

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

UNIVERSITE MOULOUD MAMMARI DE TIZI-OUZOU



FACULTE DE GENIE ELECTRIQUE ET D INFORMATIQUE
DEPARTEMENT D'Electrotechnique

Mémoire de Fin d'Etudes De MASTER ACADEMIQUE

Domaine : Sciences et Technologies

Filière : Génie Electrique

Spécialité : MACHINES ELECTRIQUES

Présenté par

LATTARI Amine

BOUNOUA Abderrahmane

Thème

Vieillessement hydrothermique d'une isolation à base de polyester-imide et de polyamide imide

Mémoire soutenu publiquement le 29 Septembre 2014 devant le jury composé de :

Mr. DICHE

Maitre assistant, A , UMMTO, President

Mr. NEDJAR

Professeur , UMMTO, Rapporteur

Mr . REZGUI

Maitre assistant, A , UMMTO, Examineur

Melle. KERKARINE

Doctorante , UMMTO, Examinatrice

Mr. NAMANI

Maitre assistant, UMMTO, co promoteur

Remerciement

Remerciements

Nous tenons à présenter nos sincères remerciements en particulier à M^e Nedjar Mohammed de nous avoir encadré et nous lui présentons notre sentiment de reconnaissance d'avoir dirigé ce travail et l'immense soutien et le temps qu'il nous a accordé malgré ses lourdes tâches durant toute la période de préparation de ce mémoire.

Nous remercions aussi notre Co promoteur M^e Namaní Farid pour le soutien qu'il nous a apporté tout au long du travail.

Nos vifs remerciements à tout le personnel de l'entreprise Electro-Industries en particulier Madame Tabet, et à M^e Ferhat Belabbas pour son soutien et son aide à la réalisation du travail. Et à M^e Djidja djamel de sa disponibilité et son soutien qu'il nous a apporté.

Enfin, nous tenons à remercier toutes personnes de près ou de loin de nous avoir aidé à réaliser ce modeste travail.

Dédicaces

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail à :

- *Ma chère mère*
- *Mon cher père*
- *Mes frères et sœurs*
- *Mes nièces et neveux*
- *Mes amis(es)*

Abderrahmane (Massinissa)

Je dédie ce modeste travail à :

- *Ma très chère mère*
- *Mon père*
- *Mon frère et ma sœur*
- *Mes amis(es) en particulier Brahim*
- *Toutes la famille et a tout les gens qui m'ont aidé*

Amine

Sommaire

Introduction

Chapitre I- Émaux isolants

1. Structure de base de la macromolécule.....2

2. Emaux isolants (fils émaillés).....2

2.1. Emaux de polyester-imide.....4

2.2. Emaux de polyamide-imide.....5

3. Utilisation.....6

4. Application6

Chapitre II- Vieillissement hydrothermique

1. Vieillissement physique des polymères.....7

1.1. Aspects généraux.....7

1.2. Pénétration du solvant8

1.2.1. Facteurs d'influence sur l'absorption de solvant.....9

1.2.2. Conséquences physique de l'absorption d'un solvant.....11

2. Vieillissement hydrolytique des polymères.....12

2.1. Réaction d'hydrolyse.....12

2.2. Mécanismes.....13

2.3. Caractéristiques.....14

2.4. Conséquences et cinétique de l'hydrolyse.....15

3. Vieillissements par absorption d'eau.....15

3.1. Hydrophile d'un polymère.....15

3.1.1. Définition.....	15
3.1.2. Influence de la structure chimique sur la teneur en eau W_m	16
3.1.3. Influence des conditions d'exposition à l'eau.....	16
3.2. Conséquences physiques de l'absorption d'eau.....	16
3.2.1. Plastification par l'eau.....	16
3.2.1.1. Principe de la plastification.....	16
3.2.1.2. Conséquences de la plastification.....	17
3.2.2. Gonflement différentiel.....	17
3.2.3. Endommagement d'un polymère par démixtion.....	18
3.2.4. Perte d'adjuvants.....	19
3.2.5. Conséquence sur les propriétés diélectrique	19
4. Vieillessement thermique.....	20
5. Vieillessement hydrothermique.....	21

Chapitre III- Modèle statistique de Weibull

1. Loi de Weibull.....	22
1.1. Modèle de Weibull à deux paramètres	22
1.2. Modèle de Weibull à trois paramètres.....	23
2. Signification des paramètres de Weibull.....	23
2.1. Paramètre d'échelle	23
2.2. Paramètre de forme α	23
2.3. Paramètre de localisation X_S	24

3. Avantages de la loi de Weibull	24
4. Diagramme de Weibull.....	24
5. Application du modèle de Weibull à l'étude de la tenue diélectrique des isolants solide.....	25
5.1. Tenue diélectrique à long terme.....	25
5.2. Tenue diélectrique à court terme	26
Chapitre IV - Résultats et discussions	
1. Préparation des échantillons.....	27
2. Dispositifs expérimentaux.....	29
2.1. Vieillissement hydrothermique.....	30
2.2. Conditionnement des éprouvettes.....	30
3. Traitement statistique des données.....	32
3.1. Calcul des probabilités de rupture.....	32
3.2. Lissage des points expérimentaux.....	32
3.3. Détermination des facteurs d'échelle et de forme.....	33
4. Résultats et discussions.....	33
4.1. Diagrammes de Weibull à deux paramètres.....	33
4.2. Variation de la tension nominale de claquage en fonction du temps de vieillissement.....	36
4.3. Variation du facteur de forme en fonction du temps de vieillissement.....	36
5. Discussions et essai d'interprétation.....	37
Conclusion	39
Bibliographie	40

Introduction

Introduction

L'isolation électrique est un élément important dans les appareils fonctionnant sous haute tension. La durée de vie d'un matériel étant souvent liée à celle de son isolation, beaucoup de travaux ont pour objet la compréhension des mécanismes de vieillissement des matériaux utilisés comme isolants électriques.

La rupture de l'isolation, communément appelée claquage, correspond au passage d'un arc électrique entre une partie sous tension et une autre partie, généralement à la terre. La grande quantité d'énergie mise en jeu au passage de l'arc provoque la destruction irréversible de l'isolant, et de celle du matériel. Le claquage des isolants est généralement précédé par une phase de croissance d'un défaut, tel qu'une cavité, ou vacuole, dans le matériau. Cette cavité, lorsqu'elle est de taille suffisante, est le siège de décharges partielles dont la répétition érode le matériau et conduit à la formation d'une arborescence où intervient en dernier lieu l'arc électrique.

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

Pendant le fonctionnement des machines électriques, l'isolation est soumise à l'action de la température, de la tension, d'humidité,etc. l'action de ces contraintes peut être séparée ou combinée comme c'est le cas de notre étude.

L'objectif de notre travail, est l'étude de l'effet du vieillissement hydrothermique sur la tension de claquage d'une isolation à base de polyester-imide et de polyamide-imide.

Ce mémoire est divisé en deux parties : la première partie concerne une recherche bibliographique composée de trois chapitres, et la deuxième partie expérimentale composée d'un chapitre.

Le premier chapitre est consacré à la présentation des matériaux utilisés pour nos expériences : polyester-imide et polyamide imide.

Le deuxième chapitre est réservé à une synthèse de l'effet du vieillissement hydrothermique sur les propriétés des isolants solides.

Le troisième chapitre concerne le modèle statistique de Weibull et son application à l'étude de la tension de claquage pour une isolation à base de polyamide imide et de polyester imide.

Le quatrième chapitre décrit les techniques expérimentales concernant la réalisation des échantillons, le banc d'essai et le générateur de haute tension. La méthode d'essai a été décrite. Les résultats obtenus ont été présentés et discutés.

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

Chapitre I

Émaux isolants

L'émail constitue l'isolation de machines électriques. Il peut être constitué d'une ou plusieurs couches de polymère de même nature ou de nature différentes [1]. Dans ce chapitre, nous présentons les émaux isolants (fils émaillés) procédés de polymérisation, imprégnation, mise en œuvre, formule chimique, propriétés, utilisation.

1. Structure de base de la macromolécule

Les aspects physico-chimiques et moléculaires déterminent le comportement physique de polymères, la composition élémentaire, la disposition des atomes et des liaisons. L'ordre d'enchaînement et les aspects topologiques définissent la structure de base de la macromolécule. Elle dépend de la matière chimique des unités, et du milieu réactionnel [2].

Le processus de polymérisation d'un polymère peut être décrit comme suit [3] : la polymérisation rompt la double liaison, ce qui active le monomère et lui permet de se lier à d'autres pour former une longue chaîne ou macromolécule. Il suffit que deux ou trois molécules se lient pour créer un polymère. Mais en faire un solide aux propriétés mécaniques intéressantes, il faut que les chaînes soient plus longues au moins 500 monomères ; leur longueur ou leur masse moléculaire totale sont des paramètres structuraux importants.

On utilise habituellement le degré de polymérisation qui est le nombre de monomères par macromolécule. La masse moléculaire est le produit du degré de polymérisation par la masse moléculaire du monomère. La plupart des propriétés de polymères dépendent du degré de polymérisation moyen.

2. Émaux isolants (fils émaillés)

Les fils émaillés sont de plus en plus utilisés dans l'émaillage de fils de bobinages de machines électriques, tels que les transformateurs, moteurs, alternateurs.

La qualité d'un émail est déterminée en tenant compte des conditions de son emploi. Pour faire le choix d'un émail il faut tenir compte des dimensions des conducteurs, des conditions de la mise en œuvre, du mode de bobinage (long ou rapide), du traitement de l'imprégnation, des températures maximales d'utilisation et du milieu ambiant [4]. Les qualités adhésives de ces émaux sur différents matériaux ont été mises en évidence [5].

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

L'expérience a montré que les fils émaillés et vernis ou résines isolantes peuvent avoir une action réciproque au cours du vieillissement thermique. L'interaction entre vernis et émail peut conférer à l'ensemble fil émaillé-verniss d'imprégnation une durée de vie supérieure à celle du fils émaillés essayés isolement [6].

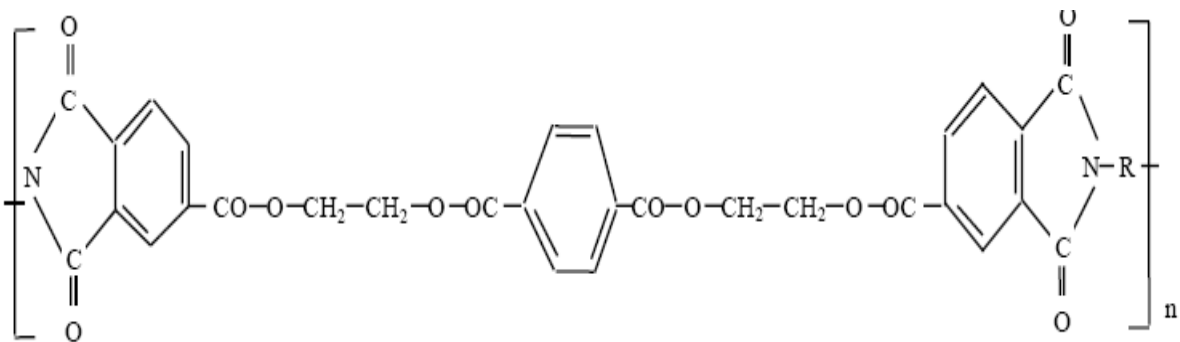
Des travaux sur le fil émaillé au formvar ont montré que le vernis apporte une protection efficace à l'émail contre la dégradation thermique du matériau et qu'il ne se produit pas d'incompatibilité sensible, de plus, de point de vue tenue diélectrique, les tensions de claquages sont plus élevées dans le cas des fils émaillés avec vernis en raison de la surépaisseur apportée par ce dernier [7]. Le vernis est à diluer avec un solvant approprié pour obtenir l'épaisseur de revêtement désirée. De nombreuses tentatives sont faites actuellement pour mettre au point et normaliser des méthodes plus rapides. Cependant, le choix du vernis d'imprégnation restant souvent difficile, il sera de préférence effectuer en relation directe avec les sociétés productrices des produits à associer [4].

