

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE

**MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE
LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE**

ECOLE NATIONALE POLYTECHNIQUE



المدرسة الوطنية المتعددة التقنيات
Ecole Nationale Polytechnique

Département du Génie Electrique
Spécialité Electrotechnique

PROJET DE FIN D'ETUDES

**Influence du vieillissement thermique
cyclique sur les propriétés du PRC utilisé
dans l'isolation des câbles MT fabriqués
par EN.I.CA. Biskra**

Proposé et dirigé par :

Pr. A. BOUBAKEUR

Etudié par :

N. BENGUESSOUM

PROMOTION: JUIN 2007

Ecole Nationale Polytechnique, 10, Ave Hassen Badi, El-Harrach, Algérie

بِسْمِ اللَّهِ الرَّحْمَنِ الرَّحِيمِ

«قُلْ إِنَّ صَلَاتِي وَنُسُكِي وَمَحْيَايَ وَمَمَاتِي لِلَّهِ رَبِّ
الْعَالَمِينَ (162) لَا شَرِيكَ لَهُ وَبِذَلِكَ أُمِرْتُ وَأَنَا أَوَّلُ
الْمُسْلِمِينَ (163) قُلْ أَغْيَرَ اللَّهُ بَعْضَ رِبَّاءٍ وَهُوَ رَبُّ كُلِّ
شَيْءٍ وَلَا تَكْسِبُ كُلُّ نَفْسٍ إِلَّا عَلَيْهَا وَلَا تَزِرُ وَازِرَةٌ وِزْرَ
أُخْرَى ثُمَّ إِلَىٰ رَبِّكُمْ مَرْجِعُكُمْ فَيُنَبِّئُكُمْ بِمَا كُنْتُمْ فِيهِ
تَخْتَلِفُونَ (164)»

سورة الأنعام



Dédicace

Je dédie ce modeste travail :

*À Celle à qui mon coeur depuis sa naissance
n'a pu éprouver qu'amour et reconnaissance,
à celle qui a donné un sens à mon existence en
m'offrant une éducation*

digne de confiance

À ma cher Mère

À ceux qui sont très proches de mon cœur

À tout les membres de ma famille

À tous ceux qui m'ont formé

À la promotion 2007

REMERCIEMENT

Ce travail a été effectué sous la direction de Monsieur **A. BOUBAKEUR** Professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique (ENP) d'Alger. Qu'il me soit permis de lui exprimer mes meilleurs sentiments de gratitude et mes sincères remerciements pour sa grande patience, son aide et ses précieux conseils qu'il m'a apportés dans l'élaboration de mon travail.

Je remercie mes enseignements qui ont accepté de juger mon travail, et tous ceux qui m'ont formé.

Ce travail a été réalisé à l'EN.I.CA. Biskra, mes remerciements vont à :

- **M. M. LALLOUANI** et **M. S. BOUDJEMAA**, respectivement Chef du Service Laboratoires et Chef du Service Champ d'Essai pour leur soutien, leur aide et leurs conseils apportés le long de mon stage de formation et de m'avoir facilité l'accès aux équipements de laboratoire.
- **M. F. KAHLOUL** et **M. A. RAZIG** techniciens au Champ d'Essai de Moyenne Tension qui m'ont fait bénéficier de leur expérience afin d'accomplir ce travail dans un climat d'amitié.
- **M. I. BENSACI** Chef de Section Laboratoires des Essais Physiques et Electriques, et **M. M. E. BENAÏSSA** technicien dans les mêmes laboratoires pour leur soutien durant mes essais.
- **M. A. HAROUEL** Chef de Service de Formation à l'EN.I.CA. Biskra pour l'accueil qu'il m'a réservé et l'aide qu'il m'a apporté le long de mon stage.
- Tous les travailleurs du Champ d'Essai de Moyenne Tension pour leur aide et pour le climat d'amitié.

Je remercie également mes amis **B. BEKAKRA** et **D. KADEM** étudiants à l'Université Mohamed KHEIDAR de Biskra pour le soutien constant qu'ils m'ont apporté et le climat de fraternité réservé durant mon séjour à Biskra.

Enfin, je remercie toute personne qui a participé de près ou de loin à la réalisation de ce modeste travail.

TABLE DES MATIÈRES

TABLE DES MATIÈRES

Introduction générale	01
-----------------------------	----

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

Chapitre I : Généralités sur les polymères

Introduction	04
I.1. Définition	04
I.2. Exemple de polymères usuels	04
I.3. Classification des polymères	05
I.3.1. Origine du matériau	05
I.3.2. La structure chimique et la fonctionnalité des motifs	05
I.3.3. La géométrie de la macromolécule	07
I.4. La polymérisation	08
I.4.1. Polymérisation par étapes (polycondensation)	08
I.4.2. Polymérisation en chaîne (polyaddition)	08
I.5. Techniques de polymérisation	09
I.5.1. Polymérisation en masse	09
I.5.2. Polymérisation en suspension	10
I.5.3. Polymérisation en solution	10
I.5.4. Polymérisation en émulsion	10
I.6. Caractéristiques des polymères	11
I.6.1. Comportement chimique des polymères	11
I.6.2. Propriétés mécaniques des polymères	11
I.6.3. Propriétés thermiques	11
I.6.4. Propriétés électriques	12

Chapitre II : Polyéthylène Réticulé Chimiquement

II.1. Introduction	14
II.2. Polyéthylène basse densité (PEBD)	14
II.2.1. Fabrication	14
II.2.2. Les différents types de Polyéthylène basse densité	15
a) Le Polyéthylène basse densité radicalaire (PE-BDR)	15
b) Copolymères et terpolymères radicalaires	15
c) Polyéthylènes basse densité linéaires (PE-BDL)	15
II.2.3. Propriétés	16
a) Propriétés physico-chimiques	16
b) Propriétés mécaniques	17
c) Propriétés électriques	17
II.3. Polyéthylène haute densité (PEHD)	17
II.3.1. Fabrication	17
II.3.2. Propriétés	18
a) Propriétés physico-chimiques	18
b) Propriétés mécaniques	19
c) Propriétés électriques	19
II.4. Le polyéthylène réticulé chimiquement PRC	20
II.4.1. Principe de réticulation	20

II.4.2. Types de réticulation du PRC	23
1. Réticulation à la vapeur d'eau	23
2. Réticulation en gaz inerte chauffé	24
3. Réticulation par irradiation	24
4. Réticulation aux ultrasons	24
5. Procédé de réticulation SIOPLAS	25
II.4.3. Propriétés du PRC	25
a) Propriétés physico-chimiques	25
b) Propriétés électriques	25
c) Propriétés thermiques	26
d) Propriétés mécaniques	26
II.4.4. Avantages du PRC sur le PE	26
II.5. Conclusion	27

Chapitre III : Vieillissement thermique des polymères

III.1. Introduction	28
III.2. Polarisation des diélectriques	29
III.2.1. Définition	29
III.2.2. Principe de la polarisation	30
1. Echelle macroscopique	30
2. Echelle microscopique	31
III.2.3. Différents types de polarisation	33
A) Polarisation électronique	33
B) Polarisation ionique	34
C) Polarisation dipolaire ou d'orientation	34
D) Polarisation par charge d'espace ou interfaciale	36
III.2.4. Conduction des isolants polymères	37
III.2.5. Influence de la température sur les propriétés diélectrique des polymères	38
A) Résistivité transversale	38
B) Permittivité relative et facteur de pertes diélectriques	38
C) Rigidité diélectrique	40
III.3. Vieillissement physique	41
III.3.1. Vieillissement physique avec transfert de masse	41
A) Vieillissement par absorption de solvants (Pénétration de solvants)	41
B) Vieillissement par migration d'adjuvants (Perte d'adjuvants)	42
III.3.2. Vieillissement physique sans transfert de masse	42
A) Fissuration sous contrainte en milieu tensioactif	42
B) Vieillissement physique interne (évolution de la morphologie)	43
C) Vieillissement par chocs thermiques (variation de température)	43
D) Vieillissement par relaxation de volume et d'enthalpie	43
III.4. Vieillissement chimique	44
A) Coupure de chaînes statistiques	44
B) Dépolymérisation	44
C) Réticulation	44
D) Oxydation	45
III.5. Endurance thermique et durée de vie des polymères	45
III.5.1. Position du problème	45
III.5.2. Principe de la détermination de l'endurance thermique des isolants solides	47
III.5.3. Durée de vie	48
III.6. Conclusion	50

TRAVAIL EXPERIMENTAL**Chapitre IV : Techniques expérimentales**

Introduction	51
IV.1. Présentation de l'entreprise EN.I.CA. BISKRA	51
IV.2. présentation du câble.....	52
IV.2.1. Dimensions et caractéristiques du câble.....	52
IV.2.2. Constituants du câble	52
IV.2.3. Propriétés du compound	53
a) Enveloppe isolante	53
b) Ecran semi-conducteur.....	53
IV.2.4. Fabrication du câble	54
IV.3. Dispositifs expérimentaux	55
IV.3.1. Description du circuit de chauffage	55
IV.3.2. Mesure de la tension seuil d'apparition des décharges partielles.....	56
IV.3.3. Mesure du facteur de pertes diélectriques et de la permittivité relative.....	58
IV.3.4. Mesure de l'allongement à la rupture et de la résistance à la traction.....	59
IV.3.5. Mesure de l'allongement à chaud (H.S.T)	62

Chapitre V : Résultats et discussion

Introduction	63
V.1. Influence du vieillissement thermique cyclique sur les propriétés diélectriques du PRC..	63
V.1.1. Indice de pertes diélectriques en fonction du nombre de cycles de vieillissement.....	63
V.1.2. Variation du facteur de pertes diélectriques en fonction de la tension	65
V.1.3. Variation du facteur de pertes diélectriques en fonction de la température.....	68
V.1.4. Permittivité relative en fonction du nombre de cycles de vieillissement	69
V.1.5. Variation de la constante diélectrique en fonction de la température	71
V.1.6. Influence du vieillissement thermique cyclique sur la tension seuil d'apparition des décharges partielles.....	72
V.2. Influence du vieillissement thermique cyclique sur les propriétés mécaniques du PRC.	73
Conclusion générale.....	75
Références bibliographiques	77

INTRODUCCION

Les polymères synthétiques sont largement utilisés dans l'industrie électrique en raison de leurs performances mécaniques, leur bonne tenue électrique, leur facilité de mise en œuvre et leur faible coût. Ils servent dans l'isolation des bobines de transformateurs, des barres d'alternateurs, des câbles de transport d'énergie, dans la fabrication des condensateurs, l'enrobage des composants électriques etc. [1].

Les câbles isolés souterrains sont principalement employés, au moins jusqu'à présent, pour le transport et la distribution de l'énergie électrique dans les zones fortement urbanisées aux abords ou à l'intérieur des grandes villes, parfois pour résoudre les problèmes locaux particuliers, techniques ou d'environnement, pour lesquels la mise en œuvre de lignes aériennes est difficile ou impossible. Toutefois, les câbles souterrains sont de plus en plus utilisés en moyenne tension, même en zone rurale ou semi-rurale.

Depuis 1940 le polyéthylène (PE) a été et continu d'être largement utilisé dans la fabrication des câbles, en raison de son faible coût et de sa facilité de sa mise en œuvre [2]. Cet excellent matériau d'isolation, utilisé généralement en haute fréquence, est caractérisé par une très bonne rigidité diélectrique et de faibles pertes diélectriques. Par contre son comportement thermique limite assez sévèrement son emploi lorsqu'on l'utilise en haute tension [3].

Devant la nécessité croissante au fil des années, de voir augmenter le niveau de tension de service, le problème de la tenue en température des câbles s'est trouvé posé. C'est ainsi qu'a été introduite la méthode de réticulation qui offre au PE un comportement à long terme amélioré. Le résultat de la réticulation du PE est le Polyéthylène Réticulé, noté, dans le cas d'une réticulation par voie chimique le PRC en français et XLPE dans la littérature anglo-saxonne (Cross-Linked Polyethylene) [2].

Le Polyéthylène Réticulé Chimiquement (PRC) grâce à sa structure, de ses excellentes qualités diélectriques et mécaniques et par suite de son bon comportement aux contraintes thermiques, est devenu un produit de remplacement du Polyéthylène (PE) dans la fabrication des câbles de transport d'énergie électrique. Cependant et malgré toutes les précautions prises lors de leur mise en œuvre, les câbles isolés au PRC connaissent, à travers le monde, certaines difficultés en termes de durée de vie. Les principales causes de leur vieillissement prématuré sont souvent associées au processus de fabrication. L'existence, dans l'isolation de vacuoles sièges de décharges partielles, d'impuretés et de l'humidité pourrait, plus au moins conjointement, contribuer, en présence des contraintes électriques et thermiques, à la dérive des propriétés diélectriques et mécaniques du matériau en fonction du temps, qui peut dans certains cas devenir forte et conduire à la détérioration de l'isolant par rupture diélectrique ou thermique.

Soumis au vieillissement électrique en exploitation, le PRC est aussi soumis au vieillissement thermique. L'effet de la chaleur sur le PRC peut se manifester de deux manières différentes. La première concerne l'effet instantané sur le matériau dû à une forte élévation de la température, la seconde quant à elle concerne l'effet d'une température pas trop élevée sur le matériau lorsque ce dernier est exposé à la chaleur pendant un temps assez long. Cet effet de la chaleur peut avoir plusieurs conséquences sur le comportement du PRC. Ces conséquences peuvent se manifester par une modification de la structure, un rétrécissement du matériau et un changement de couleur, ainsi qu'une perte de masse [2].

L'influence de la contrainte thermique sur la tenue à long terme du PRC a fait l'objet de nombreuses investigations. Les travaux effectués par H. St-Onge et al [2] sur le PRC utilisé dans l'isolation des câbles de transport d'énergie électrique, ont montré que la contrainte thermique accélère le vieillissement et que son influence est concentré principalement au niveau de la morphologie du matériau par la variation du rapport cristallin-amorphe. Dans des travaux récents, il a été montré que les propriétés diélectriques du PRC comme la rigidité diélectrique, le facteur de pertes diélectriques et la conductivité électrique, dépendant de la morphologie, de l'oxydation et des contaminations ou impuretés [2].

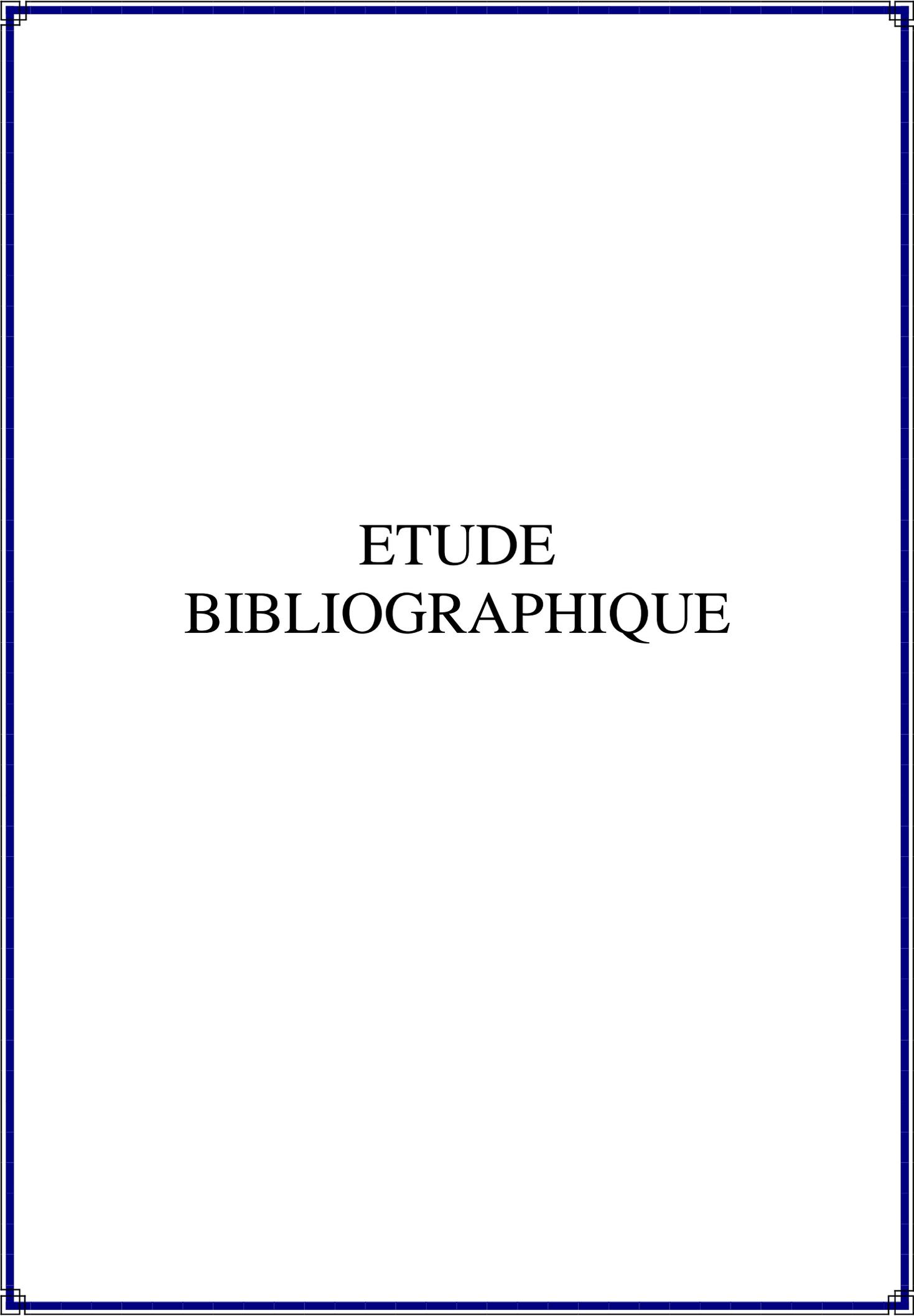
Le vieillissement thermique peut être cyclique ou continu [4]. Dans le premier mode de vieillissement, on fait subir au matériau des cycles quotidiens de chauffage et refroidissement, alors que dans le mode continu, le matériau est exposé continuellement à la chaleur pendant une longue durée. Les essais d'endurance sont destinés à déterminer les changements irréversibles d'importantes propriétés des matériaux isolants en fonction de la contrainte thermique et du temps de vieillissement. Ils doivent simuler de façon aussi précise que possible la fonction du matériau en service réel.

L'étude qui nous a été proposée s'inscrit dans le cadre d'un projet de recherche sur les matériaux isolants lancé depuis plusieurs années par le Laboratoire de Haute Tension de l'Ecole Nationale Polytechnique (ENP) en collaboration avec le Laboratoire de l'Entreprise des Industries des câbles de Biskra (EN.I.CA.B). Elle consiste à étudier **l'influence du vieillissement thermique cyclique sur les propriétés diélectriques et mécaniques du Polyéthylène Réticulé Chimiquement (PRC), utilisé dans l'isolation des câbles moyenne tension (18/30 kV) fabriqués par EN.I.CA. BISKRA.** Les essais de vieillissement ont été réalisés au laboratoire de haute tension de l'EN.I.CA. BISKRA et les échantillons ont été fournis par la même entreprise.

Le présent travail est constitué de deux parties principales. La première partie constituée des trois premiers chapitres, est réservée à une recherche bibliographique permettant de cerner les connaissances actuelles se rapportant au sujet traité. Dans le premier chapitre, nous faisons le point sur les connaissances concernant des généralités sur les polymères, les différents types et techniques de polymérisation. Dans le deuxième chapitre, nous présentons un travail récapitulatif sur le Polyéthylène Réticulé Chimiquement permettant de connaître la structure chimique du PRC et le principe de réticulation. Le troisième chapitre porte sur les phénomènes de polarisation dans le diélectrique solides, le mécanisme de vieillissement thermique ainsi que sur l'endurance thermique et durée de vie des polymères.

La deuxième partie est constituée des deux derniers chapitres. Le quatrième chapitre est consacré aux techniques expérimentales et où nous donnons une description détaillée des différents dispositifs de mesure utilisés lors du vieillissement thermique. Dans le cinquième chapitre nous nous sommes intéressés à l'étude de l'évolution des propriétés principales (facteur de pertes diélectriques ($\text{tg}\delta$), permittivité relative (ϵ_r), tension seuil d'apparition des décharges partielles) en fonction du nombre de cycles de vieillissement et pour différentes températures de vieillissement (80 °C et 100 °C). Nous étudions aussi la variation de $\text{tg}\delta$ et ϵ_r en fonction de la tension et de la température avant et après vieillissement. Les caractéristiques mécaniques (Allongement à la rupture, Résistance à la traction et Allongement à chaud) en fonction de la température de vieillissement ont été étudiées avant et après vieillissement. Nous nous sommes aussi intéressés au contrôle de la qualité de l'isolant en se référant aux recommandations des normes (C.E.I 502 [5]) en vigueur concernant le Polyéthylène Réticulé Chimiquement. Nous présentons nos résultats suivis par des interprétations, des commentaires et des comparaisons à d'autres résultats obtenus par d'autres auteurs.

Nous terminons ce travail par une conclusion générale où des suggestions sont dégagées pour une analyse approfondie du vieillissement thermique du PRC.



ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

CHAPITRE I: POLYMERES ET POLYMERISATION

Introduction:

Les polymères, appelés communément "matières plastiques", sont indissociables de notre environnement et de notre vie pratique. Ils se sont imposés dans tous les domaines de nos activités: des objets les plus banals jusqu'à des applications techniques sophistiquées, en passant par leur utilisation dans les produits d'hygiène ou alimentaires [6].

Depuis plusieurs années, les matériaux isolants synthétiques, plastomères et élastomères, sont utilisés pour l'isolation des câbles MT. Les avantages qu'ils présentent par rapport au papier imprégné sont tels que leur utilisation en HT et THT a été envisagée, et, actuellement, la fabrication de câbles isolés au polyéthylène est réalisée industriellement jusqu'au niveau 225 kV [7].

I.1. Définition:

Les polymères (ou macromolécules pour les chimistes) sont une répétition de motif (unité, monomère) constitutif (M). Le degré de polymérisation (n) correspond au nombre de fois que le motif est répété: Mn. La longueur caractéristique d'une chaîne est d'environ 1 micron.

Il existe des polymères souples (ex: polyéthylène PE) tout comme des polymères rigides (ex: polyparaphénylène PpP).

Le squelette du polymère est stabilisé par des liaisons chimiques covalentes, il ne se dissout donc pas en solution. La cohésion entre macromolécules est assurée par liaisons physiques (Van der Waals ou hydrogènes), lesquelles se rompent si on chauffe. Chaque extrémité de chaîne comporte un défaut, et donc un site de dégradation possible. C'est ce qui empêche l'existence de monocristaux [8].

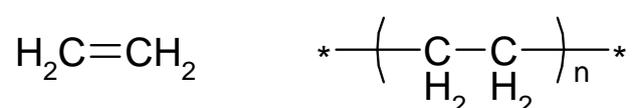
Le plus souvent les polymères sont synthétiques, quelquefois naturels comme il est montré dans le tableau I.1.

Polymères synthétiques	Polymères naturels
Caoutchouc synthétique PE, Polypropylène (PPRO) Composites à matrice polymère	Caoutchouc naturels Cellulose, Collagène Bois, Os

Tableau I.1 : Exemple de polymères synthétiques et naturels

I.2. Exemple de polymères usuels:

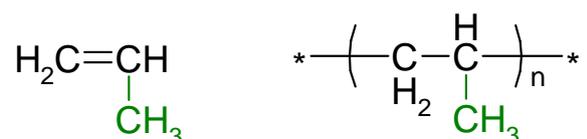
- Le polymère le plus utilisé est le polyéthylène (PE)



-CH₂-CH₂- est l'unité du polymère.

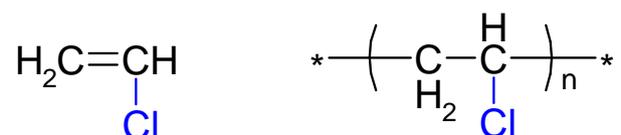
C'est le matériau d'emballage par excellence.

- Le deuxième polymère fort utilisé est le polypropylène (PP)



C'est un plastique dur. On le retrouve dans tous les matériaux de plomberie.

- Le polychlorure de vinyle (PVC)



On l'utilise pour la fabrication des chaussures synthétiques et des disques [8].

I.3. Classification des polymères:

Cette classification peut se faire en se basant sur l'origine du matériau, sa structure chimique, la géométrie de la molécule et le type de polymérisation utilisé.

