin 2000.

[79] **J. P. Trotignon, J. Verdu, A. Dobraczynski, M. Pipraud**, *Précis de matière plastique*, 2<sup>ème</sup> Edition Nathan, 1982.