Les fils émaillés présentent une bonne résistance à l'action de la température et de l'humidité et une bonne résistance chimique aux solvants des vernis d'imprégnation. Les émaux isolants sont caractérisés par leur classe (F, H, C, ..., etc.). Parmi les émaux, on trouve principalement [4] : les émaux dérivés d'acétates polyvinyliques, de polyuréthanes, polyester, polyester-imide, polyamide-imide et de polyimide.

Dans ce qui suit nous nous intéresserons aux émaux de polyester-imide et aux émaux de polyamide-imide.

2.1. Émaux de polyester-imide

Les polyester-imides sont généralement obtenus à partir de la réaction entre les dianhydrides contenant des liaisons ester avec des diamines [8,9]. La formule chimique est la suivante [8] :



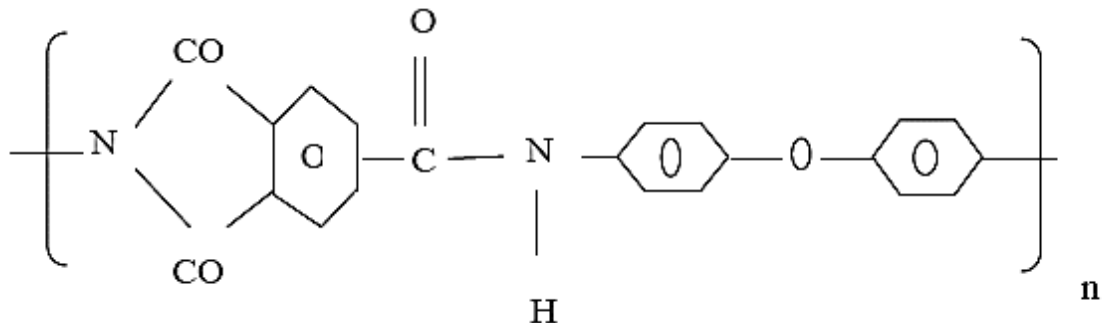
R ; groupement alkyle quelconque (primaire, secondaire ou tertiaire).

Les applications des émaux du polyester-imide concernent une grande gamme de fils, de sections circulaires ou rectangulaires de toutes dimensions, pour les utilisations très étendues ou bien en électronique qu'en électrotechnique. Les caractéristiques dimensionnelles sont basées sur l'emploi de grade définissant différentes surépaisseurs dans l'ordre croissant (grade 1, 2, 3, ...) [10]. Les polyester-imides sont surtout utilisés comme émaux pour fils résistants à la température [8]. Des agents de réticulation sont utilisés et permettent d'obtenir des polyester-imides avec une structure tridimensionnelle semblable à celle des thermodurcissables [11, 12]. Leur durée de vie conventionnelle dépasse 20000 h à 180°C [13], il est possible d'obtenir des émaux étamables à hautes température (environ 450°C) mais non brasables. Les émaux de polyester-imide sont très utilisés dans les systèmes d'isolation de machines électriques notamment les machines asynchrones, pour assurer les fonctions suivantes [1] :

- l'isolation entre les différents conducteurs jointifs d'une même bobine : c'est l'isolation entre spires.
- l'isolation entre les différentes phases du moteur (en triphasé).
- l'isolation des enroulements par rapport à la carcasse métallique.

2.2. Émaux de polyamide-imide

Ces émaux sont essentiellement utilisés en couche de surface sur des émaux polyester ou polyester-imide [4]. La formule chimique du polyamide-imide est la suivante [16] :



Les propriétés de polyamide-imide sont les suivantes :

a) Propriétés physiques

- densité : $1,38 \text{ g / cm}^3$ [16] ;
- Conductivité thermique : $0,24 \text{ W m}^{-1}\text{K}^{-1}$ [17] ;

b) Propriétés mécaniques

- Résistance à la traction à 23°C : $117,2 \text{ MPa}$ [17] ;
- Allongement à la rupture à 23°C : $10\text{-}18\%$ [16, 17] ;
- Module d'Young à 23°C : $5,2 \text{ MPa}$ [16, 17].

c) Propriétés électriques [17]

- Résistivité transversale : $3,0 \cdot 10^{13} \Omega \cdot \text{m}$;
- Résistivité superficielle : $> 1,7 \cdot 10^{17} \Omega$;
- Rigidité diélectrique à 100 Hz : $17,3 \text{ KV/mm}$;
- Constante diélectrique à 100 Hz : $4,0$;
- Facteur de dissipation à 100 Hz : $9 \cdot 10^{-3}$.

L'effet de la vitesse de la rampe et de la forme de la tension sur la tenue diélectrique du polyamide-imide a été mis en évidence [15]. Le vieillissement hydrolytique a un effet sur la tension de claquage du polymère [18].

Les émaux de polyamide-imide ont des performances encore améliorées par rapport aux émaux de polyester-imide ; en particulier, ils ont une excellente stabilité thermique (classe de température 200, voir 220), une thermo plasticité élevée, une très bonne tenue aux chocs thermiques et d'excellentes performances mécaniques [4].

3. Utilisation

Les cas d'utilisation les plus courants des émaux isolants sont [4] :

➤ **En fils ronds :**

Ils sont utilisés dans le matériel grand public (électroménager, outillages portatifs), l'automobile, les moteurs électriques et les transformateurs de petite ou moyenne puissance (≤ 100 kW) ; les ballasts (éclairage) et les petits bobinages pour l'électronique (en particulier, les bobines de déviation pour tubes TV).

➤ **En fils méplats :**

Les émaux isolants sont utilisés dans les grandes machines tournantes et les gros transformateurs.

4. Application

Les deux domaines d'application sont [4] :

➤ **En électrotechnique**

En fréquence industrielle et à courant continu, les principales qualités à exiger sont la stabilité thermique, la résistance mécanique, la résistance aux agents chimiques d'agression (éventuellement aux solvants des vernis d'imprégnation)

➤ **En électronique**

On cherche particulièrement des pertes diélectriques réduites, une faible hygroscopicité, des facilités de soudage et de collage. Dans tous les cas, une résistance particulière aux contraintes thermiques peut être imposée.

Chapitre II

Vieillissement hydrothermique

Le terme vieillissement désigne toute altération lente et irréversible des propriétés d'un polymère. Il peut être dû aux effets de l'environnement ou bien à l'instabilité propre du matériau. Cette dégradation peut concerner la structure chimique des macromolécules ou des adjuvants (vieillissement chimique), la composition du matériau (pénétration ou départ de petites molécules) ou bien son état physique (taux de cristallinité, fraction de volume libre, contraintes internes).

1. Vieillissement physique des polymères

Selon J. Verdu [19], tout processus conduisant à une altération des propriétés d'utilisation d'un matériau sans qu'il y ait de modification chimique de ce dernier, est appelé vieillissement physique. On dit que le vieillissement est physique si les propriétés chimiques, du polymère ne sont pas affectées :

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

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

Dans ce qui suit, nous présentons le vieillissement physique avec transfert de masse.

1.1. Aspects généraux

Le phénomène de transfert de masse fait essentiellement appel aux notions de solubilité, de diffusion et de plastification. Ils peuvent être schématisés comme l'indique la figure II.1 [20] :

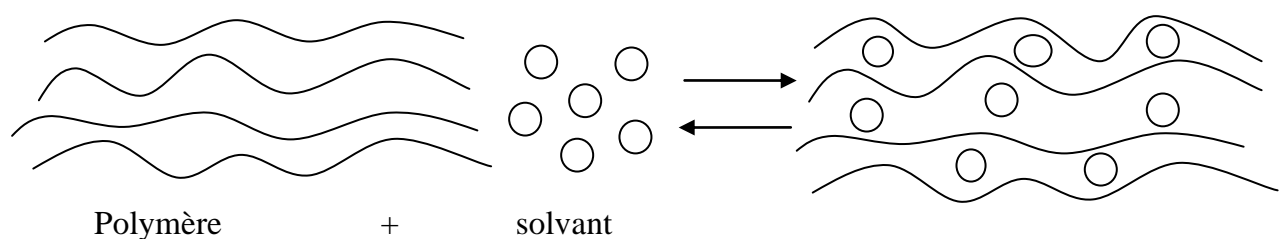


Figure II.1 : Schématisation des phénomènes de transfert de masse

Le nombre de petites molécules, susceptibles de s'installer dans le réseau macromoléculaire, dépend du nombre de sites accessibles portés par la macromolécule (figure II.2), capable d'établir des interactions avec elle donc de les retenir. Ces interactions sont essentiellement déterminées par la polarité électrique du groupe en présence.

C'est pourquoi la majorité des polymères peu polaires tels que le polyéthylène (PE) et le polytétrafluoroéthylène (PTFE) ont peu ou pas d'affinité avec la majorité des solvants.

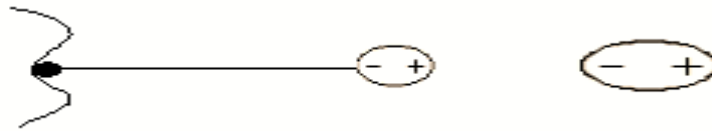


Figure II.2 : Interaction polymère-solvant

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

1.2. Pénétration du solvant

La pénétration des solvants au sein d'un matériau est gouvernée par les lois de la diffusion qui peuvent prendre des expressions diverses (Fick, Langmuir,...) et parfois complexes si le diffusant modifie la perméabilité de la matrice au fur et à mesure de sa pénétration (plastification, réactions chimiques). Les principaux types de comportements observables sont résumés sur la figure II.3. On distingue les cas suivants :

La courbe 1 représente l'interaction physique pure, elle est réversible. Après dessiccation du moins du point de vue gravimétrique et en considérant un polymère initialement insoluble dans le milieu considéré, la courbe 2 correspond à la réaction chimique conduisant à une augmentation de la masse sèche, c'est l'exemple de la réaction d'addition ou la réaction d'hydrolyse. La courbe 3 présente la réaction chimique conduisant à une diminution de la masse sèche du polymère, après une certaine durée de vieillissement [21].

On peut attribuer ce cas de figure à des dégradations physiques ou chimiques ou à une hydrolyse du matériau. Des groupements chimiques peuvent être arrachés des chaînes du polymère et être évacués dans le solvant, ce qui explique une perte de matière et la baisse de la masse globale [22].

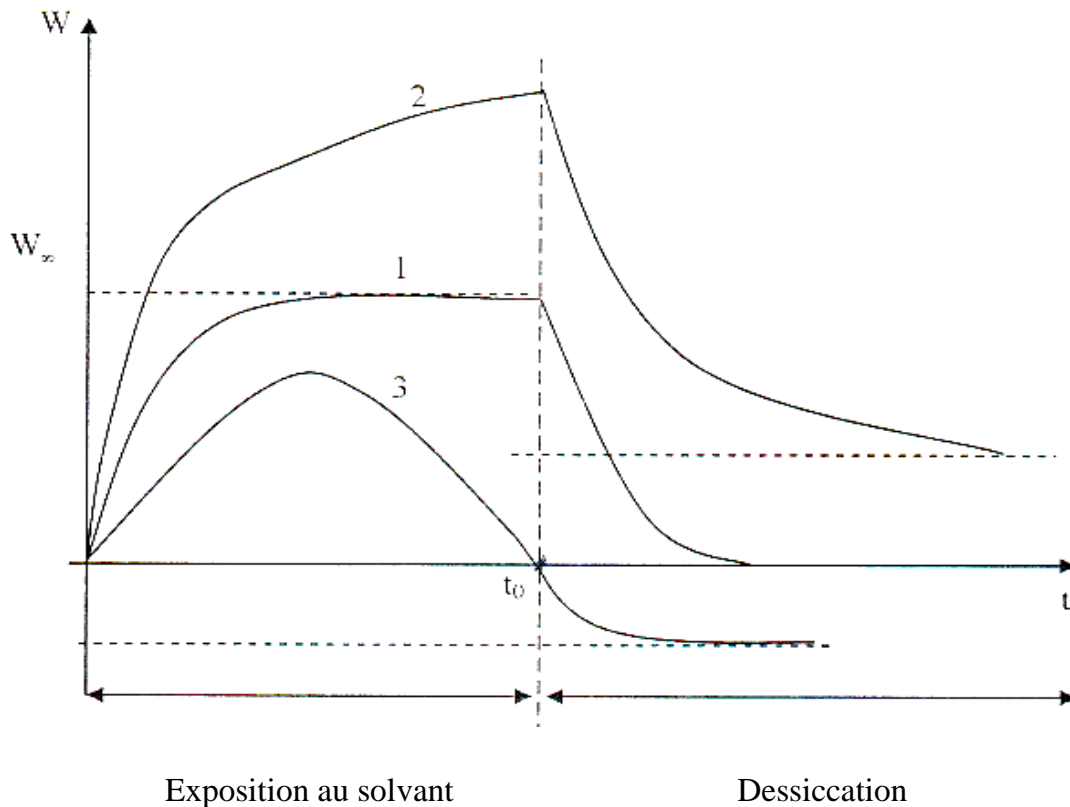


Figure II.3 : courbe d'absorption ($t < t_0$) et de désorption ($t > t_0$) [19].