I.3.1. Origine du matériau:

- Û Polymères naturels tels que: le bois, le coton, le cuir, la laine,...etc.
- Û Polymères synthétiques: appelés aussi résine synthétiques, du fait des similarités observées entre leur structure et celle de la résine naturelle.
- Û Polymères artificiels: qui résultent de la transformation chimique des polymères naturels [4].

I.3.2. La structure chimique et la fonctionnalité des motifs:

Suivant que le motif principal du polymère comprenne un ou plusieurs types de monomère, ou distingués:

Les homopolymères:

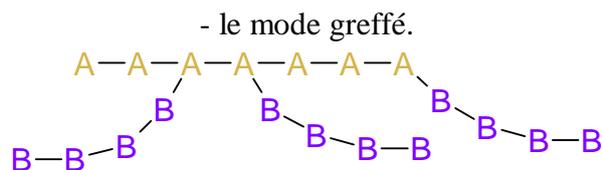
Les homopolymères sont des polymères qui ne possèdent qu'une seule unité. Parmi les homopolymères, on peut citer le polyéthylène.

Il existe, au sein des homopolymères, différentes familles. Pour la suite du paragraphe, A sera l'unité de l'homopolymère.

Parmi les différents types d'homopolymères, nous trouvons :

- Û les homopolymères linéaires:





I.3.3. La géométrie de la macromolécule:

La géométrie de la macromolécule peut être caractérisée par l'ordre atomique et la distribution des liaisons.

L'ordre atomique:

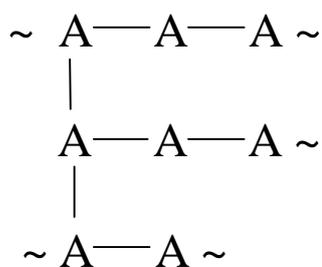
On distingue selon cette caractéristique plusieurs types:

- Û Polymère amorphe: où les atomes sont désordonnés le long de la chaîne du polymère.
- Û Polymère cristallin: suite à certaines conditions (refroidissement lent après fusion,...) les polymères peuvent posséder une structure semi ordonnée, et donner lieu à une cristallisation partielle.

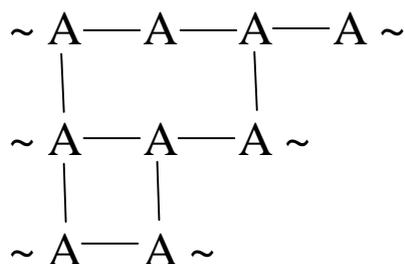
Distribution spatiale des liaisons:

Dans ce cas on parle de polymères linéaires, ramifiés ou tridimensionnels.

- Û Polymères linéaires: ils peuvent être des homopolymères ou des copolymères.
- Û Polymères ramifiés: leur structure est toujours planaire mais la macromolécule est constituée de branches liées chimiquement



- Û Polymères tridimensionnels: pour des raisons de stabilité des liaisons relie les diverses branches [4].



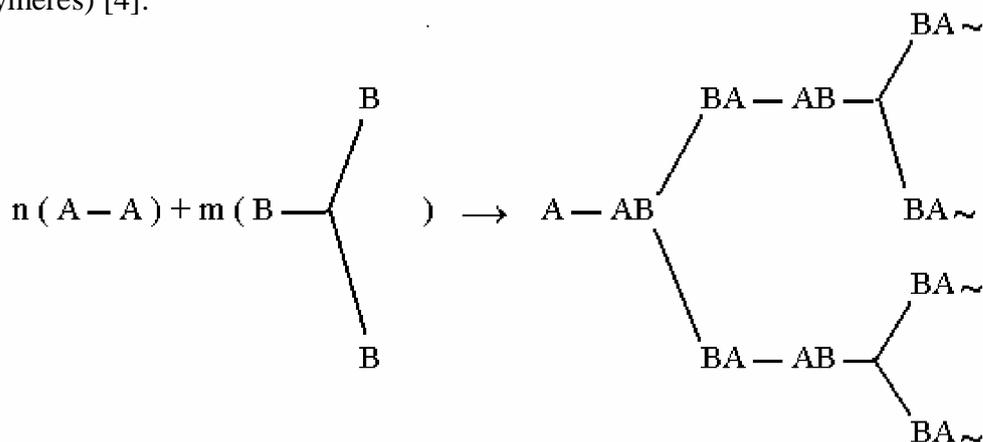
I.4. La polymérisation:

La création de polymères peut résulter soit de la modification chimique de systèmes macromoléculaires existants, soit de la transformation de molécules simples en macromolécules. Cette dernière transformation est désignée par «**polymérisation**» et peut faire appel à des processus simples de la chimie organique ou bien à des réactions en chaîne dont les exigences et le traitement cinétique sont différents. Il en résulte deux catégories de polymérisation :

- Û Les polymérisations par étapes (également appelées polycondensations).
- Û Les polymérisations en chaîne (appelées aussi polyadditions) [9].

I.4.1. Polymérisation par étapes (polycondensation) :

La réaction se produit par simple chauffage en présence d'un simple catalyseur ou amorceur convenable (catalyseur est une substance qui, intervenant en faible quantité, entraîne une réaction chimique, mais n'est pas transformée [10]) : on passe des molécules monomères puis aux molécules polymères formées, et enfin aux macromolécules (polymères) [4].



I.4.2. Polymérisation en chaîne (polyaddition) :

Elle est appelée aussi polymérisation proprement dite. La principale caractéristique de cette polymérisation en chaîne est qu'elle se déroule en trois phases. Elles ne se déroulent pas les unes à la suite des autres dans le temps mais on assiste à un mélange des étapes.

La première phase est la phase d'amorçage :

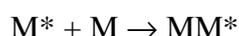
Elle correspond à l'activation d'une molécule de monomère. L'activation d'un monomère M se fait grâce à un amorceur A. Ainsi le début de l'équation de polymérisation en chaîne est de la forme :



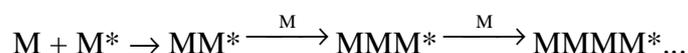
M* est le monomère activé ou centre actif.

La deuxième phase est la phase de propagation :

Elle correspond à la propagation du centre actif à d'autres monomères. L'activité de ce monomère activé se propage à d'autres monomères.



Ainsi la propagation va être la répétition de cette forme d'équation :

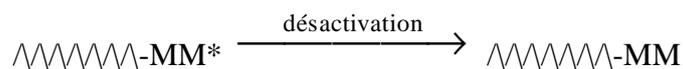


Pour symboliser M_nM^* , on va écrire simplement M^* . Cela veut dire que le monomère activé M^* est équivalent du point de vue thermodynamique ou cinétique au polymère terminé par M^* (M_nM^*).

On s'aperçoit que la réactivité de ces deux espèces est absolument identique, ce qui va nous permettre la simplification des calculs de cinétique. En effet, les équations cinétiques ne vont pas dépendre de la longueur de la chaîne.

La troisième phase est la phase de terminaison :

Elle correspond à la rencontre d'un polymère ayant un monomère activé en bout de chaîne et d'une espèce qui désactive ce monomère.



Ainsi, l'écriture du polymère est identique à celle du monomère.



Il existe quatre types de polyaddition:

Radicalaire, Anionique, Cationique et Ionique Coordinée [4]

I.5. Techniques de polymérisation :

Les réactions de synthèse industrielle des polymères sont effectuées selon quatre techniques :

I.5.1. polymérisation en masse :

L'amorçage de la polymérisation s'effectue dans le monomère liquide à l'aide d'amorceur radicalaire conventionnel.

Cette méthode permet d'obtenir des masses moléculaires élevées indispensables aux bonnes propriétés mécaniques.

I.5.2. Polymérisation en suspension :

Dans ce cas, le polymère est insoluble dans un milieu dispersant tel que l'eau, l'amorceur n'est soluble que dans le polymère.

Chaque gouttelette de la suspension peut être considérée comme un système isolé de polymérisation en masse.

A la fin de la réaction, le polymère se trouve sous forme de perles si le polymère et le monomère sont solubles l'un dans l'autre, ou sous forme de granulés, s'ils ne le sont pas.

I.5.3. Polymérisation en solution :

Elle est effectuée cette fois en présence d'un solvant, dont le rôle essentiel est de permettre un contrôle de dégagement thermique lors de la réaction.

I.5.4. Polymérisation en émulsion :

Le monomère presque insoluble dans le milieu dispersant est maintenu sous forme d'émulsion, grâce à un agent tensioactif et à une agitation énergétique. Cette fois le système catalytique est soluble dans l'eau et non plus dans le polymère [4].

Le tableau I.2 ci-dessous présente les avantages et les inconvénients de chaque technique de polymérisation [4] :

La technique	Les avantages	Les inconvénients
Polymérisation en masse	-Polymère contenant un minimum d'impuretés.	-Difficulté du contrôle des échanges de chaleur. -Difficulté du contrôle de degré de polymérisation.
Polymérisation en suspension	-Contrôle aisé du dégagement thermique. -Séparation aisée des impuretés polymères.	-Relation relativement lente. -Contrôle critique de l'agitation.
Polymérisation en solution	-Contrôle aisé du dégagement thermique	-Difficulté pour débarrasser totalement le polymère du solvant résiduel. -Réaction relativement lente.
Polymérisation en émulsion	-Polymérisation rapide. -Degré de polymérisation élevé. - Contrôle aisé du dégagement thermique.	-Contamination du polymère par l'émulsifiant ou l'agent de l'émulsion. -Contrôle critique de l'agitation.

Tableau I.2 : Comparaison entre les différentes techniques de polymérisation

I.6. Caractéristique des polymères :

I.6.1. Comportement chimique des polymères :

Au contact des liquides ou des gaz, le comportement des polymères varie suivant leur nature et leur composition ; il peut y avoir diffusion, absorption avec gonflement ou gélification, dissolution ou distiction selon l'agressivité des produits en présence.

Ceci peut donc causer d'importantes contraintes qui peuvent être catastrophiques pour le matériau [4].

I.6.2. Propriétés mécaniques des polymères :

Le succès des polymères provient en partie de la facilité avec laquelle on peut leur donner des formes voulues (d'autant plus à l'état fondu). Ils sont très malléables, très plastiques, d'où leur nom. En fait, cette plasticité varie dans une large gamme, des plus rigides, durs et cassants, aux plus mous (pâtes) ou élastiques (élastomères) [6].

En plus, les polymères ont une grande sensibilité aux variations de la température.

Les polymères se distinguent généralement par :

- Û Une masse volumique relativement faible.
- Û Un pouvoir d'isolement calorifique élevé.
- Û Une résistance élevée aux agressions atmosphériques.
- Û Une importante résistance aux efforts de compression et de traction.
- Û Une bonne résistance à l'usure [4].

I.6.3. Propriétés thermiques :

On peut classer les polymères en deux types, en fonction de leur réaction à la chaleur: les thermodurcissables et les thermoplastiques.

Les thermoplastiques fondent lorsqu'on les chauffe. C'est le cas du polyéthylène, du polypropylène, des polyamides, de certains polyesters. En revanche, l'avantage est que dans l'état fondu, on peut les mouler dans la forme que l'on veut. C'est un procédé industriel employé pour fabriquer des objets à la pièce, en discontinu. Ce procédé est bien connu également pour les métaux, mais les températures de fusion des polymères sont bien plus basses, de l'ordre de 80°C à 300°C. Un autre procédé répandu de mise en forme est l'extrusion qui consiste à faire passer la matière chaude dans une vis qui l'entraîne dans une filière dont le profil permet de produire des fils, des films, des plaques, des tubes, des enrobages de câbles.

Les thermodurcissables durcissent quand on les chauffe. Un exemple connu est celui des colles ou des peintures. Ils sont également très employés comme pièces de structure thermostables, par exemple les résines polyépoxydes, certains polyuréthanes, certains polyesters. On les met en forme lorsqu'ils sont encore dans leur état mou, de la même manière que les thermoplastiques, avant qu'ils ne durcissent sous l'effet de la chaleur et d'additifs chimiques qui induisent la réaction de polymérisation [6].

Les Thermoplastiques sont en général recyclables et faciles à mettre en œuvre sous forme liquide. Les Thermodurcissables ne sont pas recyclables et leur mise en œuvre automatisée est plus complexe. Par contre, ils peuvent servir de matériaux structuraux [8].

1.6.4. Propriétés électriques :

Les polymères sont largement utilisés comme isolants électriques, en particulier dans les circuits électroniques et les gaines de câbles électriques. Il existe aussi des polymères conducteurs, soit à l'état intrinsèque, soit parce qu'ils sont chargés de particules de carbone conductrices [6].

Alors d'une façon générale les propriétés électriques sont liées aux structures moléculaires du polymère, mais il faut quand même tenir compte de :

- Ø La présence de charge.
- Ø La présence d'adjuvants (substance qu'on ajoute à un produit, notamment un médicament, pour en renforcer l'action et les propriétés [10].)
- Ø L'absorption éventuelle d'humidité.
- Ø La morphologie du polymère. [4]

Rigidité diélectrique :

On trouve généralement pour les polymères des valeurs comprises entre : **150 kV/cm** et **500 kV/cm**. Cette rigidité est influencée par plusieurs paramètres dont les plus importants :

- Ø La structure du polymère.
- Ø Le temps d'exposition à la haute tension.
- Ø Présence du vide, bulles,...etc.

Propriétés électriques superficielles :

La résistance à la décharge superficielle électrique est importante dans les applications où une décharge électrique peut endommager le matériau, et en le carbonisant, le rendre conducteur. La résistance superficielle est fortement influencée par l'humidité.

Résistivité transversale :

La résistivité transversale d'un matériau est le quotient du gradient de potentiel par densité du courant qui le traverse. Elle caractérise le pouvoir isolant du matériau. Pour la majorité des polymères la valeur de la résistivité transversale est supérieure à $10^{12} \Omega \cdot \text{cm}$ à la température ambiante [4].

D'autres propriétés des polymères sont largement exploitées dans leurs applications :

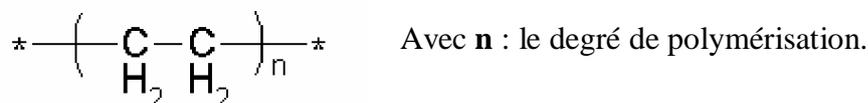
- Ø **Propriétés optiques** : Transparence (étuis de CD, bouteilles d'eau), translucidité, opacité, coloration.

- Ø **Propriétés de protection physique et chimique** : Ces propriétés englobent des caractéristiques diverses: imperméabilité aux liquides et aux gaz, résistance chimique aux solvants, résistance aux rayons ultraviolets. Les polymères sont employés pour la fabrication d'imperméables, d'emballages, de boîtes de conservation, de flacons pour les laboratoires, de citernes, de gaines de câbles, pour l'enduction de tissus, ...etc. [6]

CHAPITRE II:
POLYÉTHYLÈNE RÉTICULÉ
CHIMIQUEMENT

II.1. Introduction :

Comme on a vu dans le premier chapitre, le polyéthylène est un matériau thermoplastique ayant une structure simple de la forme :



La molécule du polyéthylène peut présenter des ramifications qui provoquent une diminution de la densité du matériau et de sa cristallinité.

Selon les conditions de polymérisation (pression, température, catalyseur,...), on peut avoir plusieurs types de polyéthylène, chaque type a ses propres caractéristiques [3].

Dans ce chapitre nous présentons citer les deux types de polyéthylène :

- Ø Polyéthylène basse densité (PEBD),
- Ø Polyéthylène haute densité (PEHD).

Mais nous nous intéressons au polyéthylène basse densité (PEBD) parce que c'est la matière de base de notre matériau d'étude (Polyéthylène réticulé chimiquement) [3].

II.2. Polyéthylène basse densité (PEBD) :

II.2.1. Fabrication :

Le polyéthylène basse densité (ou à haute pression [11]) est réalisé suivant un procédé à haute pression. L'éthylène est injecté en continu dans le réacteur par l'intermédiaire d'hyper-compresseurs. La pression de polymérisation se situe entre 1000 et 5000 bars et la température entre 150 et 400 °C. Les catalyseurs de réaction utilisés sont du type peroxyde ou oxygène pur.

Le polymère est recueilli en continu par précipitation, le monomère éthylène comprimé jouant le rôle de solvant. Le Polyéthylène est ensuite extrudé avec incorporation éventuelle de quelques additifs du type antioxydant et mis sous forme de granules utilisables directement dans l'industrie [12]. Le polyéthylène obtenue suivant ce procédé est relativement pur et est constitué par des chaînes macromoléculaires principales éloignées les unes des autres par des chaînes latérales de positions aléatoires, comportant un certain nombre de ramifications latérales de longueurs variables [2].

II.2.2. Les différents types de Polyéthylène basse densité:

a) Le polyéthylène basse densité radicalaire (PE-BDR) :

Est obtenu par polymérisation radicalaire de l'éthylène sous haute pression. Les macromolécules obtenues ont à la fois des branchements longs et des branchements courts (figure II.1.a) et par conséquent, la cristallinité est de l'ordre de 35 à 50 %, et la masse volumique allant de 0,915 à 0,935 g/cm³ [13].

b) Copolymères et terpolymères radicalaires :

Par copolymérisation de l'éthylène et de divers comonomères (acétate de vinyle, esters acryliques, acide acrylique, anhydride maléique, monoxyde de carbone, etc.) sous haute pression, on obtient des copolymères ou des terpolymères statistiques, de cristallinité et de rigidité plus faibles que les homopolymères précédents.

Suivant le(s) comonomère(s) choisi(s), ces polymères possèdent des propriétés particulières : résistance au froid, adhérence sur métal, compatibilité avec d'autres polymères comme :

- Le Polychlorure de vinyle (PVC),
- Le Polyamides (PA),
- Le Polyéthylène téréphtalate (PET), etc. [13].

c) Polyéthylènes basse densité linéaires (PE-BDL) :

Les polyéthylènes basse densité linéaires sont obtenus par copolymérisation d'éthylène et d'une ou plusieurs α -oléfines (butène-1, hexène-1, octène-1, tétraméthyl-4-pentène-1) à l'aide de catalyseurs de type Ziegler ou Phillips ou de type métallocène (mPE-BDL), sous basse ou sous haute pression. En fonction de la teneur des polyéthylènes en comonomères, on fabrique des produits de masse volumique allant de 0,860 à 0,945 g/cm³. Ces nouveaux procédés de fabrication permettent de produire sur la même unité de polymérisation trois types de polyéthylènes de propriétés différentes :

- polyéthylènes moyenne et haute densité, de masse volumique allant de 0,935- 0,970 g/cm³;
- polyéthylènes basse densité, de masse volumique allant de 0,915 à 0,935 g/cm³ ;
- polyéthylènes très basse densité (PE-tBDL, mPE-tBDL), de masse volumique allant de 0,860 à 0,910 g/cm³ [13].

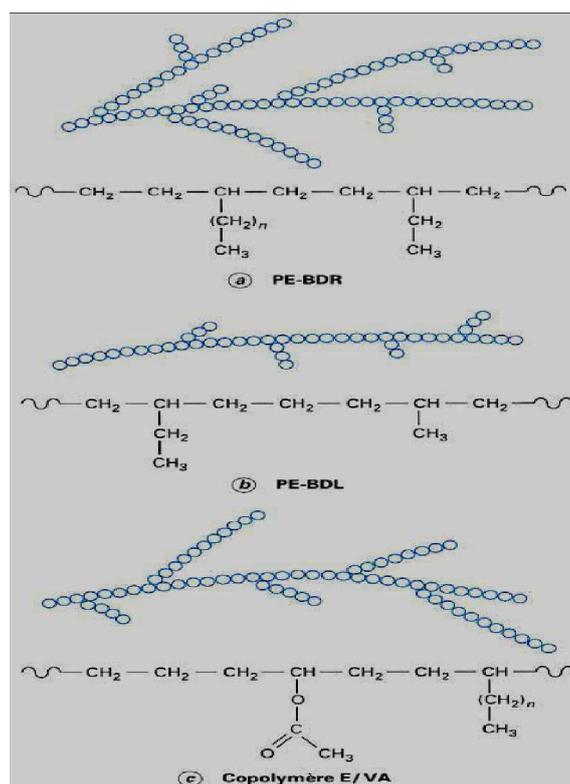


Figure II.1 : Structure des différents polyéthylènes basse densité [13]

II.2.3. Propriétés :

a) Propriétés physico-chimiques :

Le PEBD est un polymère semi-cristallin (il contient des zones cristallines et des zones amorphes), de densité située entre 0,91 et 0,92 (pour le PE-BDR). Le taux de cristallines est d'environ 43% à 50% et la température de fusion cristalline est située entre 105 °C et 115 °C [3].

En général, le PEBD présente une bonne résistance chimique, il est :

- Û Très résistant aux acides faibles ;
- Û Résistant aux acides forts non oxydants ;
- Û Très résistant aux bases faibles et fortes ;
- Û Très résistant aux solvants organiques au-dessous de 80 °C, mais perméable [13];
- Û Les PEBD sont peut perméables à la vapeur d'eau [4].

Mais les PEBD [13]:

- Û Peuvent être attaqués par des bactéries ou des micro-organismes ;
- Û Sont sensibles à la lumière.

b) Propriétés mécaniques :

Les propriétés mécaniques du PEBD dépendent essentiellement de la masse molaire et de la cristallinité. Nous pouvons citer :

- Û La résistance à la traction variant de 9 à 23 MPa ;
- Û L'allongement à la rupture variant de 150% à 1000% ;
- Û Le module d'élasticité en traction variant de 200 à 500 MPa [3].

c) Propriétés électriques [13]:

Les PEBD sont des substances non polaires, caractérisées par une permittivité relative et un facteur de dissipation diélectrique faible et une rigidité diélectrique élevée.

En conséquence, **les PEBD sont largement employés en câblerie en tant qu'isolants** : d'une part en basse et haute fréquence, et d'autre part en basse, moyenne et haute tension.

II.3. Polyéthylène haute densité (PEHD) :

II.3.1. Fabrication :

Le polyéthylène haute densité (ou à basse pression [11]) est obtenu selon un processus de synthèse basse pression. Les conditions de polymérisation sont les suivantes :

- Température entre 50 et 180 °C,
- Pression entre 30 et 40 bars [12].

On peut citer quatre procédés de polymérisation pour le PEHD :

- Ø Le procédé Standard Oil (procédé Zletz),
- Ø Le procédé Phillips,
- Ø Le procédé Ziegler,
- Ø Les récents procédés en phase gazeuse et à lit fluidisé [14].

La réaction s'effectue en présence de catalyseurs (Ziegler-binaire : composés organiques de l'aluminium - oxyde de chrome dans le procédé de Phillips, etc.).

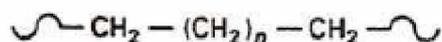
Le polymère est obtenu sous forme de poudre qui est lavée et séchée. Cette forme de présentation du PEHD a pour avantages la possibilité du tamisage qui n'existe pas pour le PEBD, ainsi que l'absence de risque de pollution de ce PE par la granulation.

La présence de résidus catalytique (qui n'existent plus dans le PEBD) a cependant freiné le développement du PEHD en tant que diélectrique. Cette opération délicate est maintenant réalisée industriellement. Il n'y a donc plus d'obstacle au développement du PEHD qui est actuellement moins utilisé comme isolant que le PEBD [12].

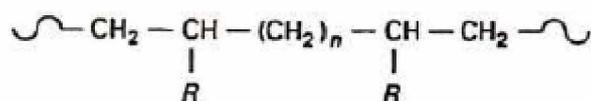
II.3.2. Propriétés :a) Propriétés physico-chimiques :

Ü Structure chimique et cristallinité :

La polymérisation de l'éthylène seul, selon un procédé à basse pression, conduit au polyéthylène **homopolymère** :



La polymérisation de l'éthylène en présence d'une oléfine comonomère (propylène, butène-1, hexène-1, octène-1) produit un **copolymère** :



Les branchements –
CH₃

R étant – (CH₂)_n –

Avec n = 0, 1, 3, 5 selon que le comonomère utilisé est du propylène, du butène, de l'hexène ou de l'octène.

Le PE-HD est un polymère semi-cristallin, mais il est d'autant plus cristallin que :

- le nombre de branchements courts est plus faible,
- la masse molaire est plus basse,
- la vitesse de refroidissement est plus lente [14].