1.2.1. Facteurs d'influence sur l'absorption de solvant

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

a. La structure chimique du motif structural élémentaire

C'est elle qui détermine l'affinité du polymère pour le solvant considéré. En effet, le solvant peut dissoudre totalement le polymère s'il est linéaire. Selon les lois de la thermodynamique, le coefficient X_{12} appelé coefficient d'interaction polymère-solvant permet de prévoir l'affinité d'un polymère pour un diffusant. Elle est d'autant plus faible que X_{12} est fort. Il est donné par l'équation de Flory-Huggins [20] :

$$X_{12} = \frac{V_1}{RT} (\delta_s - \delta_p)^2 + X_s \quad (\text{II.1})$$

avec :

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

R : Constante de gaz parfaits ;

T : Température absolue ;

δ_p : Paramètre de solubilité du polymère ;

δ_s : Paramètre de solubilité du solvant ;

X_s : Terme de correction entropique négligeable si les interactions polymère-solvant sont faibles.

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

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

avec :

V : Volume ;

E_c : Energie cohésive

b. Morphologie

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

c. Taux de réticulation

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

1.2.2. Conséquences physique de l'absorption d'un solvant

a. Plastification

D'après J. Verdu [19], toute modification de la structure ou de la composition d'un polymère est due à la plastification de celui-ci. La plastification d'un polymère se traduit par la diminution concomitante de la température de transition vitreuse et du seuil de plasticité ou d'endommagement. L'exemple typique est celui des polyamides en atmosphère humide. C'est le cas du PA 6-6 sec, ou sa contrainte en traction dépasse 80 MPa et l'allongement à la rupture est d'environ 50% à 25°C pour le polymère saturé en eau (8,5% en poids), la contrainte au seuil est inférieure à 40 MPa et l'allongement à la rupture dépasse 300% [20]. La température de transition vitreuse T_V peut être calculée en fonction de la concentration en solvant à l'aide de la théorie du volume libre [23] :

$$T_V = \frac{\alpha_p \cdot V_p \cdot T_{gp} + \alpha_d (1 - V_p) \cdot T_{gp}}{\alpha_p \cdot V_p \cdot T_{gp} + \alpha_d (1 - V_p)} \quad (\text{II.3})$$

avec :

$T_{gp} = T_g$ du polymère sec

α_p : Coefficient de dilatation du polymère ;

α_d : Coefficient de dilatation solvant ;

V_p : Fraction volumique du polymère dans l'échantillon gonflé ;

T_V : Température de transition vitreuse du solvant.

La variation de la température de transition vitreuse peut atteindre 30°C dans le cas d'un époxy contenant 2 à 3 % d'eau [23].

b. Gonflement

La pénétration d'un solvant dans un polymère peut être schématisée comme indique sur la figure II.4 [24]. Le processus peut atteindre l'équilibre au stade 1 correspondant à une faible teneur en eau ou au stade 2 où la pénétration du solvant est très forte. Le phénomène peut aller jusqu'à la dissolution du polymère dans le solvant, comme présenté à la figure II.4 (stade 3).

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

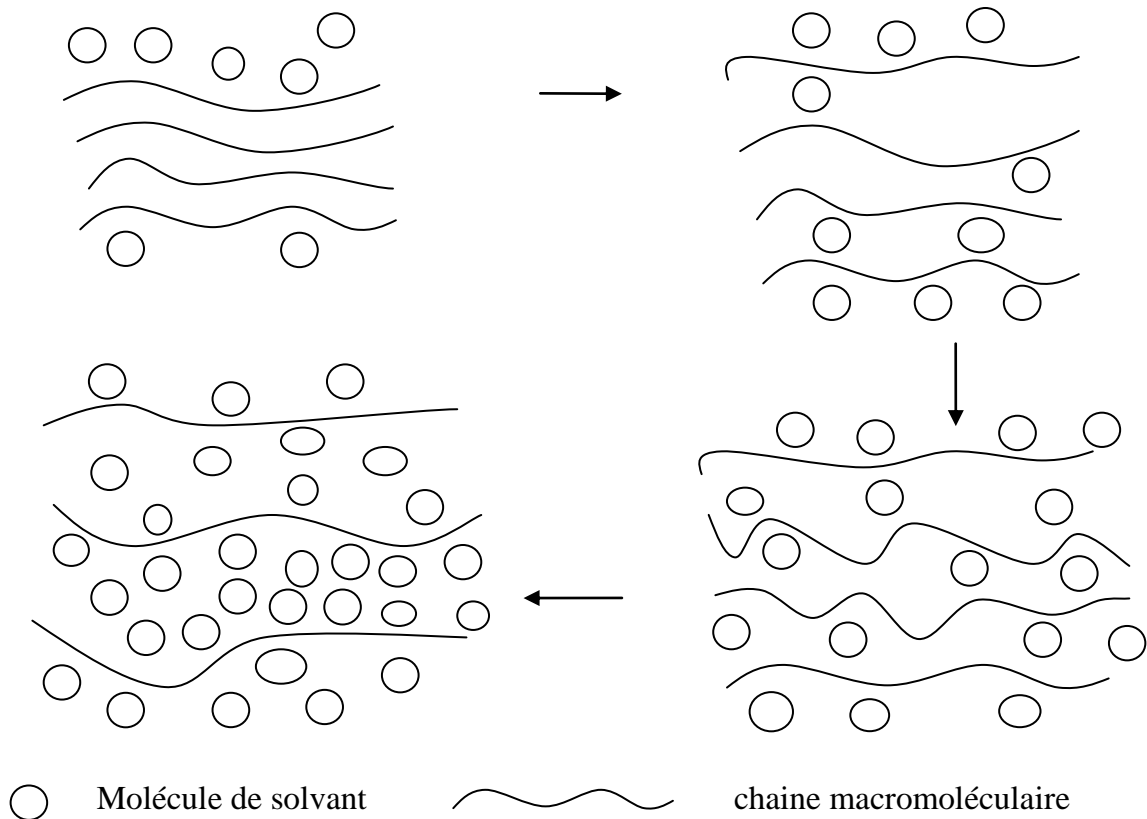


Figure II.4 : Schématisation de la diffusion d'un solvant dans le polymère.

2. Vieillessement hydrolytique des polymères

2.1. Réaction d'hydrolyse

Les polymères absorbent une quantité plus au moins importante d'eau en fonction de leur structure et en particulier de la polarité de leur motif monomère. Dans certains cas, le polymère ne se contente pas de fixer les molécules d'eau, il réagit plus ou moins rapidement avec elle. Le cas le plus fréquent et le plus important sur le plan pratique peut être décrit comme suit [25] :



Cette réaction conduit à la coupure de chaînes entre nœuds de réticulation et ainsi création de fragments de chaînes macromoléculaires se retrouvant libres dans le réseau et pouvant diffuser vers le milieu extérieur. On parle dans ce cas de lessivage. Il se crée un volume libre qui peut accueillir des molécules d'eau supplémentaires [22].

2.2. Mécanismes

Il existe trois mécanismes qui font intervenir les groupes suivants [20] :

a- Groupe ester



Ce groupe peut se trouver dans :

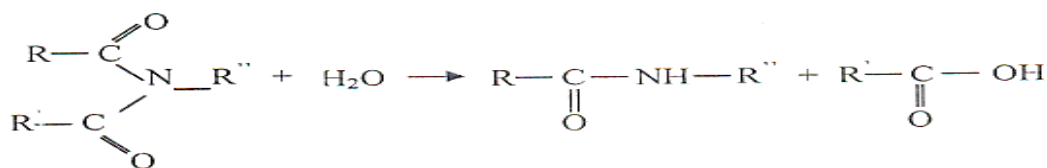
- Les polyesters linéaires
- Les polyesters tridimensionnels
- Les polyuréthanes-polyesters
- Les polyépoxy réticulés par des anhydrides.

b- Groupe amide



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

c- Groupe imide



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

2.3. Caractéristiques

Les phénomènes d'hydrolyse ont un certain nombre de caractéristiques communes [26] :

- a- ils sont généralement très lents à température ambiante, la vitesse de l'acte chimique élémentaire étant elle-même faible et le processus étant souvent contrôlé par la diffusion de l'eau dans le matériau. Dans ce cas, les effets de l'hydrolyse se manifestent à long terme (plusieurs mois ou plusieurs années).
- b- Les effets de l'hydrolyse se superposent aux effets physiques de l'absorption d'eau. Ces derniers effets seuls sont réversibles. En effet, dans le cas où le matériau n'est pas endommagé, on observe une stabilisation lorsque celui-ci est parvenu à saturation. Comme l'indique la figure II.5, lorsque $t < t_1$ (période initiale), les phénomènes physiques prédominent et lorsque $t > t_1$, le processus se stabilise. D'après la courbe 2 de la figure II.5, contrairement aux effets physiques, les effets de l'hydrolyse d'un polymère sont irréversibles et ils entraînent la disparition du palier de la stabilisation ($t > t_1$).
- c- L'hydrolyse est une réaction activée par une élévation de la température, elle devient très rapide aux températures de mise en œuvre du polymère, d'où la nécessité d'une dessiccation des poudres et granules avant la mise en œuvre.
- d- L'hydrolyse est une réaction susceptible d'être catalysée par des agents chimiques divers, tels que les ions H^+ , OH^- , métaux de transition,.... d'où l'importance du milieu réactionnel sur le vieillissement.

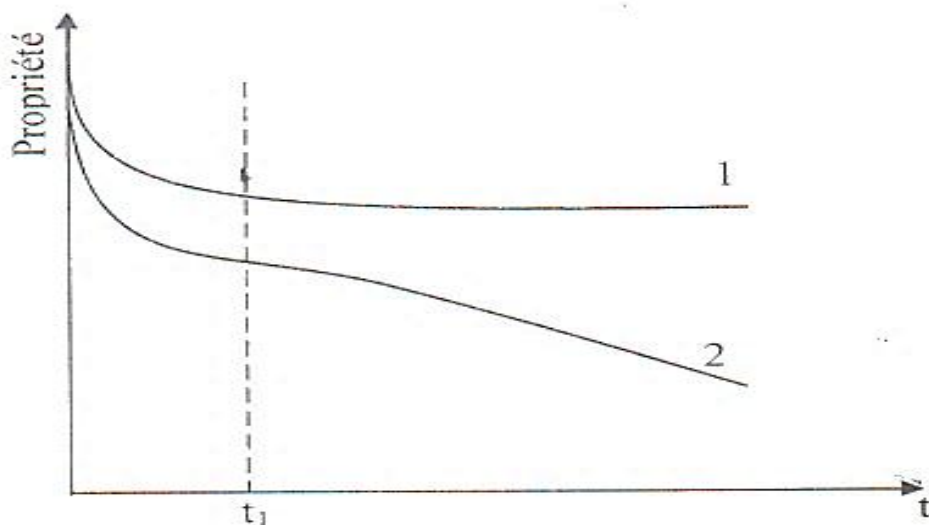


Figure II.5 : Evolution d'une propriété d'un polymère hydrophile en fonction du temps d'exposition au milieu humide [26].

2.4. Conséquences et cinétique de l'hydrolyse

L'hydrolyse d'un polymère se traduit par des coupures de chaînes, d'où une diminution de la masse moléculaire ou de la densité de réticulation qui peut être utilisée pour caractériser l'avancement de la réaction d'hydrolyse. La coupure de chaînes crée de nouvelles macromolécules, on peut ainsi écrire dans le cas d'un polymère linéaire [26] :

$$\frac{1}{\overline{M}_t} - \frac{1}{\overline{M}_0} = n_t \quad (\text{II.4})$$

avec :

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

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

n_t : Nombre de moles de coupure de chaînes au temps t dans 1 gramme d'échantillons.

La cinétique de dégradation se présentera alors sous la forme $n_t = f(t)$, ce qui permettra la détermination de manière conventionnelle la vitesse et les énergies d'activation afin de faire une prédiction de la durée de vie.

3. Vieillessement par absorption d'eau

3.1. Hydrophile d'un polymère

3.1.1. Définition

L'hydrophile d'un polymère peut être apprécié d'après la quantité d'eau W_m (exprimée généralement en %) qu'il est capable d'absorber à l'équilibre, dans un milieu isotherme un taux hygrométrique constant proche de 100% HR. Le temps au bout duquel cet équilibre est atteint est donné par la relation suivante [26] :

$$t = \frac{L^2}{D} \quad (\text{II.5})$$

avec :

L : Epaisseur de l'échantillon.

D : Coefficient de diffusion de l'eau dans le polymère, compris entre 10^{-11} et 10^{-14} .

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

Comme nous l'avons dit précédemment l'un des facteurs qui peuvent influencer la diffusion d'un solvant dans un polymère, est la structure chimique de celui-ci. Le problème peut être abordé par l'étude des paramètres de solubilité. Sachant que l'eau se distingue des autres solvants usuels par son paramètre de solubilité très élevé $\delta_p = 40 \text{ MPa}^{1/2}$, alors que peu de polymères dépasse $30 \text{ MPa}^{1/2}$. Van Krevelem tire la règle grossière suivante [27] : « un polymère est d'autant plus hydrophile que son paramètre de solubilité est plus élevé ».

3.1.3 Influence des conditions d'exposition à eau

En milieu atmosphérique, la concentration d'eau à l'équilibre dans un polymère W_m est une fonction croissante de l'hygrométrie relative HR. Généralement, on écrit [28] :

$$W_m = K(HR)^\alpha \quad (\text{II.6})$$

avec :

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

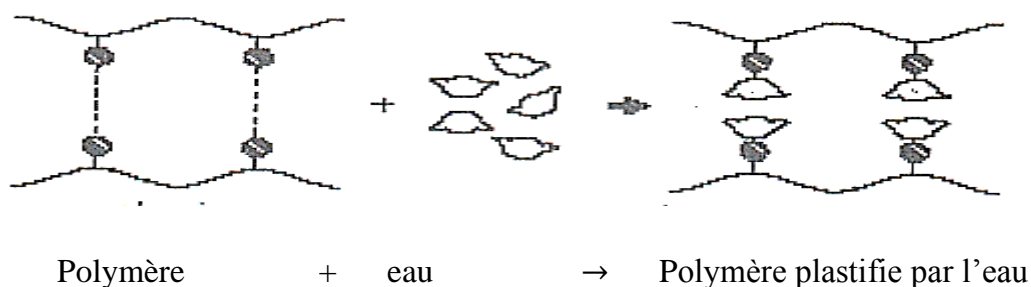
α : Exposant généralement voisin de l'unité sauf complication liées à une démixtion.

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

3.2. Conséquences physiques de l'absorption d'eau

3.2.1. Plastification par l'eau

3.2.1.1. Principe de la plastification



Zones hachurées : groupement polaires.

Figure II.6 : Effet de plastification d'une macromolécule.

Les effets de plastification sont très visibles dans le cas des polymères les plus hydrophiles, tels que les polyamides et les poly époxydes. Lorsque les molécules d'eau pénètrent dans le réseau macromoléculaire, elles brisent les liaisons secondaires entre groupes polaires portés par des chaînes voisines pour établir des liaisons préférentielles entre eux. Le processus de la plastification est schématisé à la figure II.6.

En l'absence de réaction d'hydrolyse, les effets de la plastification sont réversibles autrement dit les propriétés initiales sont restaurées après dessiccation.

3.2.1.2. Conséquences de la plastification

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

- la plastification d'un matériau par l'eau détruit partiellement la cohésion mécanique du réseau macromoléculaire, assurée initialement par les liaisons secondaires, augmentation ainsi la mobilité moléculaire ;
- Diminution de la température de transition vitreuse T_g . En effet, selon des études effectuées sur des époxydes réticulés par des amines, la chute de T_g peut atteindre 30 à 40°C pour une absorption d'eau de 2 à 3%, elle peut aller jusqu'à 80 °C pour les systèmes absorbant plus de 6%. Le phénomène peut être théoriquement prédit [29,30] ;
- Un gonflement qui peut être également prédit théoriquement [30] ;

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

- Rupture par gonflement différentiel ;
- Hydrolyse ;
- Relaxation de contraintes résiduelles, facilitée par l'état de plastification ;
- Réarrangements morphologiques divers, par exemple poste-cristallisation.

3.2.2. Gonflement différentiel

a- Au niveau microscopique

Si le matériau est hétérogène (cas des polyamides par exemple), seule la phase amorphe qui subit un gonflement par l'eau, par contre la phase cristalline demeurant stable. Par

conséquent, des conduites peuvent se développer à l'interface, qui peut éventuellement conduire à une rupture mécano- chimique de la chaîne [31].

a- Au niveau macroscopique

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

- **Matériau composite :**

Dans ce cas, seule la matrice absorbe les solvants, ce qui se traduit par un gonflement différentiel charge-matrice, d'où la fatigue mécanique de l'interface. La rupture des liaisons à ce niveau, entraîne une chute de propriétés mécaniques. Le vide ainsi créé entre la charge et la matrice devient un site d'accueil et de cheminement du solvant, ce qui accélère le processus de défaillance. C'est une des raisons pour lesquelles le choix et l'application d'agents de couplage sont souvent déterminants en ce qui concerne les propriétés à long terme.

- **Gonflement différentiel surface-cœur :**

Quand un solvant diffuse dans un polymère, il induit un gonflement. En régime transitoire, les zones superficielles et les zones internes du matériau contiennent des quantités de solvant, ce qui implique un gonflement différentiel générant des contraintes dans l'échantillon qui disparaissent lorsque l'équilibre est atteint donc une concentration constante en solvant dans l'épaisseur de l'éprouvette. Au cours d'un essai de sorption, les zones superficielles sont sollicitées en compression et les zones centrales en traction. La contrainte maximale en traction étant trois fois plus faible que la contrainte en compression. Lors de la désorption, une situation inverse apparaît. Dans le cas où le matériau à la fois hydrophile et rigide, les contraintes développées par un gonflement peuvent localement dépasser le seuil au delà duquel apparaît un endommagement irréversible du matériau. Le calcul des contraintes développées par un gonflement différentiel se fait en utilisant les modèles théoriques de Fick ou de Langmuir [32], ou bien en connaissant le paramètre mécanique, et la relation entre la teneur en eau et le taux de gonflement [33].

3.2.3. Endommagement d'un polymère par démixtion

L'absorption d'eau par un polymère peut être décrite comme étant l'évolution du système vers un équilibre. Ce dernier joue le rôle d'un régulateur. Pourtant dans certains cas

qui semblent violer les lois de la thermodynamique, on a observé que le système dépasse l'état d'équilibre et subit une démixtion. Une partie de l'eau absorbée se retrouve dans des microcavités. Ce phénomène peut avoir des effets défavorables sur le comportement mécanique, ce qui se traduit par un endommagement par démixtion. On distingue deux mécanismes :

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

3.2.4. Perte d'adjuvants

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

3.2.5. Conséquences sur les propriétés diélectriques

En plus des propriétés mécaniques et chimiques des polymères, d'autres conséquences de l'absorption d'eau peuvent apparaître sur les propriétés diélectriques. La teneur en eau se traduit par une diminution des propriétés diélectriques. En effet, le facteur de dissipation augmente et la rigidité diélectrique diminue [34].

L'humidité a une très grande influence sur la résistivité des matériaux isolant. Cette dernière diminue en fonction de la teneur en eau. La variation de la résistivité en fonction de la teneur en eau W_m (rapportée au produit supposé sec) peut prendre les deux formes principales suivantes [34] :

$$\rho = \rho_0 \exp(-\alpha \cdot W_m) \quad (\text{II.7})$$

ou bien

$$\rho = \rho'_0 \cdot W_m^{-n} \quad (\text{II.8})$$

avec :

α et n : Constantes caractéristiques du matériau.

ρ_0 et ρ'_0 : Résistivité initiales.

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

4. Vieillessement thermique

Sous l'action de la température, combinée ou non avec l'action chimique du milieu ambiant (oxygène humidité par exemple), des réactions de décomposition spécifiques à chaque polymère interviendront pour dégrader progressivement les caractéristiques du produit initial. Cette dégradation liée à des changements irréversibles du matériau peut réduire rapidement sa durée de vie. Les réactions chimiques qui interviennent sont des réactions de réticulation entre les chaînes d'oxydation et hydrolyse, etc. La cinétique de dégradation dépend de la concentration des différents constituants du polymère [35]. On a, en général, des phénomènes complexes faisant intervenir simultanément plusieurs réactions chimiques qui varient suivant le type de matériau [36]. La dégradation thermique, de même que la vitesse des réactions chimiques, est accélérée par l'élévation de la température. Les différents mécanismes de dégradation thermique des polymères ont été rapportés dans la littérature [37-39]. Plusieurs modifications des structures des polymères ont été observées : changement de couleur, diminution de volume, fragilisation [40], ... Des chercheurs ont mis en évidence la diffusion de produits; l'augmentation du taux de cristallinité [40,41], la migration de substance hors du matériau (plastifiant par exemple), rupture de chaînes et perte de masse et l'émission de gaz [40, 43,44]. Le vieillissement thermique peut conduire à la modification des propriétés électriques et mécaniques des polymères [40, 42, 44,46].

Les caractéristiques du vieillissement ou la stabilité à long terme des isolants solides doivent permettre de répondre à l'une des questions simples suivantes [47] :

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

Pour répondre, il suffit de connaître la relation contrainte- temps $C=f(t)$.

Dans le cas où la contrainte est la température, la procédure générale est de déterminer les variations d'une propriété en fonction du temps de vieillissement pour plusieurs

températures. La propriété peut être une propriété électrique (rigidité diélectrique par exemple), une propriété mécanique (allongement à la rupture par exemple) ou une perte de masse.

On s'intéresse à la caractéristique de la durée de vie de l'isolant en fonction de l'inverse de température absolue qui est connue sous le nom de graphique d'endurance thermique. Cette caractéristique est généralement déterminée à partir d'essais de vieillissement accéléré. Le critère de fin de vie d'un isolant correspond à une limite de dégradation de la propriété considérée qui est généralement prise égale à 50 % de la valeur initiale [48]. Le graphique d'endurance thermique d'un matériau donné permet de déterminer l'indice de température. Ce dernier est défini par le nombre égal à la température exprimée en degrés Celsius qui correspond à un temps donné normalement égal à 20 000 h [48]. Certains chercheurs prennent ce temps égal à 25 000 h et à même 40 000 h [48]. Les matériaux isolants solides sont classés suivant leur indice de température. La durée de vie est donnée donc par la formule suivante [50]:

$$t = A \exp \frac{B}{T} \quad (\text{II.9})$$

avec :

T : température absolue (°K)

A et B constantes

B=E/K ;

E : énergie d'activation.

K : constante de Boltzmann.