Ü La densité de ce polymère se situe entre 0,94 et 0,96 et son point de fusion entre 130 et 135 °C, du fait de son point de fusion plus élevé que celui du PEBD, il peut supporter des températures de court-circuit et des températures de service sur câbles plus importantes [12];

Ü Le polyéthylène haute densité a une perméabilité relativement importante aux gaz tels que le dioxyde de carbone et l'oxygène, aux arômes et à certains liquides ; par contre, par son caractère hydrophobe, il a peu tendance à fixer l'eau et sa perméabilité à la vapeur d'eau est faible [14]. On peut noter d'une manière générale que la perméabilité aux gaz du PEHD est un peu plus basse que celle des PEBD [12] ;

Ü En revanche, le PEHD gonfle légèrement dans les solvants aliphatiques et davantage dans les solvants aromatiques dans lesquels il se dissout partiellement à haute température. Il est attaqué par les substances très oxydantes telles que les halogènes et les acides minéraux oxydants concentrés (acides nitrique et perchlorique, oléums...) [14] ;

Ü Le polyéthylène haute densité, par sa nature paraffinique non polaire, résiste bien aux acides forts non oxydants et aux bases fortes [14] ;

Ü Le polyéthylène haute densité est sensible au rayonnement solaire, plus particulièrement dans le domaine ultraviolet (UV). Après une exposition prolongée, le vieillissement se traduit par une baisse de la résistance au choc et de l'allongement à la rupture ; la teinte peut être altérée.

b) Propriétés mécaniques :

Û La résistance à la rupture du PEHD se situe aux environ de 180 bars et l'allongement à la rupture vers 650% [12].

Û Les pièces en polyéthylène haute densité soumises à des contraintes internes ou externes dans un milieu liquide polaire peuvent se fissurer. Ce phénomène apparaît au cours du temps d'autant plus vite que la température est plus élevée.

La résistance à la fissuration (formation d'une fente plus ou moins superficielle [10]) sous contrainte (Environmental Stress-Cracking Resistance : ESCR) du polyéthylène haute densité est relativement modérée. Elle augmente quand la masse molaire augmente et quand la cristallinité diminue [14].

c) Propriétés électriques :

Û La rigidité diélectrique intrinsèque du PEHD est très bonne [12] ;

Û Le polyéthylène haute densité présente d'excellentes propriétés électriques quelles que soient sa masse molaire et sa cristallinité. Ces propriétés, rassemblées dans le tableau II.1, en font un matériau de choix en isolation électrique.

Propriété	Normes (*)	Valeur
Résistivité transversale.....	CEI 93	$> 10^{16} \Omega \cdot \text{cm}$
Résistivité superficielle	CEI 93	$10^{14} \Omega$
Rigidité diélectrique	CEI 243	$\approx 150 \text{ kV/mm}$
Permittivité relative.....	CEI 250	2,3 - 2,5
Tangente de l'angle de perte à 10^6 Hz	CEI 250	$\approx 10^{-4}$
Indice de résistance au courant de cheminement.	CEI 112	CTI 600
(*) CEI : Commission Électrotechnique Internationale.		

Tableau II.1 : Propriétés électriques du PEHD [14]

— En ce qui concerne les autres propriétés physiques et autres caractéristiques du PEHD, on peut considérer qu'il se comporte de manière analogue au PEBD [12].

II.4. Le polyéthylène réticulé chimiquement PRC:

Comme cela été signalé plus haut (II.2.3. a), le point de fusion relativement bas du PEBD (105-115 °C [3]) limite sa température d'utilisation dans les câbles à 70 °C à la corde et sa température admissible en court-circuit à 150 °C. Le moyen utilisé pour remonter ces limites et les amener au niveau du PEHD est la réticulation [12].

II.4.1. Principe de réticulation :

La réticulation est la modification de la structure moléculaire du polymère. Elle consiste à lier les chaînes de molécule par des liaisons radiales (pontage des chaînes moléculaires) et à les transformer en un réseau tridimensionnel qui permet d'éviter le glissement de toutes les chaînes moléculaires les uns par rapport aux autres [3].

La réticulation peut être schématisée comme suit :

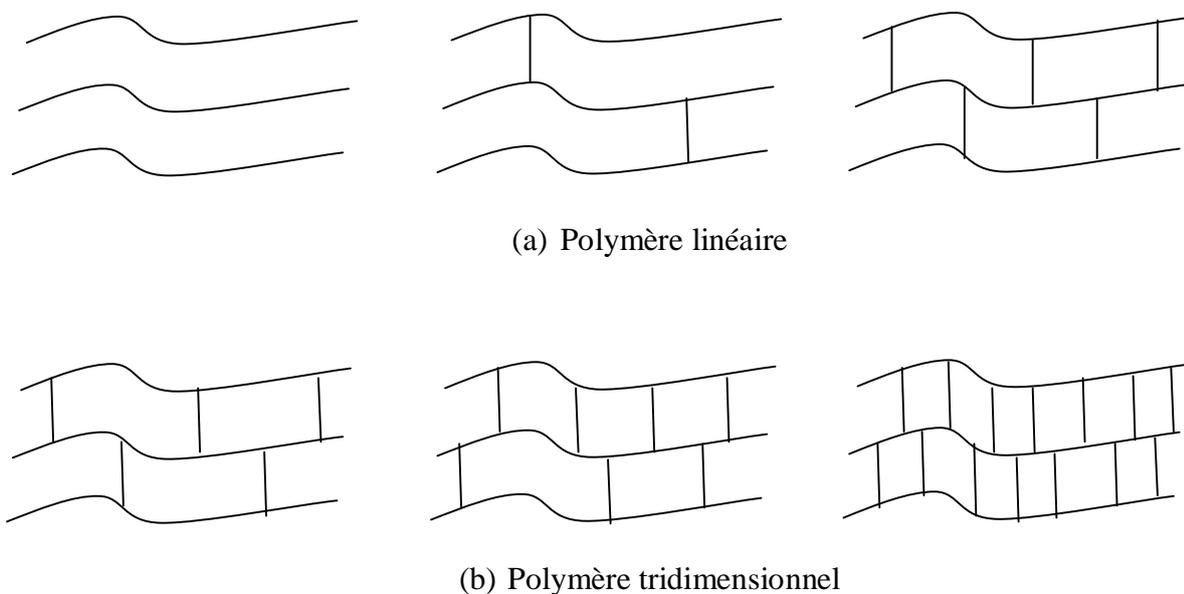


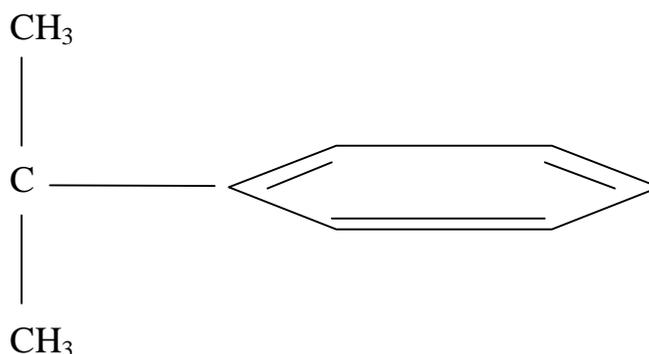
Figure II.2 : Processus de réticulation [3]

La réticulation par voie thermochimique du polyéthylène basse densité (PEBD), très pauvre en doubles liaisons, est pratiquée dans le contexte industriel au moyen des peroxydes organiques. Le plus couramment employé est le peroxyde de dicumyle (2% en teneur).

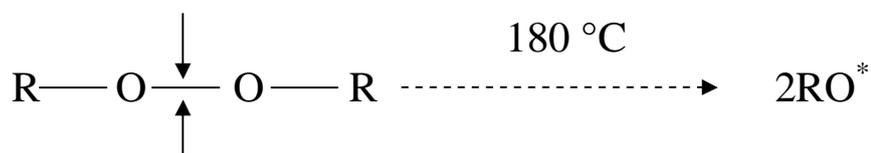
Les peroxydes organiques sont des composés dont la structure générale est [2]:



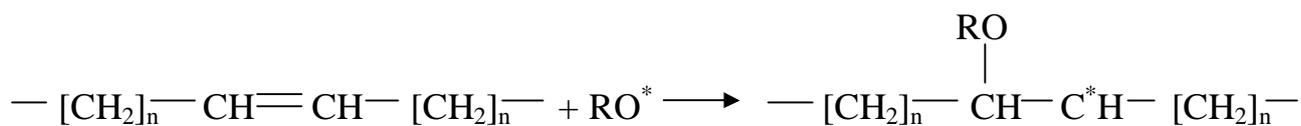
Où R est un radical quelconque aromatique ou aliphatique. Dans le cas du peroxyde de dicumyle R présente la forme semi-développée suivante :



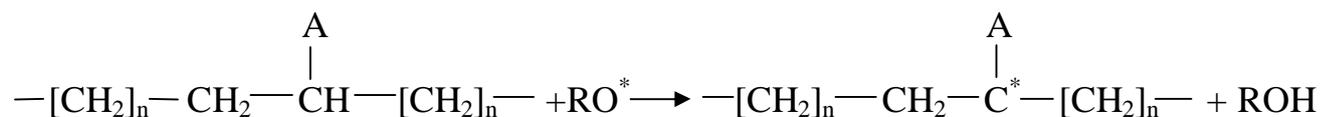
Porté à une température de l'ordre de 180 °C, le peroxyde se scinde au niveau des deux atomes d'oxygène donnant, lieu à deux radicaux très actifs qui libèrent des sites sur la chaîne macromoléculaire.



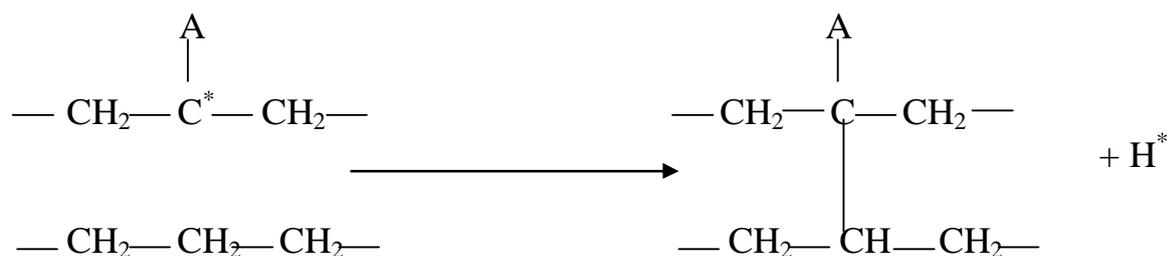
L'action des radicaux RO^* issus de la scission des peroxydes peut se produire à la fois sur les doubles liaisons et sur un atome d'hydrogène ainsi que le montrent les schémas ci-dessous :

Attaque sur des doubles liaisons :

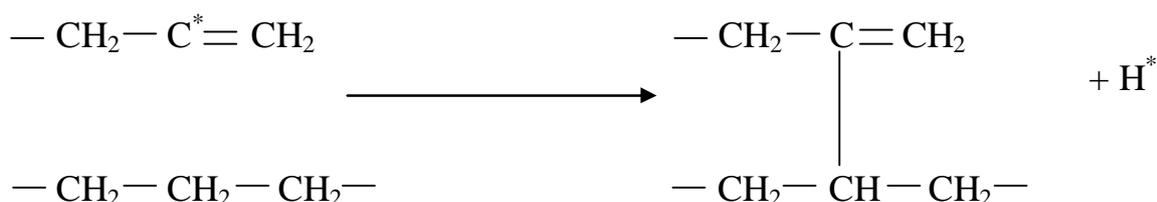
Pontage entre chaînes adjacentes :

Attaque sur un atome d'hydrogène :

Pontage :

Attaque sur un atome d'hydrogène allylique :

Pontage :



Le taux de réticulation est caractérisé par le nombre de pontages qui prennent la place des groupes réactifs (doubles liaisons, atomes d'hydrogène allyliques,...), bien sûr ce processus s'arrêtera lorsque la totalité des groupes réactifs aura été consommée [3]. Le taux de réticulation est évalué par des méthodes chimiques ou des essais mécaniques [2].

Pour réticuler un câble en polyéthylène, il faut :

- ü Choisir une température supérieure à 150 °C pour décomposer le peroxyde et le rendre actif ;
- ü Opérer sous pression pour empêcher des produits volatils formés lors de la décomposition du peroxyde de s'échapper du polymère en formant des vacuoles ou des défauts de surfaces [11].

II.4.2. Types de réticulation du PRC:

Jusqu'à la fin des années 1970, le seul procédé utilisé industriellement était la réticulation par voie chimique en présence de peroxyde et sous pression de vapeur d'eau. Depuis le début des années 1980 sont apparus de nouveaux procédés dont certains s'affranchissent du peroxyde [2].

1. Réticulation à la vapeur d'eau :

La ligne à vulcanisation continue utilisée pour la mise en œuvre des câbles isolés au PRC est constituée de l'association d'une extrudeuse suivie d'une ligne tubulaire divisée en deux sections ; l'une correspondant à la zone de chauffage où la mise en température du matériau est obtenue en utilisant de la vapeur d'eau sous pression (10 à 15 kg/cm²), la deuxième étant la zone de refroidissement, par l'eau également sous pression. Ce procédé le plus fréquemment mis en œuvre industriellement, est appelé Steam Curing Process (S.C.P) dans la littérature anglo-saxonne. Pendant la réaction de réticulation, des produits de décomposition gazeux sont libérés, donnant lieu à des microcavités dont le nombre est de l'ordre de 10⁶/mm³ et la taille varie de 1 à 20 μm, ce qui laisse introduire de l'eau en quantité notable dans l'isolant (jusqu'à 200 ppm en masse). Afin d'empêcher qu'ils se forment des occlusions dans l'isolation, il est nécessaire de maintenir une haute pression de vapeur sur tout le cycle de réticulation [2].

2. Réticulation en gaz inerte chauffé :

Le principe est le même que précédemment, seulement la vapeur d'eau est remplacée par un gaz inerte, l'azote porté à 300 °C sous une pression de 10 kg/cm². Ce procédé permet d'atteindre des températures de réticulation plus élevées que dans le procédé S.C.P. Néanmoins, cette méthode présente un inconvénient, car l'énergie thermique entre le gaz et la surface du câble s'avère moins bonne que lorsqu'on utilise la vapeur. Il faut réduire les phénomènes de convection thermique en utilisant un flux de gaz. Certains auteurs montrent que le transfert de chaleur, de la surface à la couche interne du câble, dépend de l'épaisseur de l'isolant et de la vitesse du fluide. Ce procédé permet de réticuler une épaisseur importante d'isolant presque aussi rapidement que dans le cas où l'on utilise la vapeur d'eau, si l'on dispose d'une vitesse de gaz convenable. L'utilisation du chauffage par gaz sous pression élimine le risque d'inclusion d'humidité dans l'isolant et du fait que le gaz est porté à haute pression, le nombre et la grosseur des vacuoles diminuent sensiblement, ce qui est très important pour les câbles MT et HT [2].

3. Réticulation par irradiation :

Le principe désigné sous les termes de Radiant Curing Process (R.C.P) utilise un chauffage par infrarouge d'un gaz inerte (N₂ ou SF₆) sous pression, de sorte que la réticulation se produise à une température voisine de 300 °C, alors que dans le procédé S.C.P, la température que l'on atteint pour scinder le peroxyde dépend de la pression de la vapeur et se trouve limitée à 200 °C environ par la tenue mécanique du tube de réticulation. Le refroidissement s'opère ici par l'eau à une pression égale à celle du gaz inerte. Les vitesses de réticulation du procédé sont supérieures à celle du procédé S.C.P. L'avantage de ce procédé réside d'une part dans l'absence de vapeur qui a pour conséquence une diminution importante du taux d'humidité et des microcavités (vacuoles) dans l'isolation, d'autre part, le chauffage et la pressurisation étant indépendants, la température et la pression peuvent être réglées séparément [2].

4. Réticulation aux ultrasons :

L'idée de base de la méthode est de réduire le temps de réticulation en utilisant un chauffage par mise en vibration du milieu. Elle met à profit les propriétés viscoélastiques du polyéthylène conduisant à la production de chaleur lorsque ce matériau est soumis à des vibrations dynamiques telles que les ondes sonores ou ultrasonores. On utilise l'eau comme milieu d'irradiation de sorte que l'onde sonore est transmise en quasi-totalité. Les fréquences utilisées sont comprises entre 400 et 500 kHz. Cependant si l'on ne met en œuvre que les ultra-sons comme moyen de chauffage, la température est plus importante près du conducteur et la réticulation se trouve plus complète au centre ; c'est pour quoi, pour la partie extérieure du câble, on est conduit à adjoindre un chauffage classique par vapeur d'eau. Les avantages de ce procédé sont doubles : d'une part la longueur du tube de réticulation peut être réduite de moitié, d'autre part la vitesse de production peut être augmentée d'un facteur de 1,5 par rapport au procédé S.C.P. Dans ce procédé, la taille des cavités est comprise entre 1 et 1,5 µm [2].

5. Procédé de réticulation SIOPLAS :

Ce procédé se distingue totalement des précédents car il ne fait pas intervenir la décomposition d'un peroxyde. Ici, une première réaction chimique a pour effet de greffer des groupes polyfonctionnels du type organosilanes (dérivé organique du silicium) sur la chaîne du polyéthylène. Dans une deuxième réaction les pontages sont établis après condensation de groupes alkoxy. La caractéristique de ce procédé est telle qu'après la première étape, l'isolant est toujours thermoplastique et peut être extrudé sur un conducteur. L'extrusion sur le conducteur est réalisé à partir d'une ligne classique alimentée par le mélange suivant : d'une part des granulés de polyéthylène greffé, du silicone et de l'initiateur de greffage, d'une part des granulés formés par le mélange de polyéthylène, d'antioxydant et d'un catalyseur. Les pontages entre chaînes de polyéthylène se font lors d'une opération ultérieure. Le câble est mis sur le touret après extrusion et stocké dans un lieu humide à la pression atmosphérique ou immergé dans l'eau chaude à environ 90 °C. La durée de réaction dépend de l'épaisseur de l'isolant ; elle est de 1 à 4 heures pour les câbles B.T. La réticulation en une seule étape (procédure MONOSIL) est comparable à la précédente, mais les réactions de greffage et de pontage sont faites en une seule phase à chaud. La teneur en humidité dans l'isolant (20 à 200 ppm en masse) est inférieure à celle obtenue par la réticulation par les peroxydes en phase vapeur car la réticulation par les silanes s'effectue à une température inférieure à 100 °C où l'eau est moins soluble dans le polyéthylène. Le Polyéthylène Réticulé au Silane est dénommé PRS [2].

II.4.3. Propriétés du PRC :

a) Propriétés physico-chimiques :

Le PRC est un matériau semi-cristallin avec un taux de cristallinité de 35 à 40% ; il est formé d'une phase amorphe hétérogène, de structure non ordonnée et d'une phase cristalline de structure ordonnée, ces deux phases étant fortement imbriquées l'une dans l'autre. Sa température de fusion cristalline est d'environ 100 à 105°C [15]. Sa tenue au vieillissement thermique est améliorée par rapport à celle d'un PEBD. Sa déformation sous contrainte de traction à 150 °C sous 2 bars est faible, contrairement à celle du PEBD [12]. Le PRC est aussi adapté aux eaux corrosives, et il supporte la désinfection thermique et chimique (chlore ou peroxydes), mais il est un matériau favorable à la prolifération du biofilm [16].

b) Propriétés électriques :

Les propriétés électriques du PRC ne sont pas très différentes de celle du PEBD. Il semblerait même qu'un PRC résiste mieux à la propagation des arborescences électriques qu'un PE, ces arborescences étant des chemins de PE calciné qui se forment au sein de l'isolant sous l'effet d'un champ électrique. Elles sont, en général, initiées par une impureté, une fissure, une bulle, ou une aspérité à l'interface semi-conducteur intérieur/isolant. Elles sont des causes importantes de claquage des câbles (vieillessement) [12].

Le PRC est un matériau moins rigide que le PE pour une température basse, et le gradient de potentiel maximal admissible avec le PRC est 8 kV/mm [4].

c) Propriétés thermiques :

Les propriétés thermiques du PRC ne sont pas très différentes de celle du PE. Le PRC résiste bien aux solvants aliphatiques, aromatiques et au stress-cracking.

Du fait de la réticulation, la température d'utilisation à la corde est de 90 °C et la température tolérée en court-circuit de 250 °C [12].

d) Propriétés mécaniques :

La réticulation confère au PEBD des propriétés mécaniques améliorées et en particulier une meilleure résistance au fluage. Celles-ci peuvent également être améliorées par l'incorporation de charges renforçantes au polymère [12].

II.4.4. Avantages du PRC sur le PE :

Dans l'optique des usages électriques, le PE est apprécié pour sa légèreté, sa stabilité chimique, sa bonne résistance à l'ozone, sa flexibilité, son absence de fragilité aux basses températures et ses grandes qualités diélectriques dans la gamme de matières plastiques connues. Néanmoins, il est à noter plusieurs points faibles :

1. Une température de ramollissement pâteux suivie de fusion, relativement basse, ce qui lui confère une mauvaise tenue en cas de court-circuit du câble à isoler.
2. Sous l'effet d'une contrainte mécanique, une tendance à fluer lentement et d'autant plus que la température s'élève, pour s'écouler franchement au dessus de 120 °C.
3. Une médiocre résistance à l'action de l'oxygène de l'air, au vieillissement thermique et aux rayons UV. Ces inconvénients sont toutefois efficacement atténués par l'incorporation d'antioxydants dont le noir de carbone.
4. L'aptitude à se fissurer au contact de certaines matières organiques telles que les liquides détergents.

La réticulation du polyéthylène a pour conséquence les principaux avantages suivants :

1. La réticulation confère au PEBD des propriétés mécaniques améliorées et en particulier une meilleure résistance au fluage (déformation à chaud). Celles-ci peuvent également être améliorées par l'incorporation de charges renforçantes au polymère. Le produit obtenu est un thermoplastique. Sa tenue au vieillissement thermique est améliorée par rapport à celle du PEBD.
2. La réticulation fait disparaître complètement la tendance qu'avait la résine à se fissurer au contact d'atmosphères agressives de type oxydant.

3. Le PRC possède une meilleure résistance à la fissuration sous l'effet de contraintes mécaniques extérieures, ainsi qu'une meilleure charge de rupture (150 kg/mm^2).
4. Du fait de la réticulation, la température d'utilisation à la corde est de $90 \text{ }^\circ\text{C}$ et la température tolérée en court-circuit est de $250 \text{ }^\circ\text{C}$.
5. Le PRC chargé de noirs de carbone appropriés ne propage la flamme que difficilement.
6. Les propriétés thermiques et électriques du PRC ne sont pas très différentes de celles du PE. Il semblerait même qu'un PRC résiste mieux à la propagation des arborescences électriques qu'un PE [2].

II.5. Conclusion :

On peut noter que la méthode de réticulation utilisant un peroxyde est la plus utilisée industriellement, ainsi que le polyéthylène réticulé par cette méthode est devenu le matériau isolant dominant, utilisé dans l'isolation des câbles de haute et moyenne tension [3].

Le Polyéthylène Réticulé Chimiquement (PRC) à cause de sa structure, de ses excellentes qualités diélectriques et mécaniques et par suite de son bon comportement aux contraintes thermiques, est devenu un produit de remplacement du Polyéthylène (PE) dans la fabrication des câbles de transport d'énergie électrique [15].

CHAPITRE III :
VIEILLISSEMENT THERMIQUE DES
POLYMÈRES

III.1. Introduction :

Une isolation électrique doit supporter, sans défaillance, des contraintes électriques, thermiques, mécaniques et chimiques, pendant une durée pouvant aller jusqu'à 40 ans. La réalisation et l'utilisation satisfaisante dans un matériel, d'une isolation nécessitent donc une connaissance précise du degré de dégradation qui se produit au cours de la vie du matériel dans lequel cette isolation est employée [4].

On convient d'appeler vieillissement thermique toute altération lente et irréversible des propriétés d'un matériau, résultant de son instabilité propre ou d'effet de l'environnement et qui ne fait intervenir que le matériau, l'atmosphère et la température. Le terme vieillissement n'implique pas un mécanisme précis. On est même souvent en présence de phénomènes complexes faisant intervenir simultanément plusieurs mécanismes. Le vieillissement thermique peut faire intervenir des phénomènes purement physiques (dégazage, migration de plastifiants, évolution de la morphologie), ou des phénomènes chimiques parmi lesquels l'oxydation par l'oxygène atmosphérique, qui joue souvent un rôle prépondérant. Ces phénomènes peuvent affecter la structure chimique du polymère, ou dans certains cas, concerner seulement les additifs (problème d'incompatibilité d'adjuvants) [2].

Le vieillissement thermique peut être continu ou cyclique. Dans le premier cas, le polymère est exposé continuellement à la chaleur. Le second cas consiste à faire subir au matériau des cycles de chauffage et de refroidissement [4].