5. Vieillessement hydrothermique

Dans ce cas le matériau est soumis à l'action combinée de la température et d'humidité, Des travaux de recherche ont montré la dégradation de polymères soumis à un vieillissement hydrothermique [52]. Le vieillissement conduit à une augmentation de la masse des éprouvettes, à un changement de couleur, à une variation de la structure, une chute des propriétés mécanique. Une augmentation des pertes diélectriques a été mise en évidence. Des analyses physico-chimiques ont permis de constater une variation des températures de fusion et de transition vitreuse [56].

Chapitre III

Modèle statistique de Weibull

1. Loi de Weibull

Le modèle statistique de Weibull [57] exprime la probabilité de rupture d'une chaîne en fonction de la rupture d'un maillon [57,58]. La probabilité de rupture de la distribution de Weibull peut s'écrire sous sa forme générale [59] :

$$P(X) = \begin{cases} 1 - \exp \left[- \left(\frac{X-X_s}{X_0} \right)^\alpha \right] & X_s < X < +\infty \\ 0 & X < X_s \end{cases} \quad (III.1)$$

avec :

$P(X)$: probabilité de rupture.

X : variable aléatoire.

X_0 : Paramètre d'échelle.

X_s : Paramètre de localisation.

α : Paramètre de forme.

Selon la valeur du paramètre de localisation X_s , on distingue deux modèles [60].

1.1. Modèle de Weibull à deux paramètres

Dans le cas où $X_s = 0$, le modèle de Weibull est dit à deux paramètres. Le formalisme de Weibull s'écrit comme suit [69,58] :

$$P(X, \alpha) = 1 - \exp \left[- \left(\frac{X}{X_0} \right)^\alpha \right] \quad (III.2)$$

où sous sa forme linéaire :

$$\text{Log ln } \frac{1}{1-P(X,\alpha)} = \alpha \log X - \alpha \log X_0 \quad (III.3)$$

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

1.2. Modèle de Weibull à trois paramètres

Dans ce cas $X_S \neq 0$ et on a [57] :

$$P(X, \alpha) = 1 - \exp - \left[\frac{(X-X_S)^\alpha}{(X_0-X_S)^\alpha} \right] \quad X > 0 \quad (\text{III.4})$$

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

2. Signification des paramètres de Weibull

2.1. Paramètre d'échelle

Il est destiné à définir une valeur centrale caractéristique de la population étudiée.

Ce paramètre correspond à une densité de probabilité maximale.

Pour $X=X_0$, $\log \ln \frac{1}{1-P} = 0$ et on déduit $P = 1 - \frac{1}{e} = 63,2 \%$.

2.2. Paramètre de forme α

C'est un nombre sans dimension. C'est la pente de la caractéristique du modèle de Weibull dans sa représentation linéaire. Il est, par conséquent, l'image de la dispersion de la variable aléatoire. Plus α est grand, moins les valeurs sont dispersées [62]. D'après Oudin et al [61] :

- Si $\alpha < 1$, on a une « mortalité infantile » des échantillons. Ainsi, les éléments défectueux échouent et tombent en panne tôt et le taux d'échec ou bien la probabilité de claquage diminue avec le temps, cette mortalité est aussi appelée « défauts de jeunesse » [63].
- Si $\alpha = 1$, la loi de Weibull correspond à la loi de poisson et la probabilité de claquage est indépendante du temps d'application de la tension.
- Si $\alpha > 1$, la probabilité de claquage augmente avec le temps. Ce qui correspond à un vieillissement normal. c'est à dire à une fatigue initialement nulle et qui s'accroît avec le temps [61, 63].

2.3. Paramètre de localisation X_S

La variable X_S apparait comme un seuil en dessous duquel le vieillissement se trouve considérablement ralenti, la durée de vie du matériau tend alors vers l’infini, c’est à dire $P(X < X_S) = 0$. La valeur du seuil est forcément inférieure à la plus faible valeur trouvée expérimentalement. Plusieurs chercheurs se sont intéressés à la détermination du seuil de rupture diélectrique des isolants solides [64, 65].

3. Avantages de la loi de Weibull

Oudin et al ont montré que [61] :

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

4. Diagramme de Weibull

Cette méthode consiste à classer les valeurs de $X_i, i= 1, 2,3,\dots, N$ (N étant le nombre total d’échantillons testés) par ordre croissant. La probabilité de rupture P_i , donnée par la méthode des rangs moyens, pour N grand est [60] :

$$P(i) = \frac{i}{N+1} \tag{III.5}$$

avec :

i : Rang des valeurs X_i après classement par ordre croissant.

N : nombre d’éprouvettes perforées.

Si $N < 20$, on utilise la méthode des rangs médians qui est donnée par la formule suivante [71] :

$$P(i, N) = \left[\frac{0,69}{N} + (i - 1) \left(\frac{1}{(N-1)} - \frac{1,38}{N(N-1)} \right) \right] \tag{III.6}$$

5. Application du modèle de Weibull à l'étude de la tenue diélectrique des isolants solides

Une base de la théorie statistique de rupture diélectrique a été présentée par Dissado [66]. Le modèle statistique de Weibull est très utilisé pour l'évaluation de la fiabilité des câbles électriques [67, 68].

5.1. Tenue diélectrique à long terme

La probabilité de claquage sous un champ électrique constant s'écrit [61] :

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

avec :

G : Champ électrique appliqué

C : Constante dépendant de la géométrie de l'échantillon.

t : Temps au bout duquel se produit le claquage.

a : Paramètre de dispersion en temps.

b : Paramètre de dispersion en champ.

Avec $n = \frac{b}{a}$, n est le coefficient d'endurance électrique.

La relation se met souvent sous la forme explicite [61] :

$$P(G, t, v) = 1 - \exp\left[-\left(\frac{G}{G'_0}\right)^a \left(\frac{t}{t'_0}\right)^b \left(\frac{v}{v_0}\right)\right] \quad (\text{III.8})$$

Où :

G'_0 , t'_0 et v_0 sont les valeurs d'échelle respectivement à la contrainte G , à la durée t et au volume v de l'échantillon étudié.

5.2. Tenue diélectrique à court terme

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

$$G = v.t \quad (\text{III.9})$$

Avec :

G : champ électrique appliqué.

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

t : temps au bout duquel se produit le claquage.

En remplaçant t par sa valeur dans l'expression (III.7), on obtient l'expression de la probabilité de claquage :

$$P(G) = 1 - \exp \left[-c \frac{G^{a+b}}{v^a} \right] \quad (\text{III.10})$$

Le modèle statistique est utilisé pour l'évaluation de la tenue diélectrique des isolants solides sous rampe de tension à vitesse constante [62, 69-70].

Chapitre IV

Résultats et discussions

Dans ce chapitre, nous présentons les dispositifs expérimentaux utilisés pour notre étude, suivie d'une analyse statistique des valeurs de la tension de claquage en utilisant le modèle de Weibull.

1. Préparation des échantillons

Une bobine de fil de cuivre émaillé, fournie par l'Entreprise nationale TREFICUIVRE, a été utilisée pour nos expériences. Elle est constituée de fil de cuivre de diamètre de 0.63 mm et recouverte de couche de polyamide imide et de polyester- imide de grade 2 et de classe C (220°C). La figure IV.1 montre la bobine.



Figure IV.1 Bobine de fil de cuivre émaillé au polyamide imide et de polyester imide.

A partir d'une longueur de fil de cuivre de 400 mm, des échantillons en forme de torsade ont été confectionnés à l'aide du tour à bobiner montré à la figure 4.2. La longueur des éprouvettes est de 125 ± 5 mm conformément aux recommandations de la norme NF EN 60317-0-1[72]. La force de traction exercée et le nombre de tours nécessaire pour la réalisation d'une torsade sont indiqués dans le tableau IV.1 et conformes aux recommandations de la norme NF EN 60317-0-1. Les deux extrémités ont été ensuite dénudées comme le montre la figure IV.3 la boucle de torsade est coupée en deux points afin d'obtenir entre les deux extrémités une distance suffisante pour éviter le court-circuit lors des essais de claquage. Ces deux extrémités ont été écartées (figure IV.4).



Figure IV.2. Tour à bobiner avec échantillon en cours de réalisation.

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

Tableau IV.1 charge et nombre de tours appliqués à la torsade [72].



Figure IV.3. Boucle formée de la torsade confectionnée avec le tour à bobiner.



Figure IV.4. Éprouvette en forme de torsade réalisée.

2. Dispositifs expérimentaux

2.1. Vieillessement hydrothermique

Plusieurs échantillons confectionnés ont été immergés dans une casserole remplie d'eau. L'ensemble a été introduit dans une étuve à air ventilée réglée à 80°C comme le montre la figure IV.5. Après des temps de vieillissement de 500 h, une population de 80 éprouvettes a été prélevée. Suite à l'évaporation de l'eau, une quantité a été rajoutée de telle sorte que la partie torsadée des échantillons soit complètement immergée. Après chaque prélèvement, l'eau a été complètement remplacée.



Figure 4.5. Etuve dans le quelle les échantillons ont été vieillis.



Figure IV.6. Échantillons en cours de vieillissement.

2.2. Conditionnement des éprouvettes

Conformément aux recommandations de la norme NF EN 60317-0-1, avant d'effectuer les essais de claquage, les éprouvettes ont été conditionnées dans un dessiccateur contenant du gel de silicone, pendant au moins 24 h afin d'éliminer toute présence d'humidité dans les éprouvettes. La figure IV.7 montre des éprouvettes conditionnées dans le dessiccateur.



Figure IV.7. Éprouvettes en cours de conditionnement dans un dessiccateur.

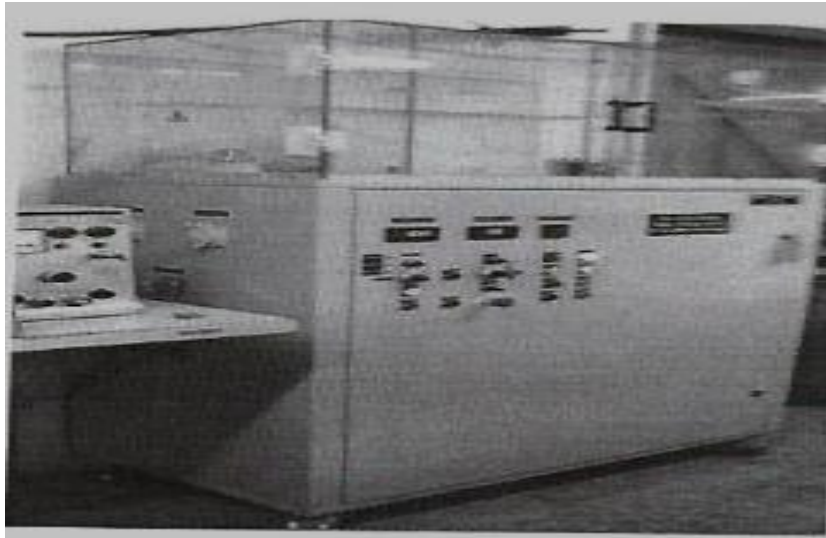


Figure IV.8. Générateur de haute tension utilisé pour les essais de claquage.

Les expériences ont été réalisées à l'air libre à l'aide d'un générateur de haute tension à courant alternatif, de fréquence 50 Hz comme l'indique la figure IV.8. Les essais consistent à soumettre l'éprouvette (les deux parties en cuivre dénudé) considérée à une rampe de tension de vitesse constante de 0,5 KV/s jusqu'au claquage. Après rupture, la tension correspondante a été relevée. La figure IV.9 présente une éprouvette soumise à l'essai de rupture diélectrique.