L'étude du phénomène de vieillissement thermique d'un isolant solide a deux buts principaux. Le premier est d'observer l'évolution de la durée de vie de ces isolants sous l'effet des contraintes thermiques. Le second but est de trouver une éventuelle corrélation entre le processus de vieillissement et les contraintes qui le provoquent tel que l'effet de la chaleur. Ce dernier peut se manifester de deux manières différentes ; la première concerne l'effet instantané sur le matériau dû à une forte élévation de la température ; la seconde concerne quant à elle l'effet d'une température pas trop élevée sur le matériau lorsque ce dernier est exposé à la chaleur pendant un temps assez long [17].

III.2. Polarisation des diélectriques :

III.2.1. Définition :

Dans un diélectrique, la polarisation est due à des mécanismes de déformation de la répartition des décharges électriques sous l'influence du champ électrique. Dans un champ électrique alternatif, cette polarisation ne suit pas le champ d'une façon instantanée. Cette relaxation diélectrique induit une perte d'énergie. Un tel condensateur est équivalent à un circuit comportant une résistance en parallèle avec la capacité.

Dans le diagramme de Fresnel (Figure III.1), le courant alternatif complexe \bar{I} résultant de l'application de la tension alternative complexe \bar{U} aux bornes d'un condensateur plan rempli d'un diélectrique contient deux composantes

$$\bar{I} = \bar{I}_c + \bar{I}_p \quad (\text{III.1})$$

Avec: \bar{I}_c : courant de charge

\bar{I}_p : courant de perte d'énergie dans le diélectrique (due à la polarisation)

Les courants \bar{I}_c et \bar{I}_p sont données par les relations suivantes :

$$\bar{I}_c = jC_s \omega \bar{U} \quad (\text{III.2})$$

$$\bar{I}_p = \frac{\bar{U}}{R} \quad (\text{III.3})$$

Avec :

ω : pulsation du courant alternatif.

C_s : capacité d'un condensateur parfait.

R : résistance du diélectrique réel.

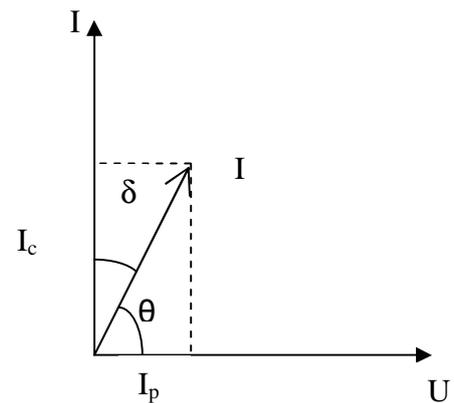


Figure III.1 : Diagramme de Fresnel pour un condensateur contenant un diélectrique [3]

L'angle $\delta = \frac{\pi}{2} - \theta$ est appelé angle de pertes diélectriques.

En pratique \bar{I} est proportionnel à $C_0 \bar{U}$ et peut être écrit:

$$\bar{I} = j\omega(\epsilon' - j\epsilon'')C_0 \bar{U} \quad (\text{III.4})$$

Avec :

C_0 : capacité du condensateur sous vide.

\bar{U} : tension aux bornes de ce condensateur.

On définit aussi la permittivité relative complexe par :

$$\varepsilon^* = \varepsilon' - j\varepsilon'' \quad (\text{III.5})$$

La partie réelle ε' est la partie de la permittivité relative en courant alternatif à une fréquence et à une température donnée. La partie imaginaire ε'' est appelé indice de pertes diélectriques.

La tangente de l'angle de pertes est donnée par la relation $\text{tg}\delta = \frac{I_p}{I_c} = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'}$ représente le facteur de pertes diélectriques [3].

III.2.2. Principe de la polarisation :

Selon le module des bandes d'énergie la matière devient diélectrique, c'est-à-dire mauvaise conductrice de l'électricité, quand les bandes de conduction et de valence sont séparées par une énergie supérieure à 5 eV. Alors, un très petit nombre seulement d'électrons reçoivent, à température ordinaire, l'énergie thermique nécessaire pour effectuer une transition dans la bande de conduction. Quand la température s'élève la probabilité de transition augmente. Le fait que les charges présentes dans un diélectrique ne soient pas libres ne signifie nullement qu'elles sont liées de façon absolument rigide les unes aux autres. En particulier, un champ électrique E déplace légèrement les charges positives et négatives les unes par rapport aux autres, provoquant l'apparition de dipôles électriques.

Plusieurs mécanismes concourent à l'apparition de ces dipôles. Sous l'action d'un champ électrique alternatif, cette polarisation ne suit pas le champ électrique d'une manière instantanée (déphasage entre le champ électrique et l'établissement des dipôles). Cette relaxation diélectrique provoquant la dissipation d'énergie est responsable des pertes diélectriques [2].

1. Echelle macroscopique :

Dans un vide contenant des charges libres, le champ électrique E et l'induction D sont liés par la relation (III.6) :

$$D = \varepsilon_0 E \quad (\text{III.6})$$

Où ε_0 est la permittivité du vide en F/m, et D est l'induction électrique en C/m².

Si on introduit un diélectrique dans un volume d'espace, il faut tenir compte également des charges dues aux phénomènes de polarisation. L'induction dans le diélectrique satisfait à la relation (III.7) :

$$D = \varepsilon_0 E + P \quad (\text{III.7})$$

Où P est la polarisation en C/m².

Dans un milieu linéaire, homogène et isotrope, on a :

$$P = \varepsilon_0 \chi E \quad (\text{III.8})$$

En tenant compte de l'expression (III.7) on en déduit :

$$D = \varepsilon_0 (1 + \chi) E \quad (\text{III.9})$$

Où χ est la susceptibilité électrique (sans unité).

Et en posant $1 + \chi = \varepsilon_r$ et $\varepsilon_0 \varepsilon_r = \varepsilon$.

On obtient :

$$D = \varepsilon E \quad (\text{III.10})$$

ε_r est la permittivité relative et ε la permittivité absolue.

La polarisation P s'écrit aussi :

$$P = \varepsilon_0 (\varepsilon_r - 1) E \quad (\text{III.11})$$

2. Echelle microscopique :

Dans un diélectrique polarisé, il existe un champ électrique local E_l ; il induit un moment dipolaire P au niveau de chaque molécule :

$$P = N \alpha E_l \quad (\text{III.12})$$

Où:

α : Constante représentant la polarisabilité de la molécule.

N : nombre de dipôle par unité de volume.

Le champ local E_l peut être considéré comme la somme de deux composants :

$$E_l = E + E_d \quad (\text{III.13})$$

Où:

E est le champ imposé par la source.

E_d est le champ résultant de la présence de dipôle dans tout le volume diélectrique.

Le champ local agissant sur un dipôle est donné par l'expression :

$$E_l = E + \frac{P}{3\epsilon_0} \quad (\text{III.14})$$

En tenant compte de la relation (III.11) et en la combinant avec (III.14), on trouve :

$$E_l = \frac{\epsilon_r + 2}{3} E \quad (\text{III.15})$$

On établit la relation de Clausius-Mossotti :

$$\frac{\epsilon_r - 1}{\epsilon_r + 2} = \frac{\chi}{\epsilon_r + 2} = \frac{N\alpha}{3\epsilon_0} \quad (\text{III.16})$$

Dans la mesure où plusieurs mécanismes de polarisation différents existent, leurs effets s'additionnent :

$$\frac{\epsilon_r - 1}{\epsilon_r + 2} = \frac{1}{3\epsilon_0} \sum_i^n N_i \alpha_i \quad (\text{III.17})$$

Cette équation relie les propriétés microscopiques α_i à la grandeur macroscopique qu'est la permittivité [2].

III.2.3. Différents types de polarisation :

Avec les polymères couramment utilisés, les dissipations en courant alternatif proviennent principalement de la relaxation des différentes polarisations. On distingue quatre types de polarisation :

- Polarisation électronique;
- Polarisation ionique;
- Polarisation dipolaire ou d'orientation;
- Polarisation par charges d'espace.

Chacune de ces polarisations contribue à la valeur de la permittivité relative et donne une relaxation qui se traduit par un pic pour l'indice de pertes diélectriques $\epsilon_r \tan \delta$ [17].

A) Polarisation électronique :

A l'échelle atomique du diélectrique, sous l'effet du champ électrique E , le nuage électronique de chaque atome est déplacé légèrement par rapport au noyau. Il se crée ainsi des moments dipolaires induits, causes de la polarisation électronique dont le temps d'établissement est très court (de l'ordre de 10^{-15} s).

$$P_e = N\alpha_e E_l \quad (\text{III.18})$$

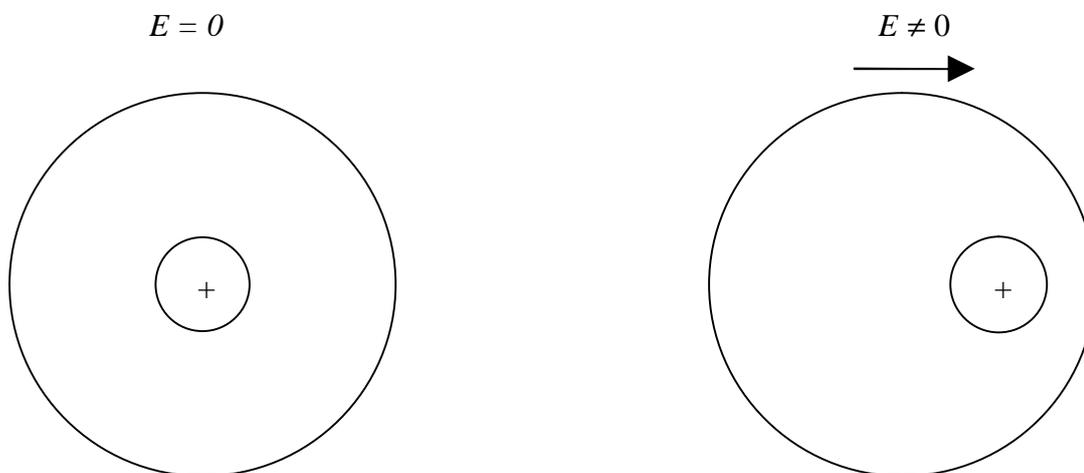


Figure III.2 : La polarisation électronique [18]

Où α_e est la polarisabilité électronique, $\alpha_e = 4\pi\epsilon_0 r^3$ (r : rayon de l'atome) [17].

B) Polarisation ionique :

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 extérieure, un moment de liaison. Si l'on superpose un champ électrique, les atomes se déplacent les uns par rapport aux autres donnant naissance à une polarisation ionique qui met en jeu le déplacement des ions dans le réseau cristallin. Son temps d'établissement est de l'ordre de 10^{-13} s à 10^{-12} s.

$$P_i = N\alpha_i E_i \quad (\text{III.19})$$

α_i est la polarisabilité ionique [17].

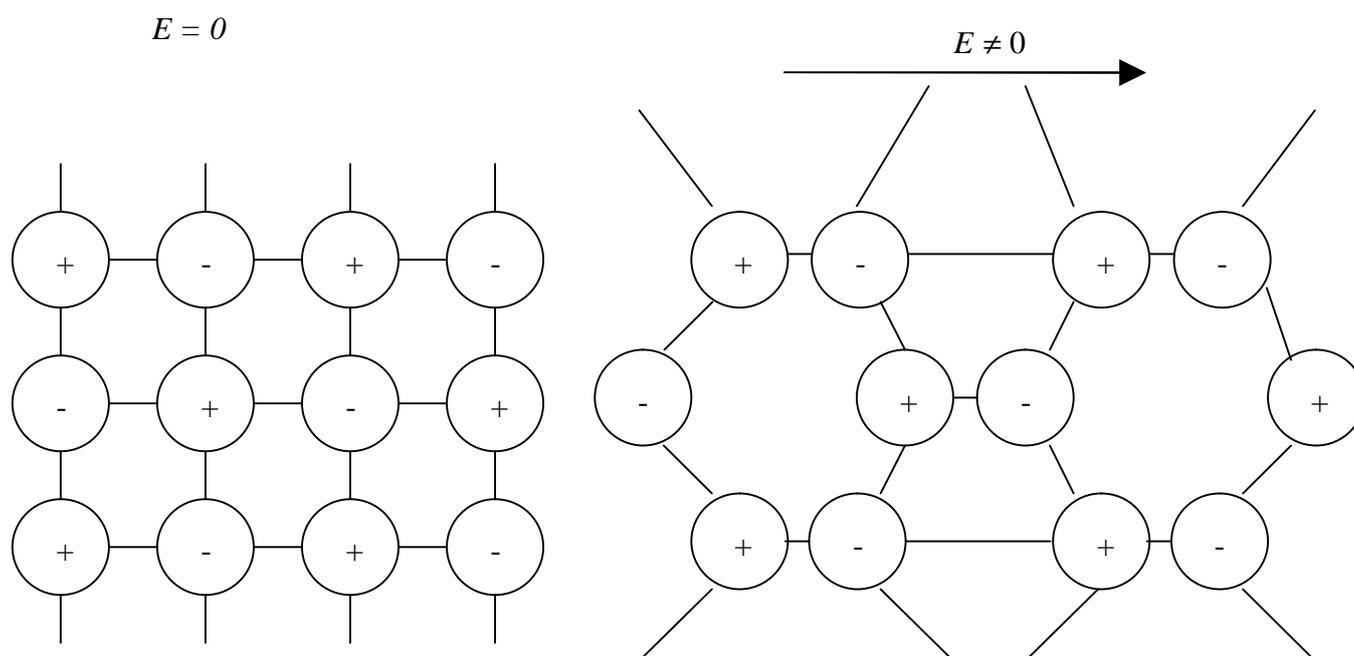


Figure III.3 : Polarisation ionique [18]

C) Polarisation dipolaire ou d'orientation :

En général, les molécules hétérogènes présentent un moment dipolaire dit spontané. Il est omniprésent même en l'absence d'un champ électrique. L'orientation de ces dipôles est alors aléatoire. Elle concerne l'orientation des molécules dipolaire sous l'action du champ électrique. Elle dépend de la température et apparaît dans les liquides et les corps amorphes. Dans le cas des polymères, le moment dipolaire résultant de chaque unité manométrique est obtenu par la somme vectorielle des différents moments de liaisons.

Si on superpose un champ électrique constant, chaque dipôle est soumis à un couple créant une polarisation résultante dans le sens du champ électrique. La valeur de la polarisation est alors donnée par la relation:

$$P_d = N\alpha_d E_t \quad (\text{III.20})$$

Avec: $\alpha_d = \frac{\mu^2}{3KT}$

μ : Moment dipolaire de la molécule.

K : constante de Boltzman.

T : température absolue.

Quand un champ électrique est appliqué, la polarisation d'orientation n'atteint pas immédiatement sa valeur maximale et de même, à la coupure du champ, la polarisation décroît au bout d'un temps t déterminé. La polarisation s'exprime généralement par une équation de la forme

$$P = P_d e^{-\frac{t}{\tau}} \quad (\text{III.21})$$

Avec : τ : temps de relaxation.

Deux conditions sont à vérifier pour observer cette polarisation. La première exige une dissymétrie structurale, la seconde exige que la molécule ou le groupement atomique puisse s'orienter dans le champ électrique. La polarisation d'orientation confère aux matériaux une valeur relativement élevée de la permittivité relative, une tangente de l'angle de pertes diélectriques élevée et une forte dépendance de la constante diélectrique avec la température [19].

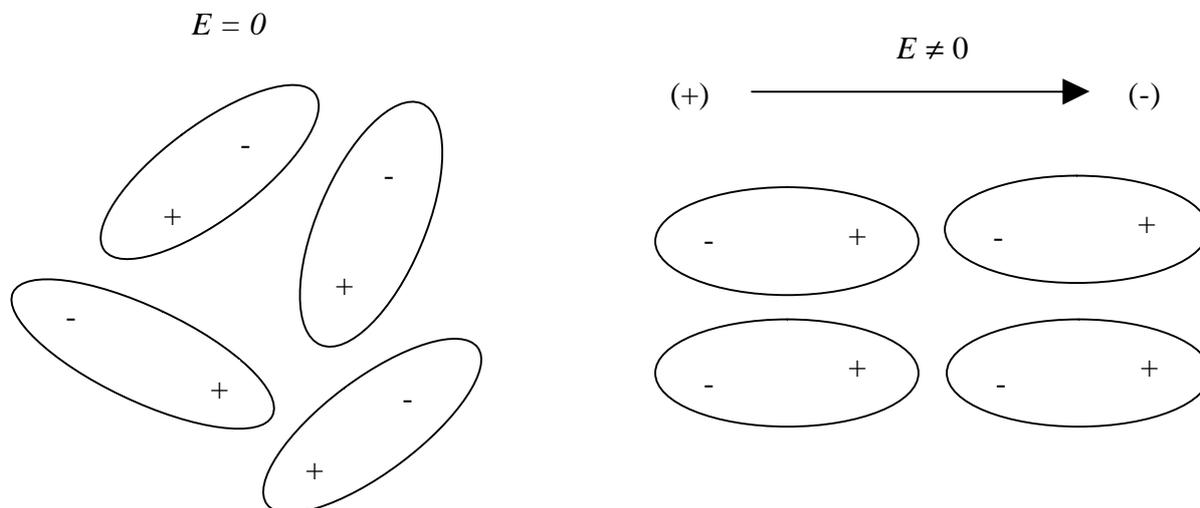


Figure III.4 : Polarisation dipolaire ou d'orientation [18]

D) Polarisation par charge d'espace ou interfaciale (Effet Maxwell-Wagner-Sillars) :

Ce type de polarisation intervient dans le cas de matériaux hétérogène, soit constitués de composés différents (charges, impuretés), soit constitués de conglomerats de différents éléments de volumes macroscopique ayant des conductivités et des constantes diélectriques différentes. C'est le cas du polyéthylène qui contient une charge de conductivité appréciable telle que le noir de carbone. Dans ce cas, des charges d'espace peuvent alors s'accumuler aux interfaces créant des distorsions macroscopiques du champ appliqué. Ces charges d'espace proviennent du fait que les porteurs de charges qui, habituellement, peuvent migrer jusqu'aux électrodes dans un diélectrique homogène, sont alors piégés aux interfaces. Le temps d'établissement de la polarisation interfaciale est de quelques 10^{-2} s à 10^{-1} s [17].

$$P_c = N\alpha_c E_l \quad (\text{III.22})$$

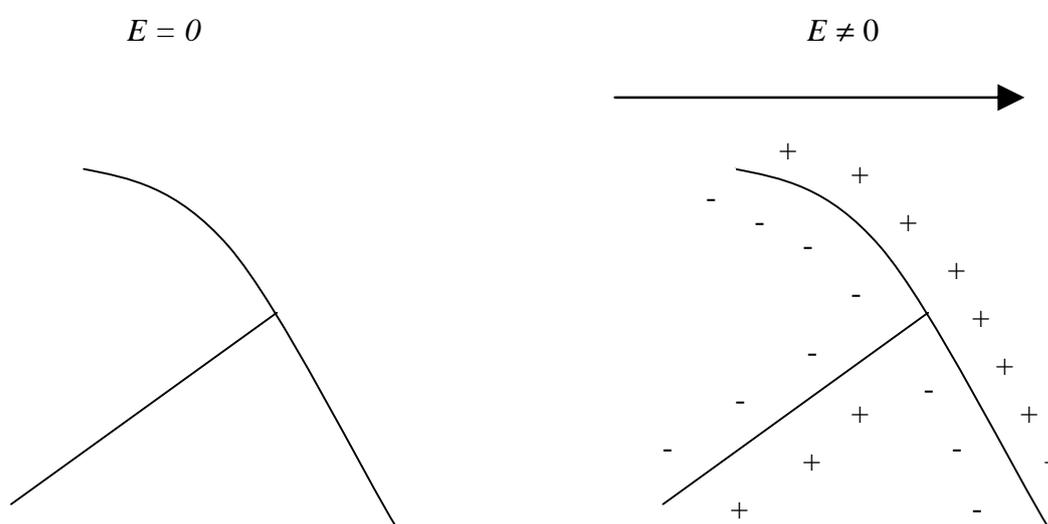


Figure III.5 : Polarisation par charge d'espace ou interfaciale (Effet Maxwell-Wagner-Sillars) [18]

III.2.4. Conduction des isolants polymères :

Aux champs électriques faibles (de l'ordre de 10^6 V/m), la conduction des isolants présente généralement un caractère ohmique. Pour les solides, il est admis qu'elle est due au déplacement d'ions. En ce qui concerne les polymères, de nombreux chercheurs insistent sur le rôle joué par les ions résultant de la dissociation d'impuretés qui ont été introduites dans le matériau lors des opérations de fabrication et de mise en œuvre [17].

En générale, la conductivité d'un matériau peut s'exprimer selon la formule (III.23) :

$$\sigma = \sum_i^n n_i q_i \mu_i \quad (\text{III.23})$$

Où :

σ : conductivité

n_i : nombre de porteurs i

q_i : charge d'un porteur i

μ_i : mobilité d'un porteur i

Dans la plupart des cas, la conductivité σ varie avec la température suivant la formule (III.24)

$$\sigma = \sigma_0 e^{\left(-\frac{w}{RT}\right)} \quad (\text{III.24})$$

Où :

w : énergie d'activation

R : constante des gaz parfaits

T : température absolue

Cette relation a été vérifiée dans le cas de nombreux isolants liquides et solides. Néanmoins, la nature des charges transitant dans les isolants solides (ions ou électrons) reste controversée. Les modèles théoriques ne permettent pas de représenter les phénomènes physiques qui restent complexes compte tenu des structures des matériaux.

Aux champs électriques élevés, la conduction des isolants perd son caractère ohmique. Dans les isolants solides, les phénomènes de conduction ne sont pas encore complètement élucidés [17].

III.2.5. Influence de la température sur les propriétés diélectrique des polymères :**A) Résistivité transversale :**

Expérimentalement, la résistivité transversale ρ du polymère suit la loi d'ARRHENIUS. Elle est donnée par la relation suivante :

$$\rho = \rho_{\infty} e^{-\frac{E}{RT}} \quad (\text{III.25})$$

Avec :

ρ_{∞} : résistivité limite du polymère à la température infinie.

E : énergie d'activation du phénomène.

T : température absolue.

R : constante des gaz parfaits.

Il y a une autre relation du même type :

$$\ln \rho = \frac{A}{T} + B \quad (\text{III.26})$$

Avec: A, B: constants caractéristiques du matériau.

La caractéristique de $\ln \rho$ en fonction de $1/T$ est généralement une droite qui, dans certain cas, peut avoir une cassure [3].

B) Permittivité relative et facteur de pertes diélectriques :

Pour de nombreux isolants, la permittivité relative (ϵ_r) et le facteur de pertes diélectrique ($\text{tg}\delta$) ont été mesurés dans une large gamme de température. Quant au polyéthylène, il présente plusieurs bandes d'absorption dues à la relaxation de dipôles (α , β et γ) comme le montre la Figure III.6 [3]:

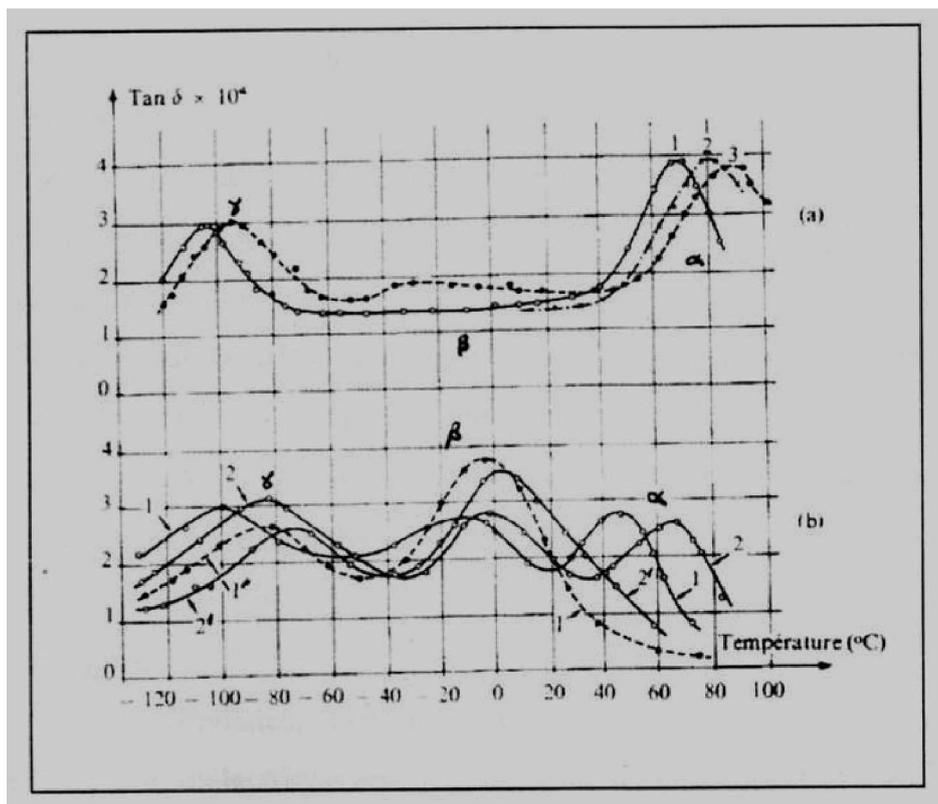


Figure III.6 : Facteur de pertes diélectriques ($\text{tg}\delta$) de polyéthylènes oxydés en fonction de la température

- (a) Polyéthylène à haute densité : les courbes 1, 2 et 3 correspondent aux fréquences 1, 5 et 10 kHz
- (b) Polyéthylène à basse densité : les courbes 1, 2 correspondent aux fréquences 1 et 10 kHz pour un matériau recuit ; les courbes 1' et 2' correspondent aux fréquences 1 et 10 kHz pour un matériau trempé.