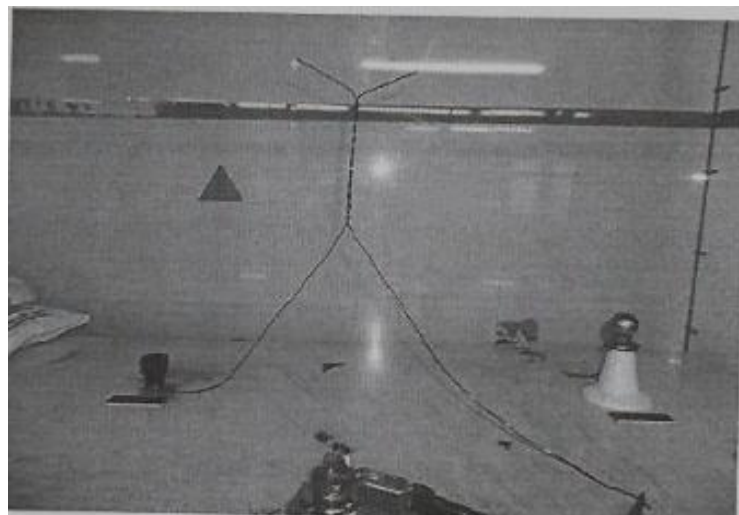


Figure IV.9. Éprouvette au cours de l'essai de claquage.

3. Traitement statistique des données

Pour l'analyse statistique des valeurs de la tension de claquage, nous avons utilisé le modèle de Weibull [57] qui a été décrit dans le chapitre III. Le calcul des coordonnées des points expérimentaux dans une représentation de Weibull conduit aux expressions suivantes :

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

$$Y_i = \log \ln \left(\frac{1}{1-P_i} \right) \quad (\text{IV.2})$$

avec :

V_i : Tension de claquage.

P_i : Probabilité de rupture.

3.1. Calcul des probabilités de rupture

La probabilité de claquage a été calculée en utilisant la relation suivante [60]:

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

avec :

i : Rang des valeurs X_i après classement par ordre croissant.

N : Nombre d'éprouvettes perforées. Dans notre cas $N=80$.

3.2. Lissage des points expérimentaux

La statistique de Weibull est une loi à valeurs extrêmes dont la fonction de distribution est par conséquent non symétrique. La méthode des moindres carrés est celle du maximum de vraisemblance sont les plus employées pour le lissage des points expérimentaux. Un lissage réalisé par la méthode des moindres carrés ne serait pas strictement valide d'un point de vue statistique, puisqu'il prend en compte les points expérimentaux sans leur accorder un poids statistique particulier. Les estimations au mieux des paramètres seraient plus rigoureuses en utilisant la méthode du maximum de vraisemblance [62].

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

3.3. Détermination des facteurs d'échelle et de forme

La valeur nominale de la tension de claquage ou facteur d'échelle correspondant à une probabilité de 63,2 % a été déterminée pour chaque temps de vieillissement. Il l'en est de même pour le facteur de forme.

4. Résultats et discussions

4.1. Diagramme de Weibull à deux paramètres

Dans les figures IV.10 - IV.15 sont exposés les diagrammes de Weibull à 2 paramètres. L'équation de la meilleure droite de Weibull a été donnée.

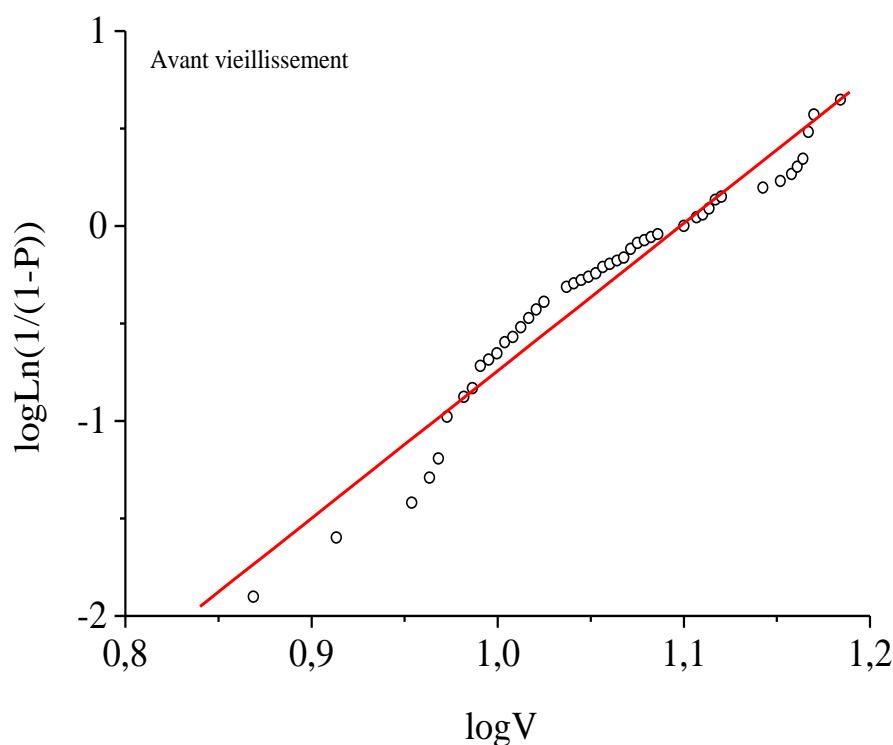


Figure IV.10. Diagramme de Weibull de la tension de claquage avant vieillissement

$$Y = 6,988 X - 7,701.$$

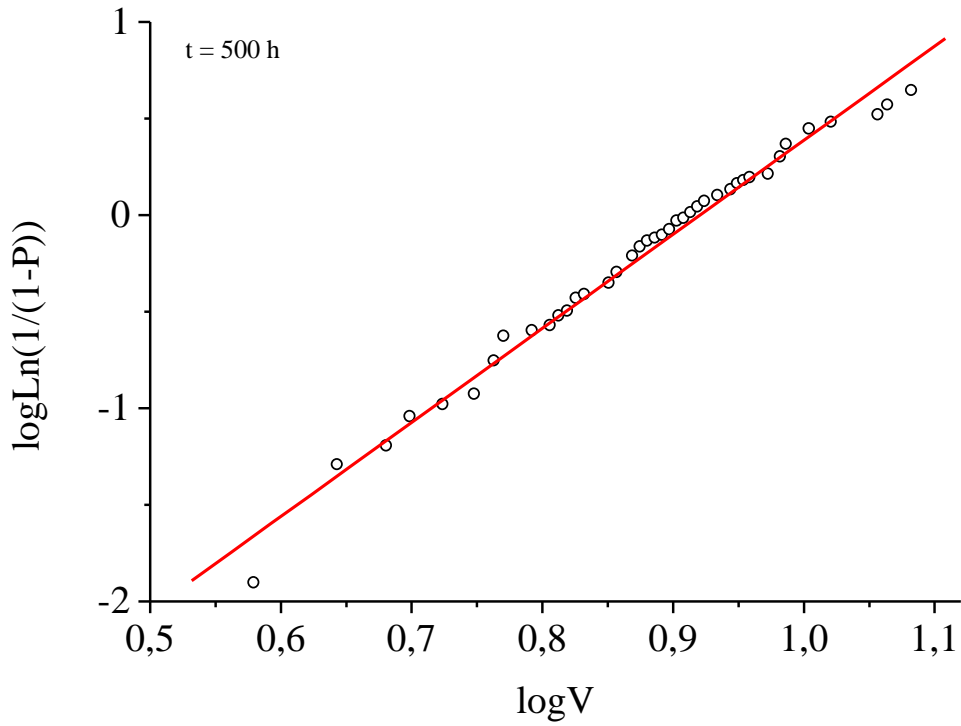


Figure IV.11. Diagramme de Weibull de la tension de claquage pour un temps de vieillissement de 500 h

$$Y = 4,816 X - 4,437.$$

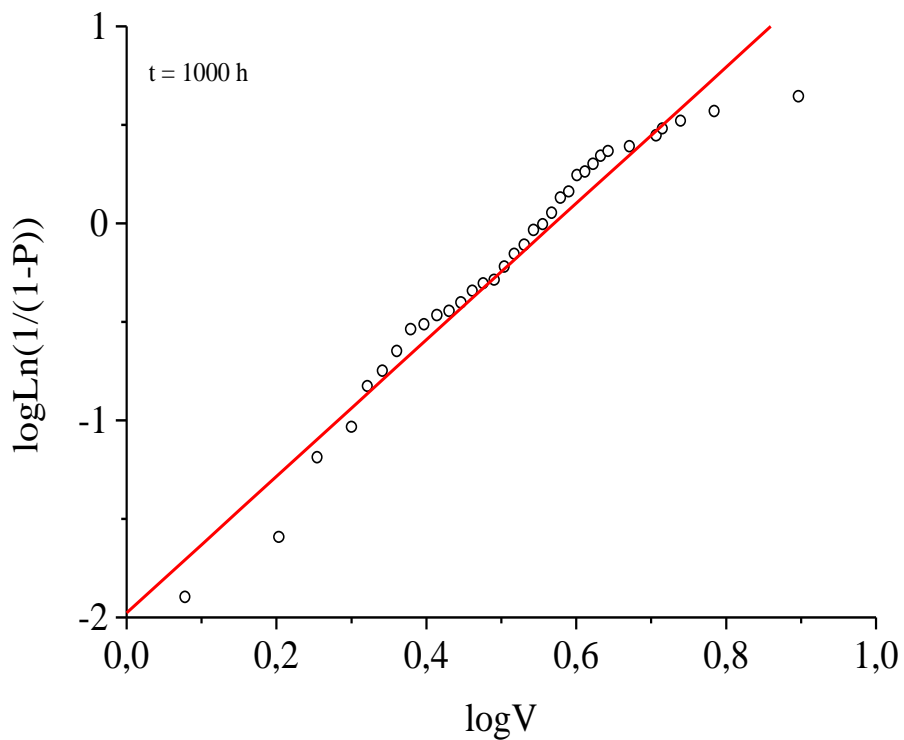


Figure IV.12. Diagramme de Weibull de la tension de claquage pour un temps de vieillissement de 1000 h

$$Y = 3,132 X - 1,781.$$

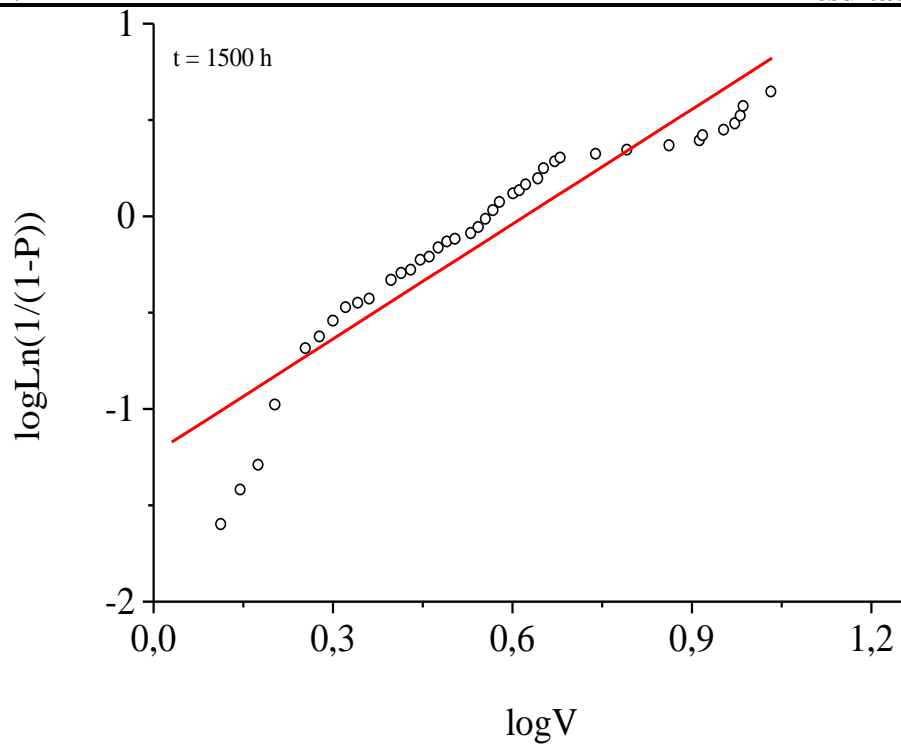


Figure IV.13. Diagramme de Weibull de la tension de claquage pour un temps de vieillissement de 1500 h