Comme la plus part des polymères semi-cristallins, le polyéthylène présente quatre maximums sur la courbe représentative de la tangente de l'angle de pertes ($\text{tg}\delta$) en fonction de la température, à fréquence fixe. On appelle, comme on a noté précédemment, ces quatre pics de relaxation α , β et γ par température décroissante. Ces pics, dont certains peuvent être absents pour plusieurs types de polyoléfines, sont dus à des mouvements (rotations, vibrations, translations,...) de segment plus ou moins longs des chaînes principales ou latérales. Plusieurs chercheurs mentionnent que le pic α peut être attribué aux mouvements de la chaîne dans la phase cristalline. Le pic β serait dû à des mouvements des chaînes latérales et des parties (50 à 100 carbones) de la chaîne principale. Le pic γ correspondrait à des segments limités (environ 4 à 6 carbones).

Les temps de relaxation τ peuvent être bien décrits par une loi d'ARRHENIUS :

$$\tau (T) = \tau_0 e^{\frac{\Delta H}{RT}} \quad (\text{III.27})$$

Avec :

τ_0 : constante.

H : énergie caractérisant la bande d'absorption considérée.

T : température absolue.

R : constante des gaz parfaits.

Une étude basée sur les méthode des courants thermiquement simulés utilisée pour l'étude des modes de relaxation complexes observés entre 0 °C et 200 °C a mis en évidence la correspondance entre le pic de relaxation β qui apparaît à des températures plus ou moins faibles et la température de transition vitreuse [3].

C) Rigidité diélectrique :

Pour les polyéthylènes, L'évolution de la rigidité diélectrique en fonction de la température a pour origine : d'une part, les électrons mobiles liés à la structure chimique du polymère, et d'autre part, les contraintes des forces de Coulomb. Ces deux phénomènes, électronique et électromécanique, expliquent la variation de la rigidité en fonction de la température [3].

III.3. Vieillessement physique :

Le terme vieillissement physique englobe tous les processus conduisant à une altération irréversible des propriétés d'utilisation du matériau sans qu'il y ait modification de la structure chimique des macromolécules constituant le matériau.

Le vieillissement physique peut résulter :

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

On distingue deux grandes catégories de phénomènes selon qu'ils impliquent ou non un transfert de masse. C'est-à-dire un transport de petites molécules du matériau vers l'environnement (perte d'adjuvants) ou de l'environnement vers le matériau (absorption de solvants) [2].

III.3.1. Vieillessement physique avec transfert de masse:

Les phénomènes de transport de masse font essentiellement appel aux notions de solubilité, de diffusion et de plastification.

A) Vieillessement par absorption de solvants (Pénétration de solvants) :

Le solvant pénètre dans le polymère selon une loi de diffusion. Cette pénétration est influencée par les facteurs suivants :

- Û la structure chimique du motif structural élémentaire : c'est elle qui détermine essentiellement l'affinité du polymère pour le solvant considéré. A la limite, le solvant peut dissoudre totalement le polymère (s'il est linéaire);
- Û la morphologie : les zones cristallines peuvent être considérées comme imperméables ; la solubilité globale décroît donc avec le taux de cristallinité;
- Û le taux de réticulation : la pénétration de solvant est d'autant plus aisée que le taux de réticulation est faible, sauf si la réticulation fait apparaître de nouveaux groupes fonctionnels ayant une affinité élevée pour le solvant;
- Û plastification : la pénétration de solvant a pour conséquence la plastification qui se traduit par une modification du comportement mécanique du matériau à savoir la diminution du module d'élasticité et de la contrainte à la rupture; une augmentation de l'allongement à la rupture. Une autre conséquence de la plastification est la diminution de la température de transition vitreuse [2];
- Û gonflements différentiels : ils peuvent se produire au niveau microscopique si le matériau est hétérogène, posant un problème d'instabilité dimensionnelle ou des contraintes internes qui se développent à l'interface et peuvent conduire à des ruptures mécano-chimiques de chaînes [3].

B) Vieillissement par migration d'adjuvants (Perte d'adjuvants) :

La plus part des adjuvants résulte de la migration de ces derniers hors du matériau. On peut distinguer trois mécanismes principaux :

- Û L'évaporation : c'est le cas le plus fréquemment rencontré dans les application électriques (isolation de câbles). Les molécules de plastifiant à la surface peuvent donc passer dans l'atmosphère, d'où gradient de concentration dans l'épaisseur du matériau. L'apparition de ce gradient entraîne la diffusion du plastifiant du cœur vers la surface. Le mécanisme entraîne la disparition progressive du plastifiant;
- Û L'extraction : les phénomènes d'extraction sont à prendre en compte dans les cas de contact entre un polymère et un milieu liquide. Ici, c'est la stabilité de l'adjuvant dans le liquide qui est susceptible de jouer le rôle le plus important et qui sera en tout cas le premier paramètre à prendre en compte lors du choix du matériau;
- Û L'exsudation : l'exsudation n'est pas autre chose que le résultat d'une évolution vers l'équilibre. Dans certains cas, le mélange (polymère + adjuvants) peut être déstabilisé par un corps tiers provenant de l'environnement [3].

Dans tous les cas, le départ de l'adjuvant se traduit par la perte des propriétés qu'il était censé apporter au polymère. Dans le cas de plastifiants, on observera une diminution de l'allongement à la rupture, une augmentation de la température de transition vitreuse et du module de Young. Dans le cas de stabilisants, c'est la stabilité chimique qui diminuera. Dans de nombreux cas, la stabilité globale est gouvernée par la résistance à la migration des adjuvants. La vitesse de perte de plastifiants dépend essentiellement de l'épaisseur du matériau, de la température, du confinement de l'atmosphère et de la structure du plastifiant [2].

III.3.2. Vieillissement physique sans transfert de masse:**A) Fissuration sous contrainte en milieu tensioactif :**

En milieu tensioactif, les polymères sont le siège de fissurations dans les zones les plus contraintes et ceci après un temps pouvant varier entre quelques minutes et quelques jours, selon les conditions et la qualité des polymères. Le phénomène de fissuration est lié au développement de forces de tension superficielles à l'interface polymère-liquide. Il dépend de plusieurs paramètres à savoir la contrainte mécanique, la température et la tensio-activité du liquide dont la viscosité détermine la vitesse de pénétration dans les fissures. Aux paramètres externes, s'ajoutent les paramètres internes; nous pouvons citer la structure du polymère, la distribution des masses moléculaires et la morphologie du polymère (distribution de tailles de cristallites et sphérolites) [2].

B) Vieillessement physique interne (évolution de la morphologie) :

Le vieillissement physique interne est uniquement lié à des causes internes au matériau (mobilité moléculaire), c'est-à-dire au fait que le matériau est, au terme de sa mise en œuvre, dans un état thermodynamiquement instable. Le vieillissement résulte alors d'une évolution plus ou moins lente vers un état plus stable. On peut prévoir qu'il sera d'autant plus rapide que la température est élevée, et d'autant plus faible que l'histoire thermique en fin de mise en œuvre aura permis au matériau d'atteindre l'état de stabilité. Le vieillissement physique se traduit par une augmentation de la compacité du réseau macromoléculaire, autrement dit par une réduction du volume spécifique qui peut être expliquée par le concept du volume libre (volume disponible par les mouvements de segments de macromolécules). Le vieillissement physique affecte toutes les propriétés dépendant du volume libre et la mobilité moléculaire. La masse volumique augmente, le coefficient de dilatation diminue, le facteur de pertes diélectriques diminue [2].

C) Vieillessement par chocs thermiques (variation de température) :

Les chocs thermiques peuvent entraîner des ruptures mécaniques induites par dilatation différentielle. Deux mécanismes sont susceptibles d'intervenir :

Û Gradient de température dans l'épaisseur :

Les matériaux organiques sont, sauf cas particuliers, des isolants thermiques. Lorsque la température du milieu varie rapidement, un gradient de température s'instaure dans l'épaisseur du matériau d'où dilatation différentielle zone superficielle-zone interne. Dans le cas d'un choc thermique de grande amplitude, une seule excursion en température peut entraîner la rupture. Dans le cas de cycles de plus faible amplitude, l'endommagement peut intervenir à terme, le matériau étant sollicité en fatigue.

Û Matériaux hétérogènes :

Dans les matériaux composites, soumis à des variations de température, les dilatations différentielles entraînent des contraintes internes susceptibles d'endommager le matériau. Il s'agit d'un phénomène de fatigue mécanique. La dilatation superficielle est alors due à la différence de coefficient de dilatation des phases en présence [2].

D) Vieillessement par relaxation de volume et d'enthalpie :

Les variations de volume et d'enthalpie sont en fait deux aspect différents (mais parallèles) d'un même phénomène d'évolution de la configuration du réseaux macromoléculaire à l'état vitreux découvert par KOVACS.

Il s'agit en fait d'un phénomène lié à l'instabilité propre du matériau amorphe au-dessous de leur température de transition vitreuse [19]. Dans les polymères semi-cristallins (PE,...), certains segments stéréoréguliers (donc capables de cristalliser) qui se trouvaient piégés dans la phase amorphe, vont progressivement diffuser et s'incorporer à des zones cristallines. Le vieillissement se traduit par une augmentation du taux de cristallinité [3].

III.4. Vieillissement chimique :

On appelle vieillissement chimique tout phénomène impliquant une modification chimique du matériau (polymère ou ses adjuvants) sous l'influence de l'environnement. En pratique, le vieillissement chimique se superpose souvent à un vieillissement physique et les deux phénomènes interfèrent. Les principaux types généraux de réactions intervenant lors du vieillissement chimique sont les suivants :

A) Coupure de chaînes statistiques :

Les coupures de chaînes statistiques se produisent sur des sites distribués de manière aléatoire dans le réseau macromoléculaire. Une grande variété de mécanismes chimiques peut être la cause de coupure statistique des chaînes. On peut citer la thermolyse, coupure β , l'hydrolyse, et la radiolyse. Sur le plan de la structure, ces coupures de chaînes provoquant une diminution de la masse moléculaire moyenne dans le cas des polymères linéaires, et une diminution du taux de réticulation dans le cas des polymères tridimensionnels. Les propriétés physiques telles que les propriétés optiques, élastiques et thermiques sont très peu affectées par les coupures de chaînes statistiques. Cependant, les coupures de chaînes affectent considérablement les propriétés mécaniques car elles sont responsables de fragilisation du matériau [2].

B) Dépolymérisation :

La Dépolymérisation est un cas particulier de la réaction de coupure de chaînes. Elle conduit à l'élimination d'un fragment moléculaire (monomère), et à une diminution très faible et rapide de la masse moléculaire. Une coupure de chaîne crée un site actif qui déstabilise la liaison monomère voisine et entraîne l'élimination séquentielle de molécules de monomère. La Dépolymérisation est donc l'inverse de la polymérisation, elle est d'autant plus facile que l'énergie de liaison monomère-monomère est faible [2].

C) Réticulation :

La réticulation est la réaction conduisant à la formation de ponts covalents entre les segments de chaînes voisines. Elle se traduit par une diminution de la mobilité moléculaire. Dans le cas des polymères linéaires de taux de réticulation modérés, la réticulation se traduit par l'apparition de chaînes plus ramifiées et de masse moléculaire plus élevée que les chaînes initiales. Dans le cas des polymères tridimensionnels, la réticulation se traduit par une augmentation de la concentration en nœuds de réseau (diminution de la masse moyenne). Elle est peut être suivie par une diminution du taux de gonflement, par une augmentation de la température de transition vitreuse et module d'élasticité. Les propriétés physiques du matériau sont peu affectées à part la solubilité qui diminue.

Au plan des propriétés mécaniques, la réticulation conduit à une augmentation du module d'élasticité, de la contrainte à la rupture et de la température de ramollissement. Dans le cas des polymères initialement linéaires, une réticulation modérée peut également conduire à une augmentation de l'allongement à la rupture. Dans le cas réel de vieillissement, le polyéthylène (PE) peut subir simultanément des coupures de chaînes et une réticulation. Ses propriétés évoluent alors en fonction de la part prise par chacun des processus [2].

D) Oxydation :

L'Oxydation est une réaction en chaîne amorcée par la rupture d'une liaison en radicaux libres. Elle se traduit par l'accumulation de groupes tels que $-OH$ et $>C=O$. La stabilité d'un matériau dépend de la présence de liaisons faibles. La dégradation oxydante du PRC conduit à la formation de composés carbonylés. Ces coupures de chaînes ont une importance particulière car les propriétés mécaniques chutent brutalement. D'autres conséquences peuvent être induites lors du processus d'oxydation des polymères; nous pouvons citer l'apparition de bandes d'absorption diélectriques (augmentation de pertes) et l'abaissement du seuil de température au-delà duquel la dégradation démarre. La cinétique d'oxydation est fréquemment caractérisée par la présence d'un temps d'induction pendant lequel les propriétés évoluent peu. Ce temps d'induction augmente avec les performances du système d'antioxydant [2].

III.5. Endurance thermique et durée de vie des polymères :

III.5.1. Position du problème :

La caractéristique du vieillissement ou la stabilité à long terme des isolants solides doit permettre de répondre à l'une des questions simples suivantes :

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

Pour y répondre, il suffit de connaître la relation temps-contrainte $t = f(C)$ (Figure III.7). La contrainte peut être la température, la tension ou le champ électrique.

Pratiquement, l'établissement de cette relation passe assez souvent par la détermination d'une relation de type de celle présentée à la Figure (III.8) qui décrit les variations d'une propriété du matériau en fonction du temps de vieillissement et pour diverses valeurs C_1, C_2, \dots, C_n de la contrainte appliquée C . Si l'on se fixe une valeur de la propriété P_0 choisie en fonction des critères d'emploi, on obtient la relation $t(C)$ relative à la valeur de la propriété P_0 . Il s'agit de ce qu'on a coutume d'appeler courbe de durée de vie ou d'endurance thermique. La propriété peut être une propriété électrique (rigidité diélectrique, par exemple) ou une propriété mécanique (résistance à la traction, par exemple) [2].

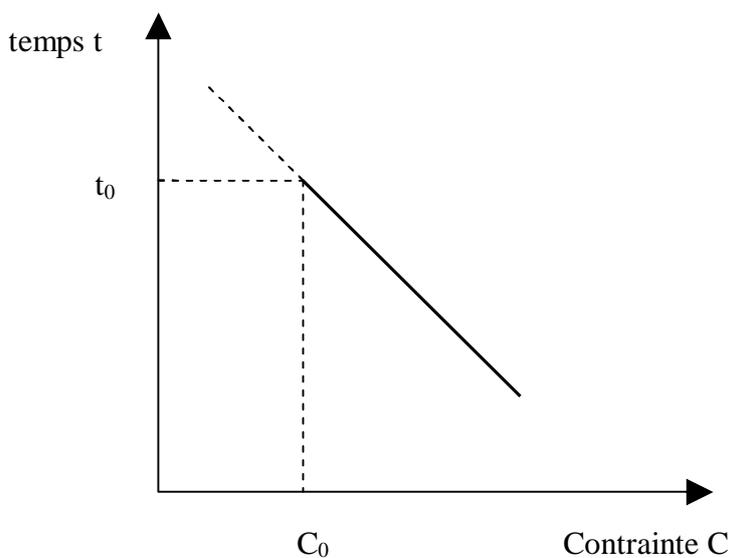


Figure III.7 : Variation du temps de vieillissement en fonction de la contrainte appliquée [2]

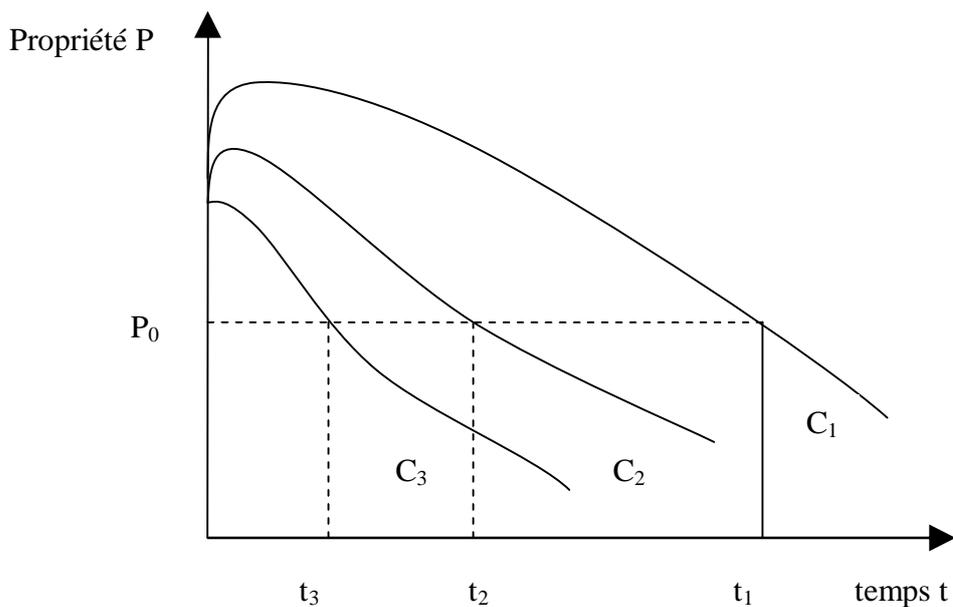


Figure III.8 : Variation de la propriété P en fonction du temps de vieillissement pour différentes valeurs de la contrainte C [2]

III.5.2. Principe de la détermination de l'endurance thermique des isolants solides :

Comme il a été exprimé précédemment, il s'agit essentiellement, dans l'optique de l'électrotechnicien, de connaître les changements des propriétés des matériaux résultants de l'exposition prolongée à des températures de service élevées, de façon à s'assurer que le matériau présente tout au long de sa vie, les propriétés minimales requises dans son emploi.

La grande règle de base servant à l'établissement de la connaissance de l'endurance thermique repose sur le fait que la dégradation peut être considérée comme une réaction chimique qui s'opère à une vitesse d'autant plus grande que la température est élevée.

Les travaux relatifs à l'endurance thermique des isolants solides ont pour objet la mise au point de méthodes générales de détermination de leur stabilité. Les essais consistent à soumettre les matériaux à l'action prolongée de la chaleur, puis à déterminer la variation d'une ou plusieurs de leurs propriétés en fonction du temps de vieillissement, ce qui permet de

tracer les caractéristiques $P = f(t)$ [3].

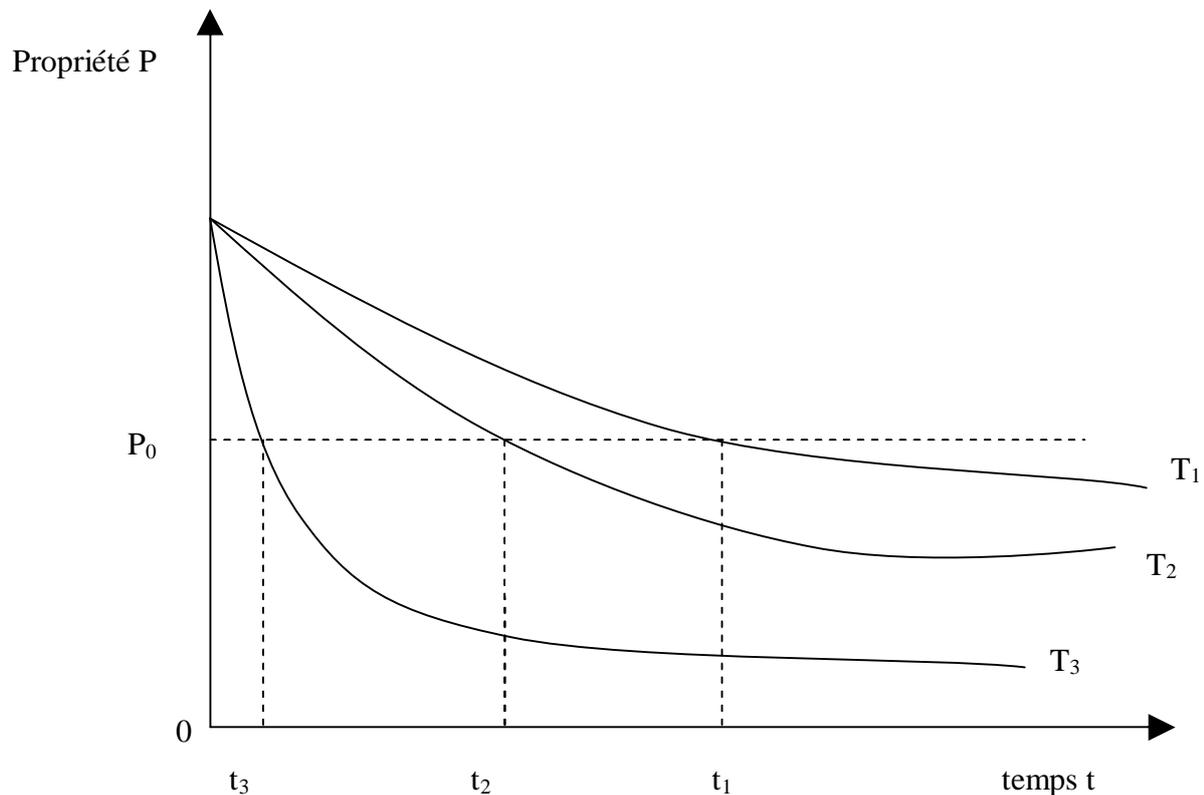


Figure III.9 : Variation de la propriété P en fonction du temps de vieillissement pour différentes températures T [7]

Le choix d'une valeur limite de propriété P_0 permet de déterminer les temps pour lesquels cette limite est atteinte ou durée de vie, et ceci pour plusieurs températures de vieillissement. En répétant les essais on peut tracer la courbe d'endurance thermique ou durée de vie $t = f(T)$ [3].

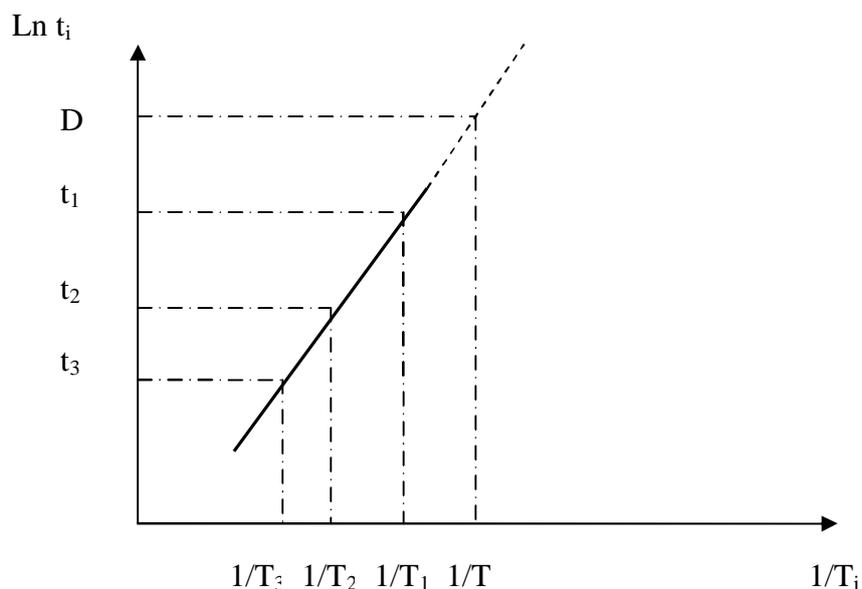


Figure III.10 : Variation du logarithme de la durée de vie des polymères en fonction de l'inverse de la température T [3]

III.5.3. Durée de vie :

En 1913, C. P. Steinmetz et B. G. Lamme publient une étude sur le vieillissement des isolations électriques. A partir de 1921, Montsinger pratique des essais de vieillissement sur des échantillons de papier imprégné d'huile minérale qui le conduisent à formuler en 1930 une loi empirique exprimant la réduction de leur durée de vie pour un accroissement des 8°C de la température [2].