$$Y = 1,827 X - 1,112.$$

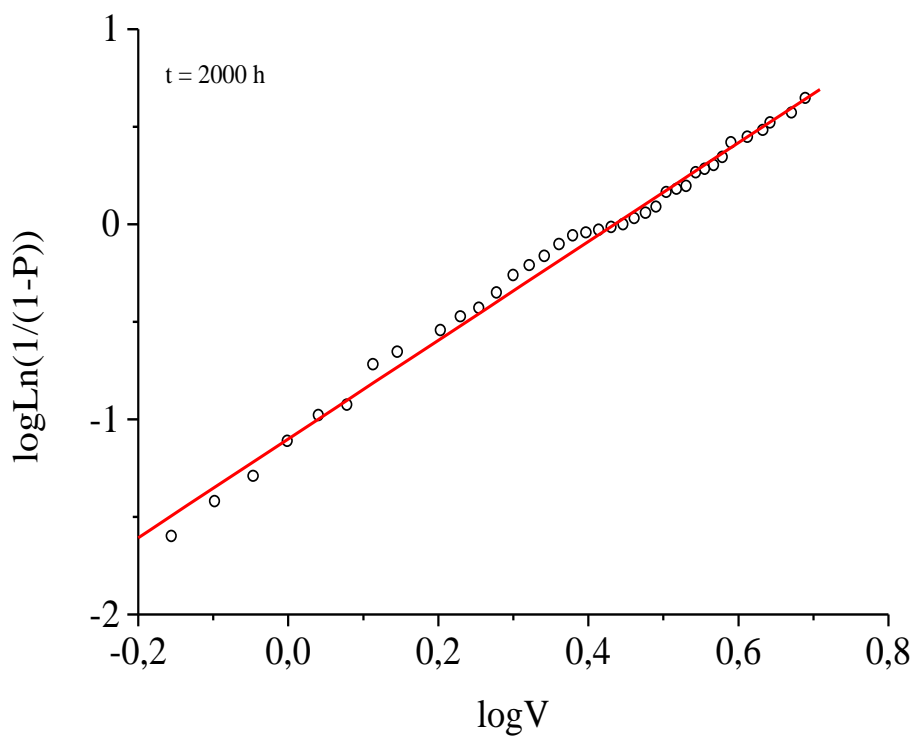


Figure IV.14. Diagramme de Weibull de la tension de claquage pour un temps de vieillissement de 2000 h

$$Y = 2,593 X - 1,133.$$

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

A la figure IV.15 est exposée la variation de la tension nominale de claquage en fonction du temps de vieillissement. Nous constatons, au début du vieillissement, que la caractéristique décroît rapidement. Au-delà d'un temps de vieillissement de 1000 h, la tension de claquage diminue lentement. La diminution de la tension de claquage a atteint 78,1% après 2000 h.

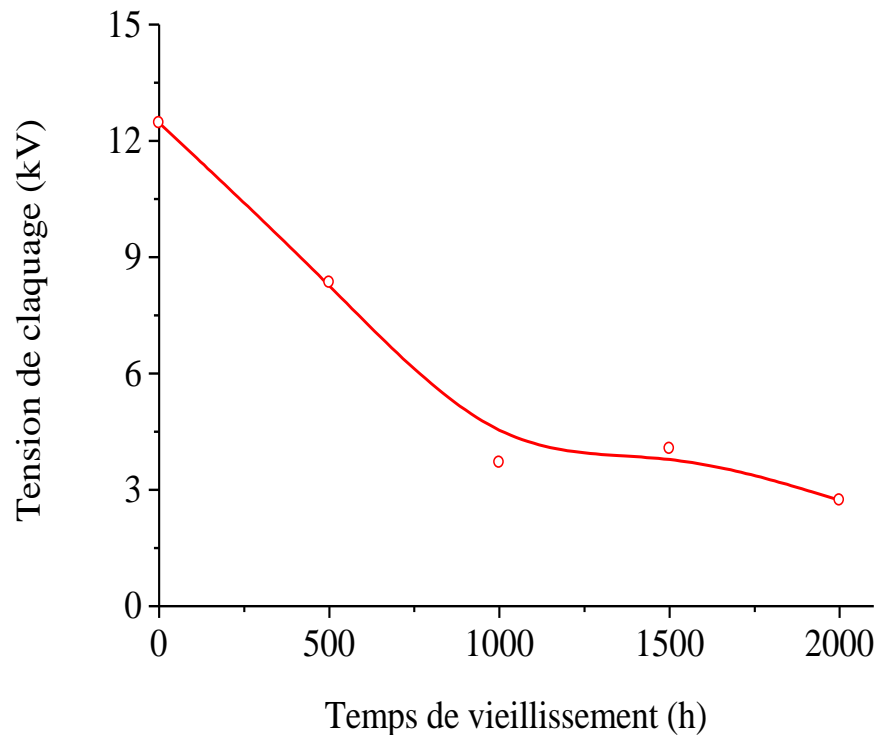


Figure IV.15. Variation de la tension de claquage en fonction du temps de vieillissement.

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

L'évolution du facteur de forme en fonction du temps de vieillissement est présentée à la figure IV.16. Au début du vieillissement, le facteur de forme diminue rapidement de 6,988 à 1,827 correspondant à 1500 h, ensuite il augmente légèrement.

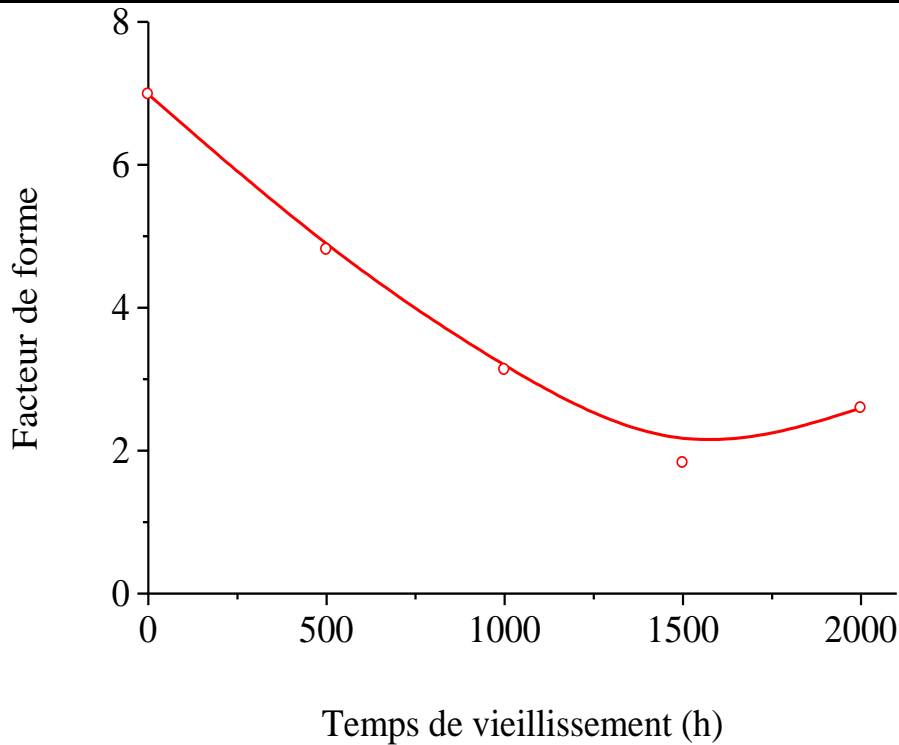


Figure IV.16. Variation du facteur de forme en fonction du temps de vieillissement.

Chauvet a montré, au cours de son étude sur la rupture diélectrique à court terme du polyéthylène, que plus le facteur de forme est grand, moins la distribution est dispersée [62]. Nous pouvons conclure que la distribution des points expérimentaux est plus dispersée dans le cas du temps de vieillissement de 1500 h correspondant à un facteur de 1,827. De même, la distribution est moins dispersée avant vieillissement dont le facteur de forme est de 6,988.

5. Discussion et essai d'interprétation

D'après nos résultats, il ressort :

- La dispersion des points expérimentaux varie d'une distribution à une autre. Nous constatons, dans la plupart des cas, que les données sont plus dispersées pour les faibles probabilités.
- La caractéristique donnant la valeur nominale de la tension de claquage en fonction du temps de vieillissement est une courbe décroissante.
- Le claquage se fait par arborescence électrique ou arborescence électrochimique due à la présence d'eau dans le polymère. En effet, l'eau peut diffuser dans le matériau et produirait un gonflement de ce dernier conduisant à la création de fissures. Quand le diélectrique est soumis à un champ électrique, il y a création d'une arborescence d'eau

(électrochimique) conduisant à la rupture. La présence de molécules d'eau facilite l'initiation d'arborescence. La diffusion de l'eau est accélérée par la température.

- La courbe donnant la variation du facteur de forme en fonction du temps de vieillissement traduit la répartition aléatoire des défauts au sein du diélectrique. On sait que ces défauts existent à l'intérieur de l'isolant solide ou sont créés durant le vieillissement.
- La dégradation du polymère est caractérisée par l'apparition de tâches sombres à la surface des échantillons. Nous avons remarqué un changement de l'état de surface des éprouvettes vieilles.

Conclusion

CONCLUSION

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

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

L'étude montre que la tension de claquage du polymère décroît en fonction du temps de vieillissement. Cette diminution traduit la dégradation de l'isolant. La dispersion des points expérimentaux varie d'une distribution à une autre. Dans la plupart des cas, les données sont plus dispersées pour les faibles probabilités.

La rupture diélectrique se fait par arborescence électrique ou arborescence électrochimique due à la présence d'eau dans le polymère. En effet, l'eau peut diffuser dans le matériau et produirait un gonflement produisant des fissures. La présence de molécules d'eau facilite l'initiation d'arborescence. La diffusion de l'eau est accélérée par la température.

La courbe donnant la variation du facteur de forme en fonction du temps de vieillissement traduit la répartition aléatoire des défauts au sein du diélectrique. On sait que ces défauts existent à l'intérieur du diélectrique solide ou sont créés durant le vieillissement. La dégradation du polymère est caractérisée par l'apparition de tâches noires à la surface des échantillons.

Comme perspectives, nous envisageons compléter ce travail par des analyses physico-chimiques: spectroscopie infrarouge (FTIR), analyse enthalpique différentielle (DSC), analyse thermogravimétrique (ATG) et microscope électronique à balayage (MEB),...etc.

Bibliographie

Bibliographie

- [1] F. Aymonino, contribution à l'étude du comportement des systèmes d'isolation des machines tournantes à courant alternatif fonctionnant sous très hautes températures (240 - 400°C) Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier de Toulouse, 2008.
- [2] H. H, Nicole, H. Ehrithopher, J Plummer, P. Decroly. Traité des matériaux, Matériaux polymères propriétés mécaniques et physiques, Presses polytechniques et universitaires, Romande, 2001.
- [3] M.F. Ashby, David R.H. Jones, Matériaux, microstructure et mise en œuvre, édition Dunod, Septembre 1999.
- [4] P. Koechlin, Emaux isolants (fils émaillés). Techniques de l'ingénieur, D2630, 1983.
- [5] M. Leca. Segarceanu. S. Serban. Solubility, Curing and heat resistance of some ester-imide oligmers as a function of the nature and content of some comonomers, Thermochemica Acta , Vol. 299, pp. 153-160, 1997.
- [6] CEI 172, Méthodes d'essai pour la détermination de l'indice de température des fils de bobinage émaillés, 1981.
- [7] R. Fournié, Les isolants en électrotechnique, essais, mécanismes de dégradation, applications industrielles, édition Eyrolles, 1990.
- [8] M.P. Stevens, Polymers chemistry, an introduction, New York oxford, University Press, 1999.
- [9] M. Sukumar. D. Sajal, Synthesis and properties of polyesterimide and their isomers, Journal of Applied Polymer Science, Vol. 26, pp.957-978, 1981.
- [10] CEI. 317.8, Spécification pour types particuliers de fils de bobinages. Fils de bobinage de section circulaire en cuivre émaillés avec polyester-imide, class 180, 1988.
- [11] W. P. Chiang .W. C .Chiang, Condensation, polymerization of multifunctional monomers and properties of related polyester resins. Thermal properties of polyesterimide varnishes, Journal of Applied Polymer Science, Vol. 35, pp.1433-1439, 1988.
- [12] C. Marais, G. Villoutreix, Mise en œuvre et propriétés de la résine polyimide, PMR15, Matériaux et technique, 1996.