En 1948, T. W. Dakin est l'un des premiers à formuler une expression de la durée de vie des isolants soumis à la contrainte qui est fondée sur la cinétique des réactions chimiques représentant les phénomènes élémentaires prédominants de la dégradation [2].

Ü La vitesse de dégradation :

La vitesse de la réaction chimique représentant le phénomène de dégradation des polymères varie avec la température de vieillissement T. Selon la loi d'Arrhénius, cette vitesse est donnée par la relation suivante [2] :

$$V = V_0 e^{-\frac{E}{RT}} \quad (\text{III.28})$$

Avec :

E : énergie d'activation du phénomène, en J/mole.

R : constante des gaz parfaits (8.314 J/mole.K).

V_0 : constante.

T : température absolue, en K.

La dégradation est plus rapide que la température est plus élevée [3].

Ü Durée de vie :

La durée de vie est le temps nécessaire pour qu'une propriété techniquement importante atteigne une valeur limite telle que le matériel puisse encore fonctionner de façon satisfaisante. La durée de vie t d'un matériau isolant solide en fonction de la température de vieillissement est donnée par une relation du type Arrhénius [2].

$$\ln t = A + \frac{E}{RT} \quad (\text{III.29})$$

Avec :

A : constante caractéristique du matériau.

R : constante des gaz parfaits.

T : température absolue, en K.

E : énergie d'activation du phénomène, en J/mole.

La relation suivante (III.30) est analogue à la relation précédente (III.29) [2]:

$$t = C \exp\left(-\frac{B}{T}\right) \quad (\text{III.30})$$

Avec : C, B : constante caractéristique du matériau.

T : température absolue, en K.

La caractéristique $\ln t$ en fonction de $(1/T)$ est généralement une droite qui, dans certains cas, peut avoir une cassure. D'une manière générale, on peut admettre pour le matériel des durées de vie de 25 à 30 ans pour une utilisation annuelle de 2000 à 7500 h environ. Pour du matériel plus petit, des durées de vie de 20000 à 100000 h sont probablement plus réalistes [2].

Ü Choix des critères de dégradation (critère de fin de vie) :

La publication CEI 216 donne deux façons de définir le critère de dégradation, toutes les deux étant également valable :

- Par le pourcentage d'augmentation ou diminution de la valeur initialement mesurée pour la propriété qui est généralement 50% de la valeur initiale de la propriété mécanique ou électrique. Pour la perte de masse le critère peut être choisi égale à 3% de la valeur initiale.
- Par une valeur fixe de la propriété. Cette valeur peut être choisie en fonction des exigences normales en service [3].

III.6. Conclusion :

Le phénomène de polarisation, qui dépend pratiquement de la température, concoure à l'apparition des dipôles électriques et joue un rôle très important dans le phénomène de conduction des polymères.

L'effet de la température met en évidence la présence de pics de relaxation provoquant la dissipation d'énergie responsable des pertes diélectriques.

Le vieillissement thermique est un phénomène physico-chimique. Les deux processus, physique et chimique en se superposant, sont responsables de la dégradation des matériaux isolants solides sous l'effet de la chaleur. En effet, la perte des adjuvants; l'absorption des solvants; l'oxydation; la réticulation et la dépolymérisation sont les principales causes du vieillissement thermique.

L'endurance thermique des isolants solides est une méthode avec laquelle on peut estimer la durée de vie du matériau, en déterminant la variation d'une ou plusieurs de leurs propriétés en fonction du temps de vieillissement [3].

TRAVAIL EXPÉRIMENTAL

CHAPITRE IV

TECHNIQUES EXPÉRIMENTALES

Introduction :

Dans notre projet, nous nous sommes intéressés à étudier l'influence du vieillissement thermique cyclique sur les propriétés du Polyéthylène Réticulé Chimiquement (PRC) utilisé dans l'isolation des câbles moyenne tension (MT) fabriqués par l'Entreprise des Industries de Câble de Biskra (EN.I.CA. BISKRA). Cette étude a été effectuée dans le cadre de la collaboration du Laboratoire de Haute Tension de l' Ecole Nationale Polytechnique avec EN.I.CA. BISKRA (Département Contrôle et Qualité).

Nous avons effectué deux types d'essais :

- Û Les essais de décharges partielles (mesure de la tension seuil d'apparition des décharges partielles U_{sdp}) et de pertes diélectriques ($tg\delta$ et ϵ_r) sont effectués dans le service champ d'essais du département contrôle et qualité;
- Û Les essais mécaniques (mesure de l'allongement à la rupture, de la résistance à la traction et l'allongement à chaud) sont effectués dans le service laboratoires des essais mécaniques et électriques du département contrôle et qualité.

IV.1. Présentation de l'entreprise EN.I.CA. BISKRA :

L'Entreprise des Industries du Câble de Biskra (EN.I.CA. BISKRA) est une compagnie ayant un capital de 800.000.000 DA avec l'actionnaire unique CABELEQ. Le siège social et les travaux sont situés dans le domaine industriel de Biskra.

EN.I.CA.BISKRA s'étale sur une surface totale engagée de 42 hectares dont 12 hectares de domaine couvert pour des buts de fabrication et de commercialisation de câbles comme suit :

- Câbles d'énergie :
 - Û Basse tension : domestiques isolés au PVC, industriels isolés au PVC et PRC, torsadés au PRC.
 - Û Moyenne tension : isolés au PRC.
 - Û Haute tension : Nus.
- Compound PVC (granules et Dry-Blend) :
 - Û Pour câbles.
 - Û Pour usages domestiques et alimentaires.
- Tourets en bois.

L'entreprise a un certificat de qualité ISO 9001 version.2000 [20].

IV.2. présentation du câble :

IV.2.1. Dimensions et caractéristiques du câble :

Nos essais ont porté sur des échantillons de câbles moyenne tension (18/30 kV), isolés au Polyéthylène Réticulé Chimiquement (P.R.C) fournis par l'Entreprise des Industries du Câble de Biskra (EN.I.CA. BISKRA).

Ce câble présente les caractéristiques suivantes [21] (voir aussi l'annexe 1) :

- Câble moyenne tension du type N(A)2XS(F)Y 1x120 18/30 kV.
- Câble à champ radial.
- Tension nominale : 30 kV.
- Tension spécifiée : 18 kV.
- Section de l'âme : 120 mm² (en aluminium).
- Diamètre de l'âme : 13 mm.
- Nombre de brins : 19.
- Diamètre d'un brin : 2.91 mm
- Epaisseur de l'isolant : 8 mm.
- Température assignée maximale de l'âme en service nominal : 90 °C.
- Température assignée maximale en régime de court-circuit : 250 °C.
- Champ maximal à la surface de l'âme : 5.31 kV/mm.

Pour la mise en œuvre des câbles MT 18/30 kV isolés au PRC, l'EN.I.CA. BISKRA utilise le PEBD 4201, sous forme de granulés contenant du peroxyde et un antioxydant. La réticulation par voie chimique sous gaz inerte chauffé, s'effectue dans un tube rempli d'azote porté à une température de l'ordre de 300 °C sous une pression de 10 bars. Le refroidissement se fait dans un autre tube rempli d'eau également sous une pression de 10 bars [2].

IV.2.2. Constituants du câble :

Les différents constituants du câble utilisé sont présentés à la figure IV.1 :

- 1- Ame conductrice en aluminium.
- 2- Ecran semi-conducteur interne non pelable extrudé sur l'âme.
- 3- Enveloppe isolante PRC.
- 4- Ecran semi-conducteur externe pelable extrudé sur l'âme.
- 5- Couche de semi-conducteur en textile hygroscopique (qui a tendance à absorber l'humidité), qui sert à protéger l'écran semi-conducteur externe contre l'écran métallique.
- 6- Ecran métallique en cuivre.
- 7- Couche gonflante en textile hygroscopique, qui sert à absorber l'humidité et stopper sa progression le long du câble.
- 8- Gaine de protection en PVC [20].

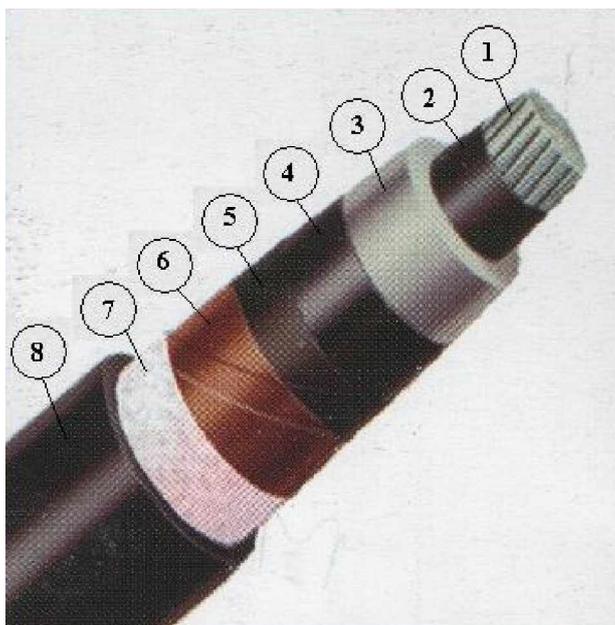


Figure IV.1 : Vue du câble MT 18/30 kV fabriqué par EN.I.CA. BISKRA [20]

IV.2.3. Propriétés du compound :

Les propriétés du matériau (PEBD) constituant l'isolant du câble sont [2] :

a) Enveloppe isolante : HFDE 4201 EC (Extra Clean).

- Permittivité relative : $\epsilon_r = 2.30$
- Facteur de pertes diélectrique : 3×10^{-4} .
- Résistivité volumique en courant continu à 23 °C $> 10^{15} \Omega \text{ cm}$.
- Densité à 23 °C : 0.92 g/cm^3 .
- Résistance à la rupture en traction : 180 kg/cm^2 .
- Allongement à la rupture : 500 %.
- Degré de réticulation (Allongement à chaud), extraction à la décaline : 12%.
- Température de service : 90 °C.

b) Ecran semi-conducteur : HFDA 0585 BLCK 55.

- Densité : 1.13
- Résistance volumique à 23 °C : $450 \Omega \text{ cm}$.

IV.2.4. Fabrication du câble :

La fabrication d'un câble MT isolé au PRC se fait en deux étapes :

Première étape : Dans cette étape, on rassemble les quatre premières couches du câble. Cette étape nécessite deux opérations.

A) L'extrusion :

L'isolation des conducteurs est faite au moyen d'**extrudeuse**. Ces machines comportent une vis fine qui tourne avec un jeu très faible dans une chambre, en refoulant le mélange isolant dans une tête. Le conducteur à isoler, tiré par un cabestan, passe dans un poinçon creux et sort à travers la filière enveloppée par le mélange isolé. Les extrudeuses, communément appelées boudineuses, sont munies de dispositifs de chauffage et de centrage.

A la sortie de la boudineuse, le conducteur isolé est refroidi progressivement, en traversant par balayage de gaz inerte (azote) [4].

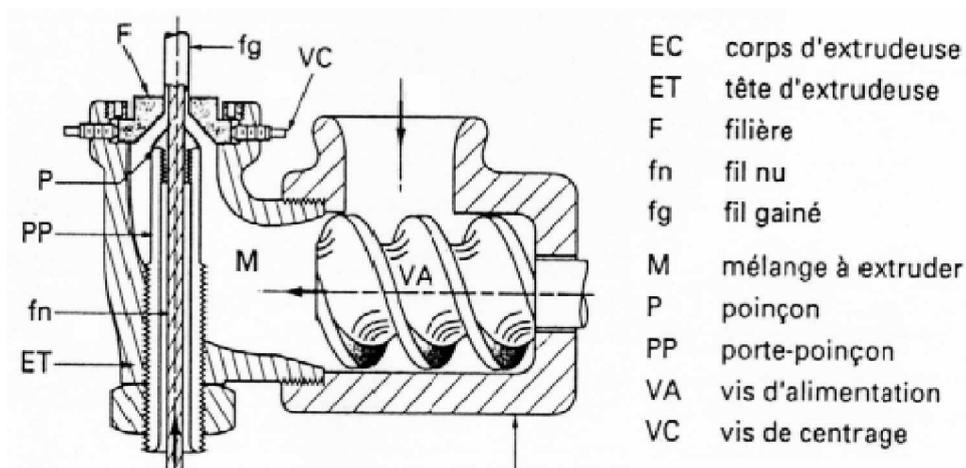


Figure IV.2 : Schéma présente les différents constituant de l'extrudeuse [22]

B) La réticulation :

La réticulation se fait par peroxyde sous gaz inerte (c'est l'azote qui remplace le vapeur d'eau dans l'ancien processus de réticulation). Le câble tiré dans un tube est amené à une température de 280°C sous une pression de 10 à 12 bar, puis progressivement refroidi à la même pression, dans la deuxième partie du même tube. Alors l'absence d'eau dans le processus de réticulation permet à l'isolant de supporter des champs électriques beaucoup plus élevés [22].

Deuxième étape :

Après la première étape de fabrication du câble, on laisse le câble 72 heures à l'air libre pour dégager les gaz produits de la réticulation. Ensuite on met les quatre autres couches du câble autour des premières couches qui sont installées progressivement.

IV.3. Dispositifs expérimentaux :

Dans ce qui suit, nous allons décrire les différentes techniques expérimentales utilisées lors des essais de vieillissement thermique du PRC.

IV.3.1. Description du circuit de chauffage :

Deux échantillons de câbles moyennes tension 18/30 kV isolés au PRC d'une longueur de 15 m ont été soumis à un vieillissement thermique cyclique pendant 20 cycles pour chaque une des deux (2) températures de vieillissement différentes : 80 °C et 100 °C (un échantillon par température). Le cycle doit durer au moins 6 heures. La température de l'âme, doit être maintenue entre les limites prescrites (80 °C ou 100 °C) pendant 2 heures de chaque période de chauffage, on laisse ensuite l'échantillon refroidir naturellement à l'air pendant 4 heures. Ce cycle doit être réalisé 20 fois pour chaque échantillon (c'est-à-dire pour chaque température de vieillissement) (voir la norme C.E.I 502) [5].

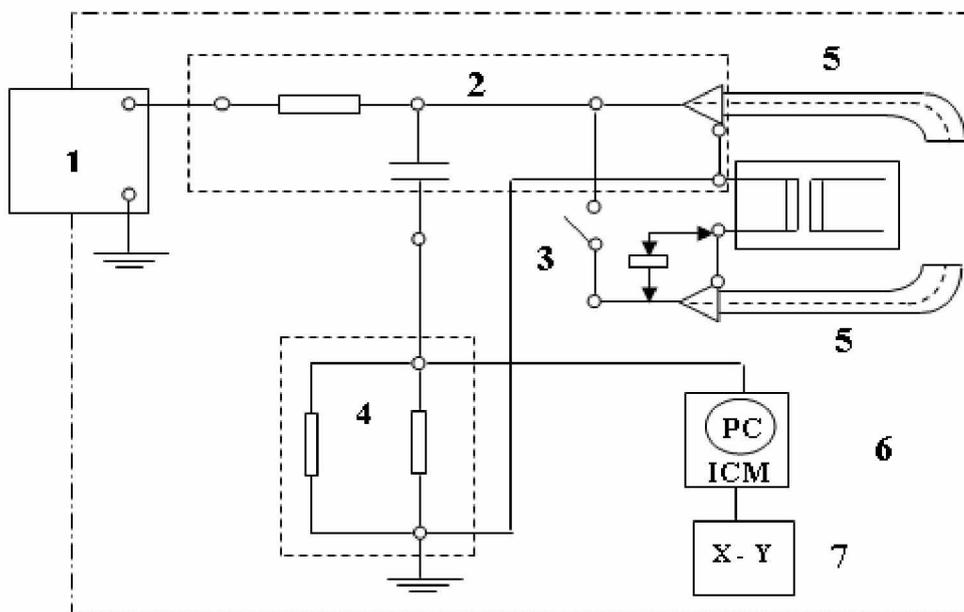
L'échantillon ayant subi les essais est disposé sur le sol de la salle d'essais, et on le chauffe en faisant passer un courant dans l'âme [5] (qui atteint le 580 A) jusqu'à ce que la température du câble atteigne la température de consigne de vieillissement (ensuite on réalise le cycle comme il est noté dans le paragraphe précédent). Ce chauffage est réalisé au moyen d'un transformateur de type ET 250FL 250 kVA, qui alimente deux spires en court-circuit, l'une formé par l'échantillon de mesure et l'autre par l'échantillon témoin. Les deux échantillons sont identiques et par conséquent portés à la même température. L'échantillon témoin sert à prélever la température de vieillissement au moyen d'un thermocouple relié à un régulateur de température (voir la figure IV.3). Après chaque 3 cycles de vieillissement, on effectue la mesure de la tension seuil d'apparition des décharges partielles, du facteur de dissipation diélectrique $\text{tg}\delta$ et la permittivité relative ϵ_r . Les essais mécaniques ont été faits avant et après vieillissement [2].



Figure IV.3 : Vue d'ensemble du dispositif de régulation de la température du câble

IV.3.2. Mesure de la tension seuil d'apparition des décharges partielles :

Le système de mesure des décharges partielles est représenté par le schéma de la figure IV.4. La figure IV.5 présente les boîtes d'extrémités.



- | | |
|---------------------------------|--|
| 1 Circuit haute tension | 5 Boîtes d'extrémités où on introduit le câble
(voir figure IV.4) |
| 2 Condensateur de coupage | 6 Détecteur d'impulsions de décharges |
| 3 Interrupteur de court-circuit | 7 Oscilloscope à deux voies |
| 4 Impédance de mesure | |

Figure IV.4 : Schéma de principe pour la mesure des décharges partielles [15]

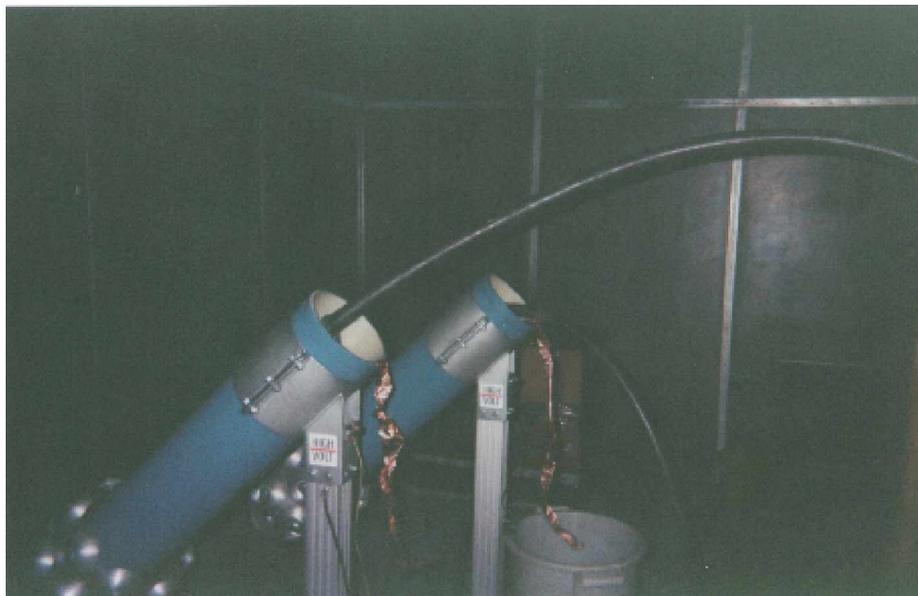


Figure IV.5 : Vue de boîtes d'extrémités où on introduit le câble pour la mesure des décharges partielles

Tous ces équipements sont à l'intérieur d'une cabine blindée correspondant à une cage de Faraday. Les essais de décharges partielles ont été faits en augmentant la tension alternative 50 Hz progressivement jusqu'à l'apparition des décharges partielles correspondant à une charge apparente minimale de 1 pC. Les impulsions de courant dues aux décharges partielles engendrent un signal aux bornes de l'impédance de mesure. Ce signal est visualisé sur un oscilloscope de type ICM COMPACT et aussi sur un ordinateur en utilisant un logiciel spécial (voir la figure IV.6).

A l'aide de ces équipements, on relève la tension seuil U_{sdp} d'apparition des décharges partielles (D.P) à la température ambiante (20 °C) après tous les 3 cycles de vieillissement.

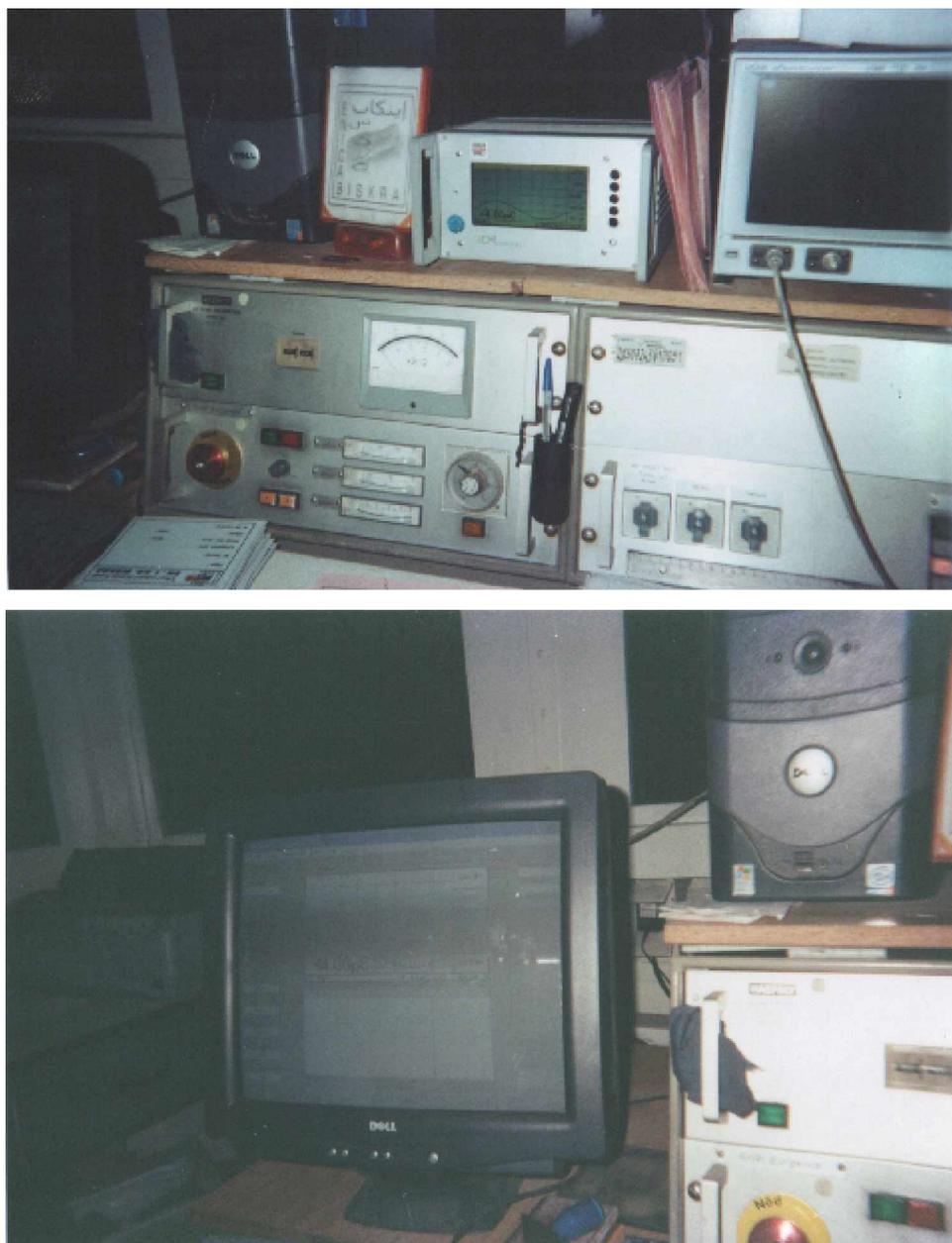
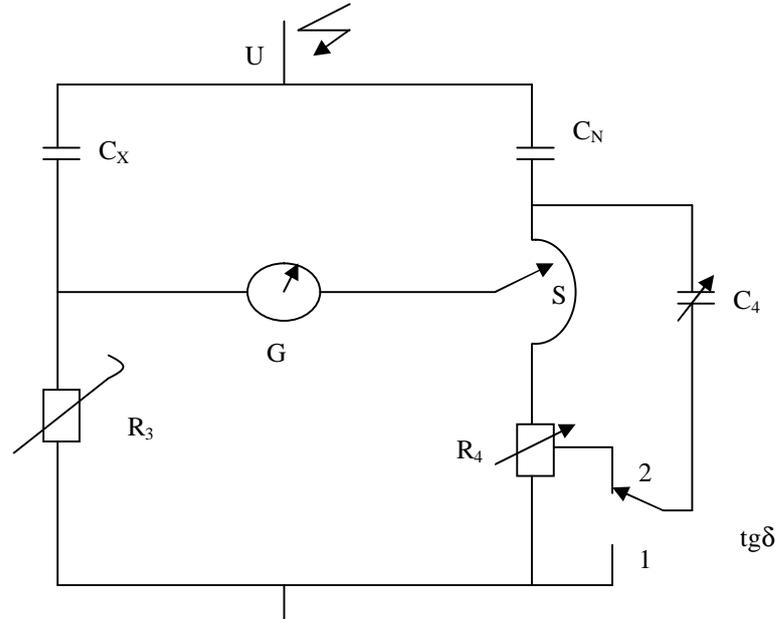


Figure IV.6 : Vue d'ensemble des équipements de mesure de D.P

IV.3.3. Mesure du facteur de pertes diélectriques et de la permittivité relative :

Pour la mesure du facteur de pertes diélectriques et de la permittivité relative, nous avons utilisé un pont de Schering TETTEX AG de type 5512 MO dont le schéma de principe est représenté à la figure IV.7. En réalité, nous avons mesuré la capacité du câble, et la valeur de la permittivité relative ϵ_r a été calculée en effectuant le rapport C_x/C_0 (capacité du câble mesurée à l'aide du pont de Schering par la capacité du câble sans le diélectrique calculée; voir l'annexe 2). L'ensemble du dispositif de mesure de $\text{tg}\delta$ et ϵ_r est donné à la figure IV.8.



- C_x : capacité du câble à mesurer [pF].
 C_N : capacité étalon [pF], $C_N = 100$ pF.
 C_4 : capacité variable [pF].
 R_{3+s} : résistances variables à décades [Ω].
 $R_4 = 10^4/\pi$ [Ω].
 $\text{tg}\delta = C_4 R_4 \omega$
 G : Indicateur de zéro.

Figure IV.7 : Schéma de principe de pont du Schering TETTEX AG [3]



Figure IV.8 : Vue d'ensemble du dispositif de mesure de $\text{tg}\delta$ et ϵ_r

IV.3.4. Mesure de l'allongement à la rupture et de la résistance à la traction :

Pour la mesure de l'allongement à la rupture et de la résistance à la traction, nous avons fait un prélèvement de 7 éprouvettes en forme d'haltère de dimensions normalisées (voir la figure IV.9) de chaque câble vieilli et d'un câble non vieilli. Ces éprouvettes ont été prélevées au moyen d'un étau limeur (voir la figure IV.10) à des endroits différents de l'échantillon et à une même profondeur (enveloppe isolante PRC, voir la figure IV.1) selon les recommandation de la CEI 811 [5]. Pour cela nous avons découpé le câble en 15 tronçons de 1m et après avoir éliminé les tronçons d'extrémités, seuls les tronçons pairs ont été sélectionnés, et de chaque tronçon de 1 m nous avons prélevé une éprouvette.

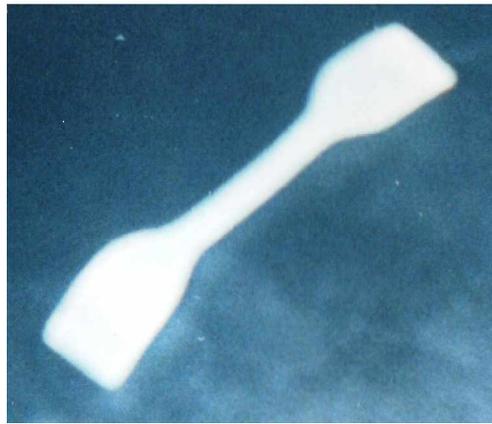
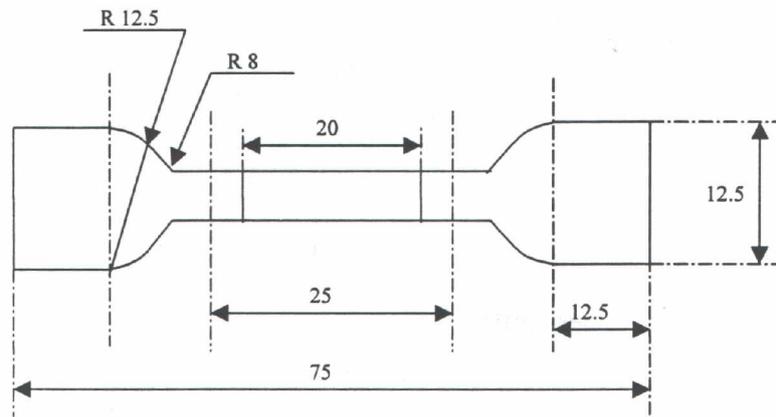


Figure IV.9 : Eprouvette en forme d'haltère [3]

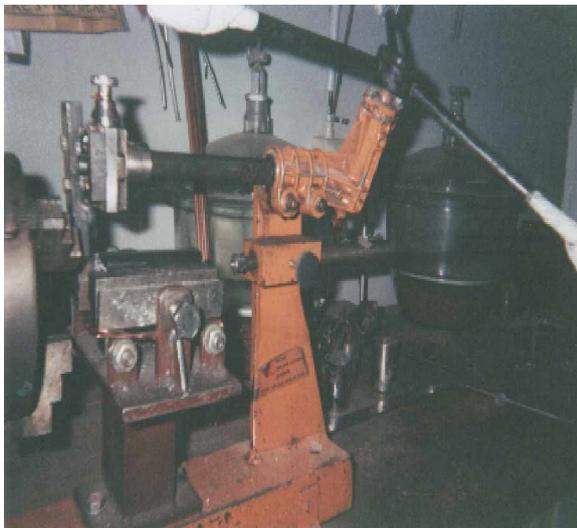


Figure IV.10 : Vue d'ensemble des outils utilisés pour le prélèvement des éprouvettes

Pour mesurer l'allongement à la rupture, la résistance à la traction et d'autres paramètres mécaniques, le laboratoire des essais mécaniques et électriques de l'entreprise EN.I.CA.BISKRA utilise une nouvelle machine très sophistiquée de type Zwick / Roell Z100 gérée par l'ordinateur en utilisant le logiciel Traction PE ZPV - testXpert V11.02 Master. On installe l'éprouvette entre les deux mâchoires de la machine l'une fixe et l'autre se déplaçant à une vitesse fixe (25-250 mm/min [5]), ensuite on démarre la machine en utilisant les commandes du logiciel testXpert. L'éprouvette se dilate sous l'effet de la force exercée par les mâchoires jusqu'à découpage de l'éprouvette. On mesure simultanément sur la même éprouvette l'allongement à la rupture exprimée en pourcentage, et la résistance à la traction exprimée en N/mm^2 . La mesure de ces paramètres se fait à température ambiante.

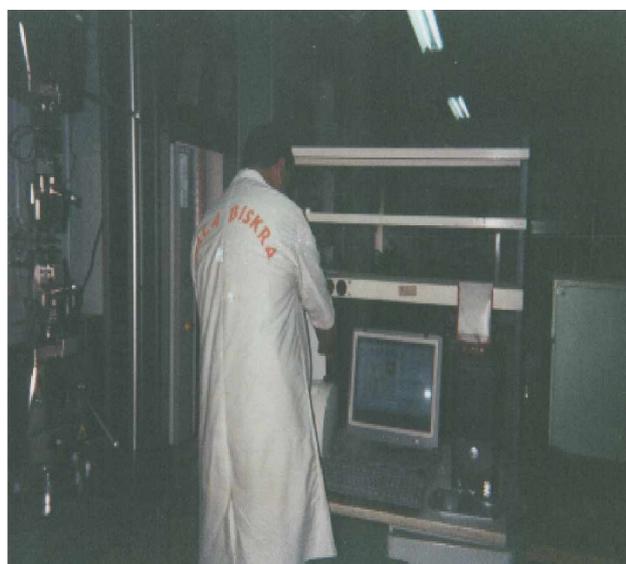


Figure IV.11 : Vue d'ensemble du dispositif utilisé pour les essais mécaniques

IV.3.5. Mesure de l'allongement à chaud (H.S.T) :

L'essai doit se faire dans une étuve maintenue à 200 °C comme l'indique la CEI 502 [5]. Des éprouvettes sous forme d'haltères sont suspendues verticalement dans l'étuve et soumises à une charge de 20 N/cm² attachée avec des mâchoires à l'extrémité inférieure des éprouvettes.

Après 15 minutes dans l'étuve, on mesure la distance entre les traits de repère et on calcule le pourcentage d'allongement. On supprime alors la force de traction exercée sur les éprouvettes, et on laisse reposer les éprouvettes pendant 5 minutes dans l'étuve à la température spécifiée. Elles sont ensuite retirées de l'étuve où on les laisse refroidir lentement jusqu'à la température ambiante, après quoi on mesure à nouveau la distance entre les traits de repère [3].

Le schéma suivant présente le principe de mesure de l'allongement à chaud (H.S.T) :

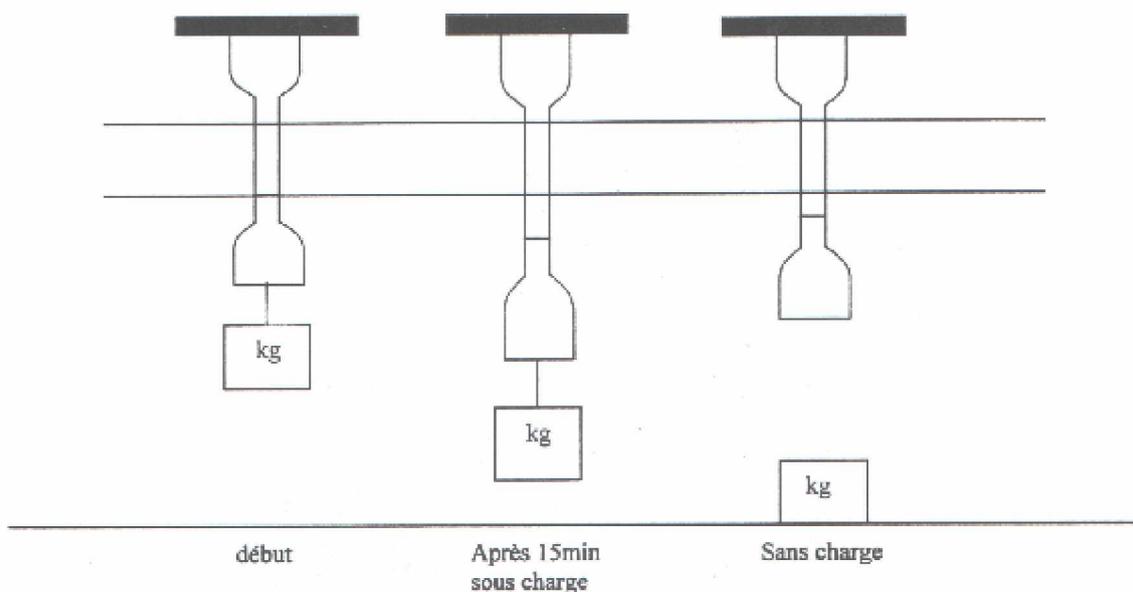


Figure IV.12 : principe de l'essai de l'allongement à chaud (H.S.T)

CHAPITRE V

RÉSULTATS ET DISCUSSION

Introduction :

Nous présentons dans ce chapitre les résultats expérimentaux obtenus lors des essais de vieillissement thermique cyclique du Polyéthylène Réticulé Chimiquement (P.R.C). Les résultats portent sur l'évolution des propriétés diélectriques (facteur de pertes diélectriques $\text{tg}\delta$, permittivité relative ϵ_r , et tension seuil d'apparition de décharges partielles U_{sdp}) et sur les propriétés mécaniques (Allongement à la rupture, Résistance à la traction et l'allongement à chaud) avant et après 20 cycles de vieillissement. Nous tentons aussi d'interpréter et d'analyser ces résultats en se référant aux théories fondamentales de la physique et aux travaux antérieurs.

V.1. Influence du vieillissement thermique cyclique sur les propriétés diélectriques du Polyéthylène Réticulé Chimiquement (P.R.C) :***V.1.1. Indice de pertes diélectriques en fonction du nombre de cycles de vieillissement :***

L'indice de pertes diélectriques ($\epsilon_r \text{tg}\delta$) est le produit de la permittivité relative par le facteur de pertes diélectriques. L'utilisation de cette propriété présente l'avantage de réunir en un seul terme deux particularités du matériau, ainsi elle nous renseigne sur la puissance perdue dans le polymère [15]. Nous avons étudié l'évolution de l'indice de pertes diélectriques en fonction du nombre de cycles de vieillissement (autrement dit en fonction du temps de vieillissement), pour une seule températures de vieillissement 100°C. Les mesures ont été effectuées à trois températures d'essais : 20 °C, 80 °C et 100 °C et pour différents niveaux de tension d'essai : $0.5U_0$, $1U_0$, $1.5U_0$ et $2U_0$ (9kV, 18kV, 27kV et 36kV). Les résultats obtenus sont présentées par température d'essai pour les différents paliers de tension (les figures V.1.a, b, c). La tension d'essai appliqué entre l'âme conductrice et l'écran métallique du câble est une tension alternative de fréquence industrielle 50 Hz.

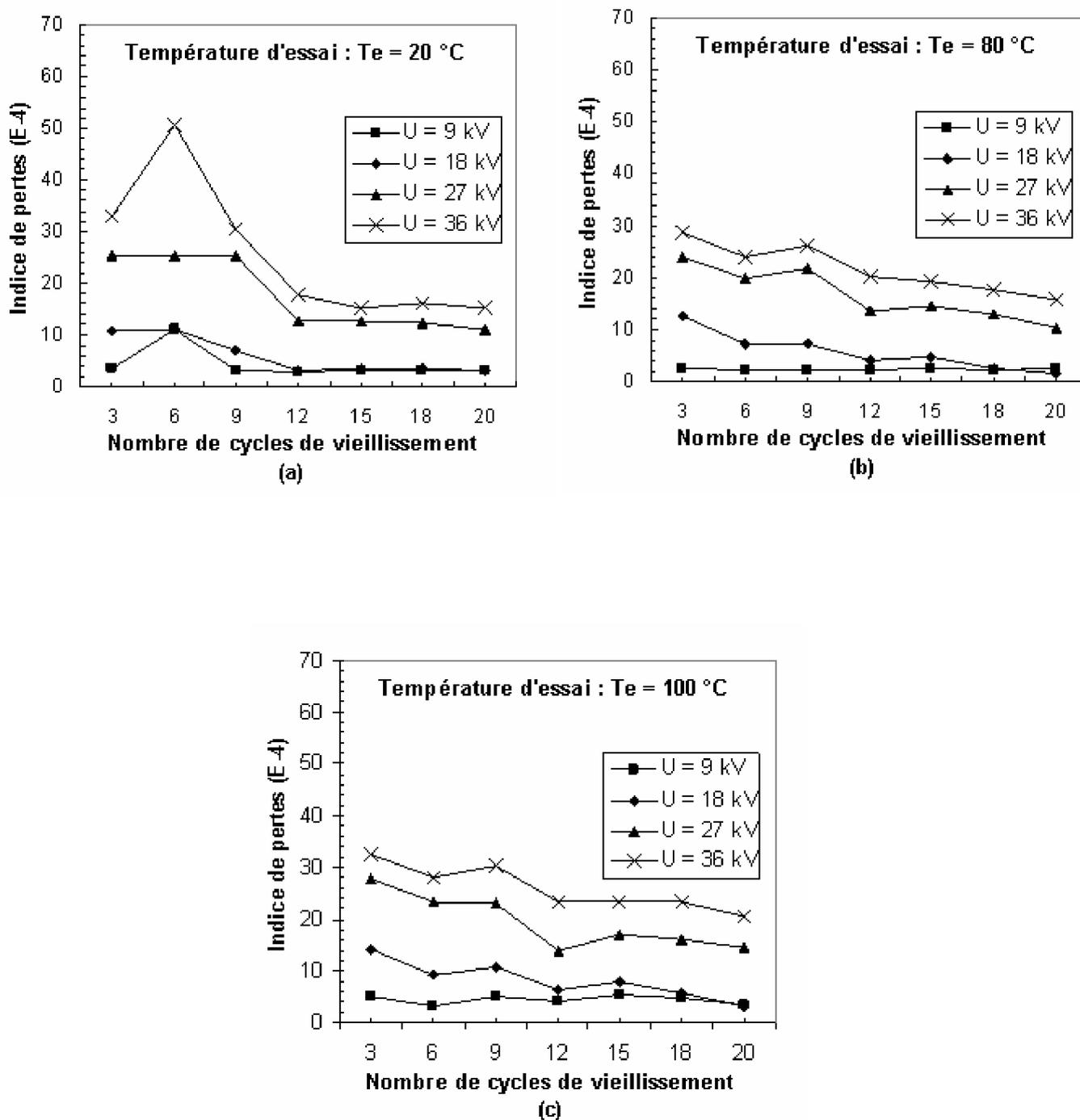


Figure V.1 : Variation de l'indice de pertes diélectriques en fonction du nombre de cycles de vieillissement à la température 100 °C pour différentes températures d'essais :

- (a) : température d'essai : 20 °C.
- (b) : température d'essai : 80 °C.
- (c) : température d'essai : 100 °C.

D'après les courbes de la figure V.1, on constate que l'indice de pertes diélectriques présente des variations avec le nombre de cycles de vieillissement, ou bien avec le temps de vieillissement. Dans notre étude, la variation de l'indice de pertes en fonction du temps de vieillissement ne présente aucun pic, contrairement à d'autres études ([2], [3], [4], [5] et [15]), alors on peut constater que le vieillissement cyclique qu'on a appliqué ne provoque pas les mouvements (rotations, vibrations, translations) de segments plus ou moins longs de chaînes principales ou latérales (voir le chapitre III.2.5.B).

En fonction de la température d'essai, l'indice de pertes diélectriques augmente. Cette augmentation est attribuée aux faits qu'aux températures élevées, les segments de chaînes macromoléculaires sont plus mouvementés qu'aux basses températures [2]. Mais il faut noter ici que la comparaison doit être entre les deux températures 80 °C et 100 °C, car elles sont des températures au voisinage de la température de service du câble 90 °C. Les résultats obtenus à la température ambiante (20 °C) ne sont pas très indicatifs car 20 °C est très loin de la température de service du câble 90 °C.

Concernant l'influence de la tension d'essais, l'indice de pertes diélectriques est d'autant plus élevé que la valeur de la tension est élevée. Cette élévation est expliquée par l'énergie dissipée par les décharges partielles [2].

Malheureusement, nous n'arrivons pas de faire ces essais à un échantillon du câble vieilli à une autre température outre que 100 °C, et cela est dû à des empêchements techniques.

V.1.2. Variation du facteur de pertes diélectriques en fonction de la tension :

Le facteur de pertes diélectriques est une propriété déterminante de la qualité d'une isolation électrique; il nous renseigne sur la chaleur perdue dans le matériau par le mécanisme de polarisation et permis de prévoir le risque d'emballement thermique du câble [24].

Nous avons mesuré le facteur de pertes diélectriques $\text{tg}\delta$ en fonction de la tension variant de 5 kV à 40 kV, avant et après 20 cycles de vieillissement à quatre températures d'essais (20 °C, 80 °C, 100 °C et 120 °C). Avant vieillissement, le facteur de pertes diélectriques augmente en fonction de la tension (la figure V.2). Cette augmentation est attribuée à l'énergie dissipée par les décharges partielles se produisant dans le matériau [2] et est perceptible à partir d'un niveau de tension de 10 kV. Ce dernier représenterait le seuil d'ionisation dans le matériau [23]. Toutefois, le facteur de pertes diélectriques mesuré à la température ambiante à la tension de service $U_0 = 18 \text{ kV}$ vaut $(3,3 \cdot 10^{-4} < 40 \cdot 10^{-4})$ et sa valeur entre $0.5U_0$ et $2U_0$ est $(5,6 \cdot 10^{-4} < 20 \cdot 10^{-4})$. Ces résultats sont conformes aux recommandations de la CEI 502 [5] (voir l'annexe 3).

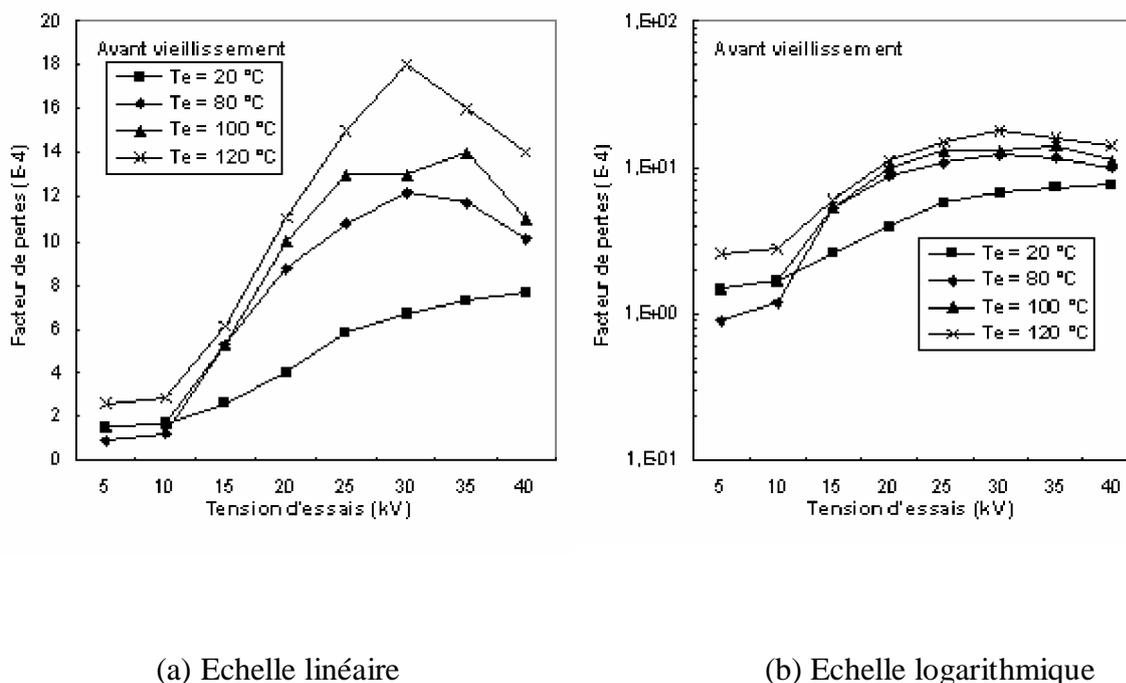


Figure V.2 : Variation du facteur de pertes diélectriques en fonction de la tension avant vieillissement

Les figures (V.3 et V.4) montrent respectivement, pour une échelle linéaire et une échelle logarithmique, la variation du facteur de pertes diélectrique $\text{tg}\delta$ en fonction de la tension variant de 5 kV à 40 kV après vieillissement à deux températures 80 °C et 100°C. Après vieillissement, le facteur de pertes diélectrique varie d'une façon similaire à celle obtenue avant vieillissement en fonction de la tension (augmentation brusque mais cette fois à partir du niveau 15 kV).

Nous constatons une diminution remarquable des amplitudes du facteur de pertes diélectrique après vieillissement par rapport de celles de avant vieillissement. Ce résultat n'est pas convenable avec d'autres études ([2], [23] et [24]). Et pour une tension donnée, on remarque que le facteur de pertes diélectriques est d'autant plus important que la température de vieillissement est élevée. Ce résultat est convenable avec les résultats trouvés pas d'autres chercheurs qui ont travaillé sur le vieillissement thermique continu ([2] et [23]) et sur le vieillissement thermique cyclique ([24]).