Bibliographie

- [13] M. Nedjar, Investigation in thermal endurance of polyesterimide used in Electrical machines, *Journal of Applied Polymer Science*, Vol.121, pp, 2886-2892, 2011.
- [14] M. Nedjar, Y. Mecheri. A.Lamure. M. Aufray, C. Drouet, Effect of moisture of the breakdown voltage of polyesterimide used in electrical machines, 2010. *Annural Report Conference of Electrical Insulation and Dielectric Phenomena*, pp.74 -77, 2010.
- [15] M. Nedjar, SH. Ould Ouali, Statistical investigation of short term dielectric breakdown of polyester-imide used in electrical machines, *Annales de chimie, Science des Matériaux*, Vol. 36 N°2, pp.59-72, 2011.
- [16] J.E. Mark, *Data handbook*, Oxford University Press. Inc1999.
- [17] G.V. Cekis, *Modern Plastic*, Mid- October Encyclopedia issue, 1990.
- [18] F. Kerkarine, Effet de l'humidité sur la tenue diélectrique de polyamide imide, *Mémoire de Magister*, Université Mouloud Mammeri de Tizi Ouzou, 2010.
- [19] J. Verdu, Vieillissement physique des polymères, *Techniques de l'ingénieur*, A3 150, 1990.
- [20] J. Verdu, *Vieillissement des plastiques*, édition AFNOR, Paris, 1984.
- [21] B. Dewimille, Vieillissement hydrothermique d'un matériau composite fibre de verre résine époxyde, *Thèse ENSMP juillet 1981*.
- [22] J. Mercier, *Prise en compte du vieillissement et de l'endommagement dans le dimensionnement de la structure en matériau composite*, Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Paris 2006.
- [23] F.N. Kelley, F. Bueche, Viscosity and glass temperature relation for polymers – diluents systems, *Journal of Applied Polymers Science*.Vol.50, pp 549-556,1961.
- [24] D. Colombini, J.J Martinez-Vega, G. Merle, Dynamic mechanical investigation of the effects of water sorption and physical ageing on an epoxy resin system, *Polymer* 43,pp 4473-4485, 2002.
- [25] M.E.R. Shanahan, Water absorption and desorption in an epoxy resin with degradation, *Journal of Polymer Science, Part B, polymer physic*, Vol. 35, pp. 2659-2670, 1997.
- [26] J. Verdu, *Action de l'eau sur les plastiques AM 3151*, *Techniques de l'ingénieur*, 2000.

Bibliographie

- [27] D.W. Krevellen, Properties of polymers Elsevier, pp. 420-25, 1976.
- [28] A.C. Loos, G.S. Springer, Moisture absorption of graphite- epoxy composition immersed in liquids and in humid air, Journal of Applied Polymers Science, Vol. 13, pp.131, 1979.
- [29] C.E. Browing, the mechanism of elevated temperature property losses in high performance structural epoxy resin matrix after exposure to high humidity environment, Polymers Engineering and Science, 18 N°1, pp. 16-24, 1978.
- [30] E. L. Mckgue, J. D. Reyrolds, J. E . Halkais, swelling and glass transition relation for epoxy matrix in humid environment, Journal of Applied Polymers Science, pp. 1643-57. 1978.
- [31] M. Varma, Die micromole, chimie, pp. 130- 261.1969.
- [32] P. Bonniau, A. R. Bunsell, A Comparative study of water absorption theories applied to glass epoxy composite, Journal of Applied Polymer Science, pp. 872. 1981.
- [33] S. Gazit, Dimensional changes in glass filled epoxy a result of absorption of atmospheric, Journal of Applied Polymer Science, pp. 3547- 58, pp. 17- 21, 1978.
- [34] J.C. Dubois, Propriétés diélectriques des plastiques, Techniques de l'ingénieur, AM. 3140- 2001.
- [35] Ivan N. Levine, Physical chemistry, MC graw hill, 1978.
- [36] Derek, R. Augood, Dielectric aging-overview and comment, Conference Record of 1978 IEEE International Symposium of Electrical Insulation, June 12-14, pp. 17-21. 1978.
- [37] P. Paloniemi, Theory of equalization of thermal ageing processes of electrical insulating materials in thermal endurance tests, I: Review and theoretical basis of test methods and chemical and physical aspects of ageing, IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. EI-16 N° 1, pp 1-6, February 1981.
- [38] R. Batrikas, Electrical proprieties of solid insulating materials: measurement techniques, Engineering Dielectrics, Volume IIB, chapter 5, 1987.

Bibliographie

- [39] D.J. Carlsson, D.M. Wiles, Degradation, in *encycl. Sc. Eng*, Vol.4 Second Edition, John Wiley, New York, pp.630-696, 1986.
- [40] M. Nedjar, A. Boubakeur, A. Bérroual, M. Bournane, Thermal aging of polyvinyl chloride used in electrical insulation, *Annales de chimie, Sciences des Matériaux*, pp.97-104, 2003.
- [41] J. F. Morel, Phung Dung, J. F. Joly, Thermal aging of bi axially PET films: relation between structural changes dielectric behavior, *IEEE Transaction on Electrical Insulation*, Vol. EI 15 N° 4, pp. 335-339, 1980.
- [42] J. F. Bellomo, T. Lebey, J. M. Araison, F. Peltier, Comparative study of the influence of the thermal aging on PET and PEN polymers, *IEEE International Conference On Conduction and Breakdown in Solids Dielectrics*, pp. 442- 446, 1995.
- [43] D. Braun, Recent development in degradation and stabilization, *Pure and Applied Chemistry*, Vol. 53, pp 549- 506, 1981.
- [44] G.C. Montanari, Thermal aging of EPR cables *Second International Conference on Properties and Dielectrics Materials*, pp 320-324, 1981.
- [45] T. Zaharexu, M. Giuyinca, Influence of thermal degradation of synthetic polymers (EPR, EPDM) on electrical characteristics, *IEEE 5th International Conference on Conduction and Breakdown in Solids Dielectrics*, pp. 473-476. 1995.
- [46] M. Nedjar, A. Boubakeur, A. Bérroual, M. Bournane, Influence of Thermal aging on the electrical properties of poly (vinyl chloride), *Journal of Applied Polymer Science*, Vol. 102, pp 4728- 4733, 2006.
- [47] B. Fallou, Comportements spécifiques des matériaux isolants soumis aux diverses contraintes (chaleur, champ électrique, radiations). *Résumé des connaissances actuelles et normalisation*, RGE N° 10, pp. 756-768, 1985.
- [48] IEC 216, Guide of determination of thermal endurance properties of electrical insulating materials, Part 1, 1974.

Bibliographie

- [49] K .M. Mathes, Thermal aging of electrical insulation technology and standardization, IEEE, International Conference on Properties and Application of Dielectric Materials, pp. 299-307, 1985.
- [50] R.A. Dixon, Thermal aging prediction from an Arrhenius plot with only one data point, IEEE transactions on Electrical Insulations, Vol. 67, pp. 113-122, 1981.
- [51] T.W. Dakin, Electrical Insulation deterioration treated as a chemical rate phenomenon A.I.E.E Transaction, Vol. 67, pp. 113-122, 1948.
- [52] H. Djidjelli, M. Kaci, T. Sadoun, D. Benachour, J. Farenc, J. Martinez Vega, Effect of hydrothermal aging on dielectric and mechanical properties of rigid poly (vinyl chloride), Macromolecular Materials Engineering, pp 407-411, 2001.
- [53] H. Djidjelli, M. Kaci, T. Sadoun, D. Benachour, J. Martinez Vega, affects of hydrothermal aging on the thermal behavior of poly (vinyl chloride) filled with wood flour polymers. International, pp. 1760-1765, 2004.
- [54] H.P. Abeysinghe, W. Edwards, G Pritchard, G. J .Swam Pillar, Polymer, Vol .23, pp. 1785-1790, 1982.
- [55] A. Apicalla, C. Migliaresi, I. Nicolas, L. Iaccarira, S. Roccotelli, The water aging of unsaturated polyester based composites: influence of resin chemical structure composites, pp. 387-392, 1983.
- [56] L. L Sobrinho, M. Ferriera, F. L Bastion, the effects of water absorption on ester vinyl resin system, Materials Research, Vol. 12 N° 3. pp. 253 -261, 2009.
- [57] W. Weibull, A statistical distribution function of wide applicability, Journal of Applied Mechanics, Vol.18, pp. 293-297, 1951.
- [58] F. Bournane, M. Bournane, M. Nedjar, A. Beroual, Apport de la loi de Weibull à la compréhension de la rupture diélectrique des isolants solides. 4^{ème} Conférence Nationale sur la Haute Tension, Ghardaïa, 16 et17 Janvier, 2000.
- [59] C. Chauvet, C. Laurent, Weibull statistics in short term dielectric breakdown of thin polyethylene films, IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol.28, N°1, 1993.

Bibliographie

- [60] A. Darhaoui, Caractérisation de la tenue diélectrique des polyéthylènes sous champ alternatif à 50 Hz, Thèse de Doctorat 3^{ème} cycle, Université Paul Sabatier, Toulouse, 1985.
- [61] J.M .Oudin, Y. Reyrolle, H .Thevenon, Théorie statistique du claquage électrique, R.G.E, N°4, pp.430-436, 1968.
- [62] C. Chauvet, Mise au point d'une méthodologie pour les essais de rupture à court terme en vue de la caractérisation des isolants synthétiques, Thèse de Doctorat, Université Paul Sabatier, Toulouse, 1992.
- [63] N. Khaleche. A. Boubakeur. A .Ouabdeslem et C .Laurent, Application de la loi de Weibull aux phénomènes de vieillissement et d'évaluation de la durée de vie du polychlorure de vinyle, 2^{ème} CEA94, Algérie, Novembre 1994.
- [64] C. Simon, Champ de seuil et fiabilité des câbles haute tension, Journées d'études Internationales sur les Câbles d'Énergie à Isolants Synthétiques (JICABLE), pp.226-232, 1987.
- [65] E. Loudghiri, Sur la notion de champ de seuil dans la tenue diélectrique aux temps courts des isolants solides, Thèse de Doctorat, Université Paul Sabatier, Toulouse, 1985.
- [66] L.A. Dissado, Theoretical basis of the dielectric breakdown, J. Phys. D. Appl. Phys, Vol. 23. pp. 1582-1591, 1971.
- [67] J .M. Oudin, Evaluation de la fiabilité des réseaux de câbles isolés à partir d'essais statistiques de claquage sur échantillons. Limites de l'extrapolation et anomalies statistiques possibles, RGE, tome 80, N°4, pp.330-334, 1971.
- [68] C. Simon, Recherche de la fiabilité des câbles exposés à des contraintes du gradient électrique, RGE, Tome 80, N°11, pp.831-836, 1971.
- [69] M. Nedjar, Evaluation de la tenue diélectrique à court terme et à long terme des polymères utilisés dans les dispositifs haute tension, Thèse de Doctorat Sciences physiques, Université Mouloud Mammeri de Tizi Ouzou, 2003.

Bibliographie

- [70] M. Nedjar, Y. Sadaoui, S. Rezgui, F. Namani, Statistique de Weibull dans l'étude de la tenue diélectrique du polyester-imide sous champ alternatif, Algerian Journal of Technology, Série B, Numéro Spécial, pp.64-67, 2009.
- [71] R. Elsobhi, Modélisation de la rupture diélectrique des isolants solides sous les effets thermiques et mécaniques combinés. Thèse de doctorat en Génie Electrique, Université Paul Sabatier de Toulouse, 1994.
- [72] Norme NFC EN 60371-0-1, Spécification pour types particuliers de fils de bobinage. Part 0 : Prescription générales, section, fils de section de cuivre émaillé, juin 2000.