Alors, on constate qu'il y a une amélioration de caractéristiques de ce câble après vieillissement, c'est-à-dire qu'on n'a pas atteint à la dégradation chimique.

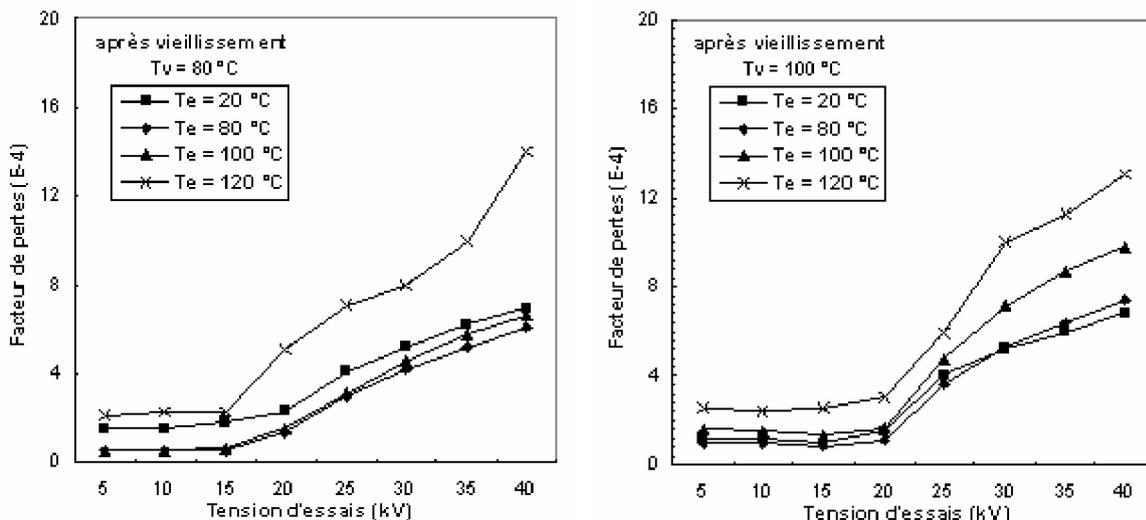


Figure V.3 : Variation du facteur de pertes diélectriques en fonction de la tension après vieillissement (Echelle linéaire)

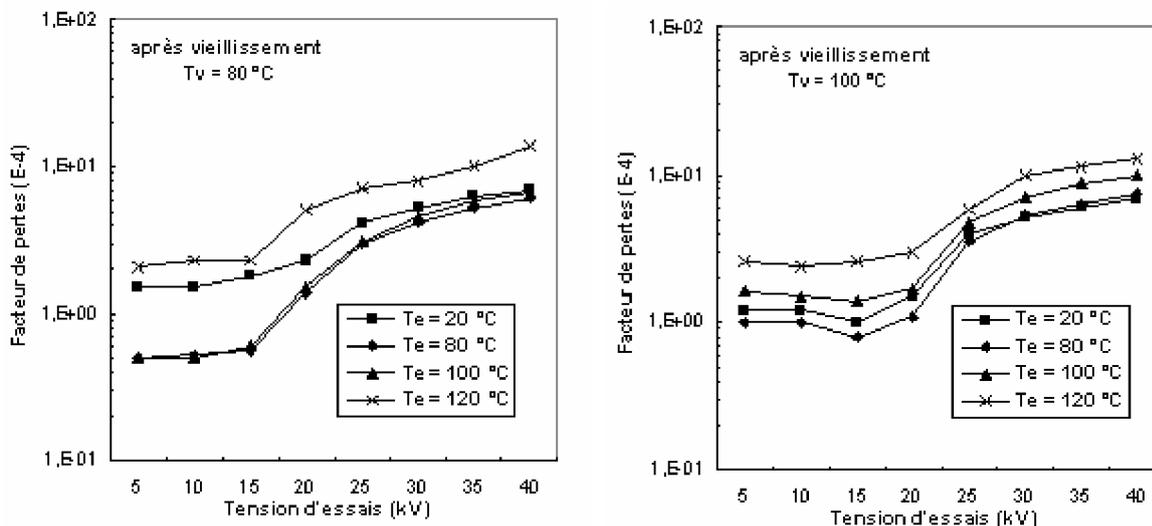


Figure V.4 : Variation du facteur de pertes diélectriques en fonction de la tension après vieillissement (Echelle logarithmique)

V.1.3. Variation du facteur de pertes diélectriques en fonction de la température :

Nous avons mesuré le facteur de pertes diélectriques du PRC en fonction de la température d'essai variant entre 20 °C et 120 °C, avant et après 20 cycles de vieillissement thermique pour les deux températures de vieillissement (80 °C et 100 °C). Les essais ont été effectués à la tension de spécifiée U_0 soit 18 kV 50 Hz.

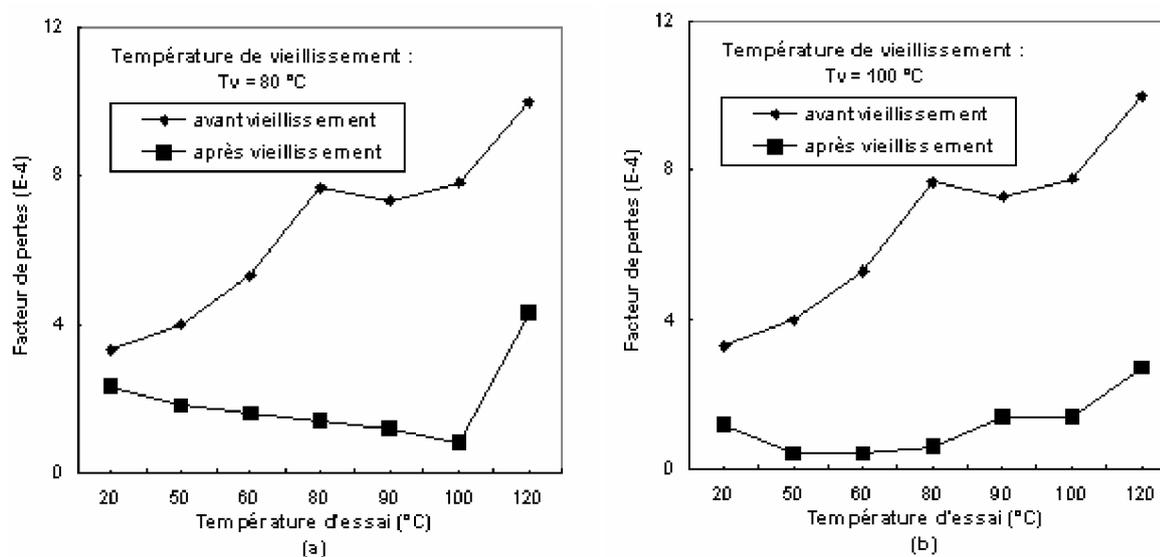


Figure V.5 : Variation du facteur de pertes en fonction de la température avant et après vieillissement à la tension de spécifiée $U_0 = 18$ kV

(a) : Température de vieillissement : 80 °C

(b) : Température de vieillissement : 100 °C

Avant vieillissement, Les figures (V.5.a et b) montrent l'augmentation progressive du facteur de pertes diélectriques en fonction de la température. Après vieillissement nous avons obtenu une diminution du facteur de pertes diélectriques en fonction de la température, en suite une augmentation rapide à partir d'une température de 90°C qui est la température de service normal du PRC. Cette augmentation est attribuée à la réduction de la viscosité du matériau causant ainsi une augmentation de la mobilité des porteurs de charges [2].

Ces résultats obtenus ne sont pas convenables à ceux obtenus avec d'autres travaux ([2], [23] et [24]), et la seule interprétation de ces résultats est comme on a dit dans le paragraphe précédent (V.1.2). Pour ce type de vieillissement (cyclique), si on augmente la température de vieillissement on aura une amélioration des caractéristiques diélectriques de ce câble au moins pour les 20 cycles qui on été appliqués.

V.1.4. Permittivité relative en fonction du nombre de cycles de vieillissement:

La permittivité relative (constante diélectrique) ϵ_r a été mesurée en même temps et dans les mêmes conditions que le facteur de pertes diélectriques. Pour la température de vieillissement 100 °C et pour différentes températures d'essais, la permittivité relative varie peu en fonction du nombre de cycles de vieillissement (autrement dit temps de vieillissement) (voir les figures V.6.a, b et c). La température semble avoir une faible influence sur la variation de la constante diélectrique (une faible diminution). Pour une température de vieillissement donnée, nous avons obtenu une faible diminution de la permittivité relative en fonction de la température d'essai. Les résultats obtenus sont très convenables avec celles d'autres études ([10], [23] et [24]).

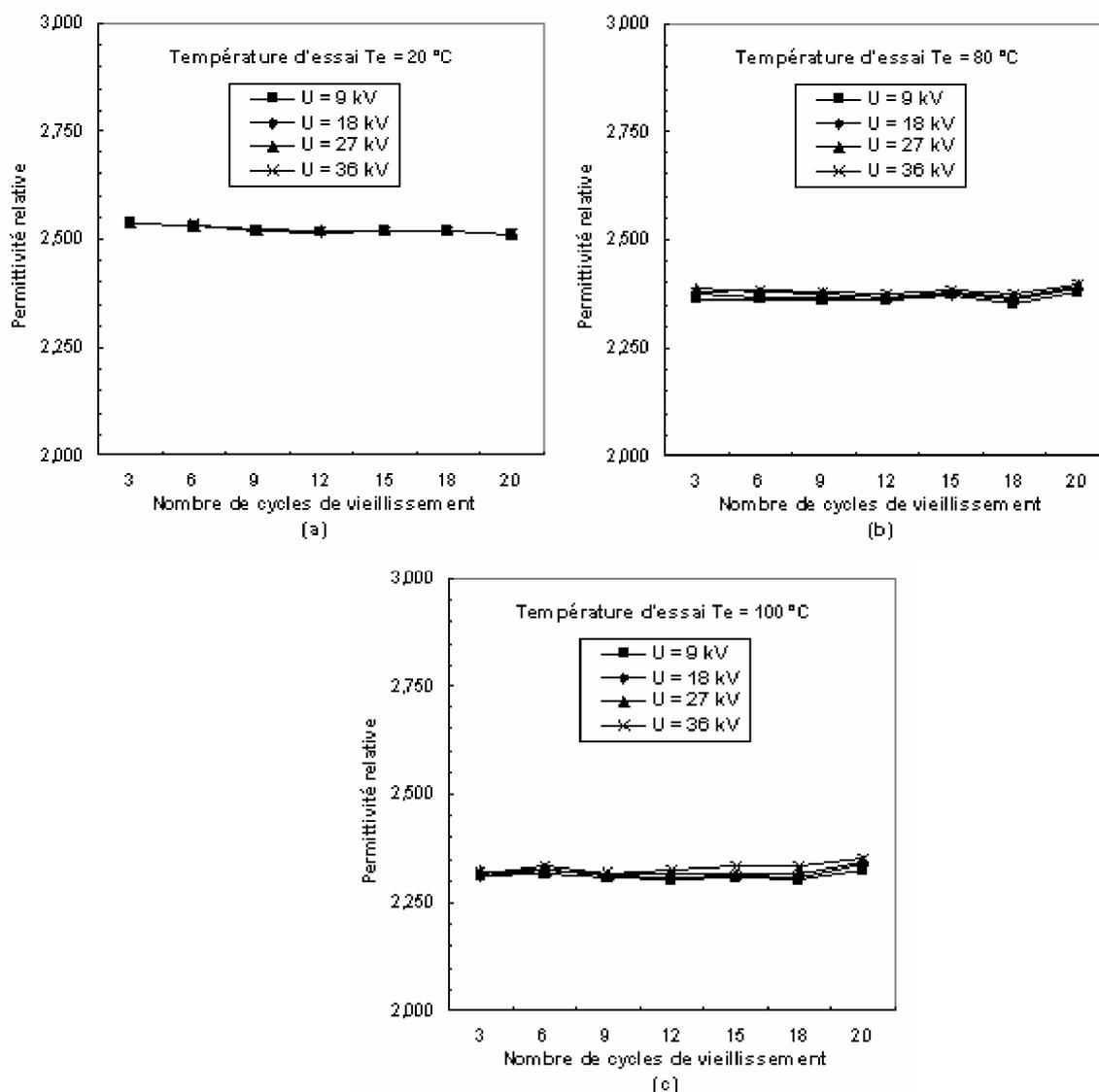


Figure V.6 : Variation de la constante diélectriques (permittivité relative ϵ_r) en fonction du nombre de cycles de vieillissement à la température 100 °C pour différentes températures d'essais :

(a) : température d'essai : 20 °C.

(b) : température d'essai : 80 °C.

(c) : température d'essai : 100 °C.

Contrairement à l'effet de la température, la tension d'essai n'a aucune influence sur la variation de la permittivité relative (la figure V.7.a, b et c).

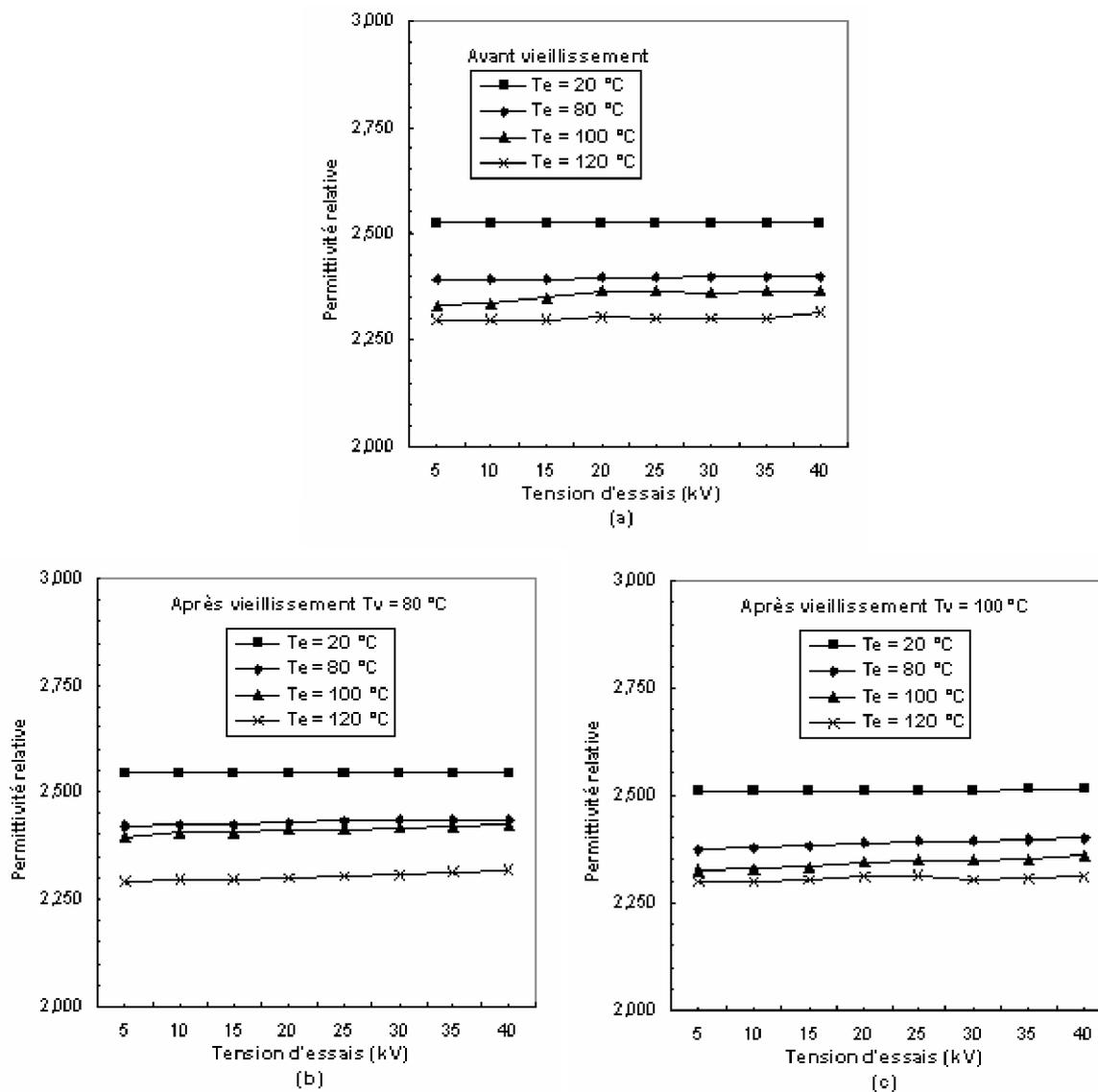


Figure V.7 : Variation de la constante diélectriques (permittivité relative ϵ_r) en fonction de la tension :

(a) : Avant vieillissement.

(b) : Après vieillissement à la température : 80°C .

(c) : Après vieillissement à la température : 100°C .

V.1.5. Variation de la constante diélectrique en fonction de la température :

Nous avons mesuré la permittivité relative du PRC en fonction de la température d'essai variant entre 20 °C et 120 °C, avant et après 20 cycles de vieillissement thermique aux températures 80 °C et 100 °C. Les essais ont été faits à la tension spécifiée U_0 soit 18 kV 50 Hz. Les figures (V.8.a et b) montrent la variation de la constante diélectrique ϵ_r en fonction de la température avant et après vieillissement. La constante diélectrique décroît faiblement avec la température d'essai, et sa valeur avant et après vieillissement est presque la même.

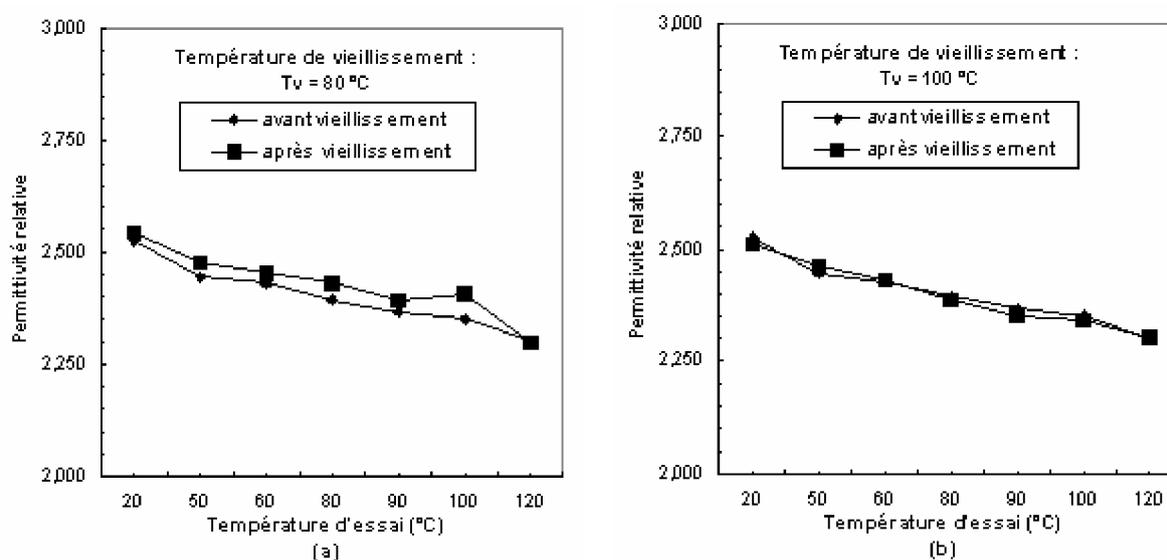


Figure V.8 : Variation de la constante diélectrique en fonction de la température avant et après vieillissement à la tension de spécifiée $U_0 = 18$ kV

(a) : Température de vieillissement : 80 °C

(b) : Température de vieillissement : 100 °C

V.1.6. Influence du vieillissement thermique cyclique sur la tension seuil d'apparition des décharges partielles :

Nous avons mesuré la tension seuil d'apparition des décharges partielles (DP) (U_{sdp}) en fonction du nombre de cycles de vieillissement et de la température de vieillissement. Avant vieillissement, nous avons augmenté la tension appliquée au câble pour mesurer U_{sdp} jusqu'à 50 kV (La tension maximale de dispositif utilisé) et nous n'avons pas observé de décharges partielles.

Après vieillissement, nous avons obtenu deux types de variation de la tension seuil d'apparition de DP. Pour l'échantillon du câble vieilli à 80 °C, la tension U_{sdp} a diminué jusqu'à 44 kV, ensuite elle a augmenté progressivement jusqu'à 50 kV. Au 18^{ème} cycle de vieillissement la tension U_{sdp} a chuté rapidement jusqu'à 31 kV. Pour l'autre échantillon vieilli à 100 °C, la tension U_{sdp} reste au même niveau jusqu'au 15^{ème} cycle de vieillissement où elle chute rapidement jusqu'à 40 kV. Alors pour les deux échantillons, la tension seuil U_{sdp} reste presque constante pendant 15 - 18 cycles de vieillissement, ensuite elle chute rapidement à des niveaux de tension plus bas (voir la figure V.9).

Cette décroissance (chute qu'on a remarqué) est attribuée à la variation des concentrations dans le temps, des produits de décomposition du peroxyde et de l'antioxydant sous l'effet combiné de la tension et de la température. La diminution de la tension seuil d'apparition de décharges partielles marque une dégradation de l'isolant qui au cours du temps, provoque le changement des propriétés aussi bien mécaniques, électriques que physico-chimiques du matériau. La dégradation des propriétés diélectriques sous l'effet de décharges partielles peut trouver son origine dans des réactions chimiques telles que l'oxydation des parois des vacuoles incluses dans le matériau [23].

Par comparaison avec d'autres études, nos résultats sont très convenables avec celles trouvés par A. MEDJDOUB [24] qui a travaillé sur le vieillissement thermique cyclique, seulement, dans cette étude la décroissance de la tension U_{sdp} commence à devenir significative au dixième cycle.

Pour d'autres études sur le vieillissement thermiques continu ([2] et [23]), qu'elles ont observé une décroissance progressive de la tension seuil d'apparition de DP en fonction de temps de vieillissement et de la température de vieillissement, cette décroissance s'avère plus prononcé par rapport de celle de notre étude. Alors les résultats que nous avons obtenus sont dans le même sens de ces études, mais nous avons appliqué un vieillissement cyclique de 20 cycles, qui sont considérés comme une courte durée par rapport à 2000 heures dans le cas d'étude de Y. MECHERI [2], ou 5000 heures [3] dans le cas d'étude de A. BOUKEZZI [3].

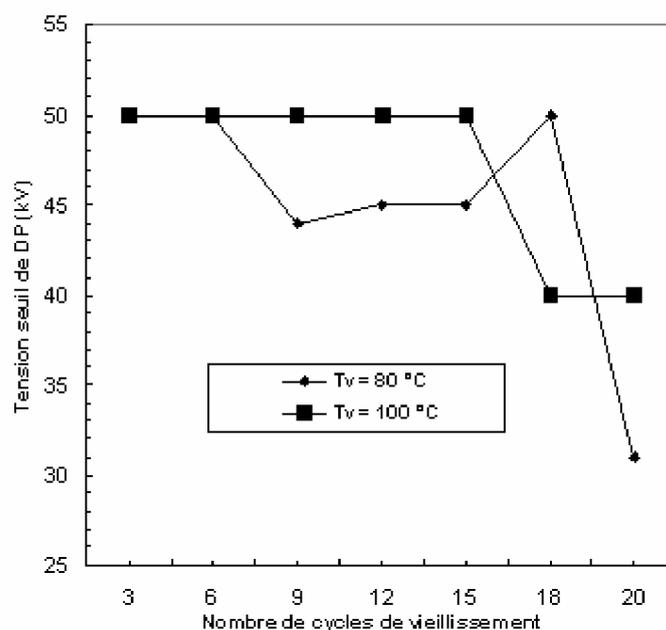


Figure V.9 : Tension seuil de DP en fonction du nombre de cycles de vieillissement

V.2. Influence du vieillissement thermique cyclique sur les propriétés mécaniques du Polyéthylène Réticulé Chimiquement (P.R.C) :

Dans de nombreux cas, les défaillances électriques sont initiées par des défaillances d'ordre mécanique. Les caractéristiques mécaniques des isolants électriques doivent être suffisantes afin qu'ils supportent sans défaillances les diverses contraintes mécaniques rencontrées en services (pliage, dilatation, choc thermique...) [2].

Les phénomènes de dégradation mécanique ont le plus souvent des causes mal définies ou inconnues. Elles sont très nombreuses : déformation irréversible, microfissuration, fatigue sous contrainte dynamique ou statique, etc..., et se produisent lors de la mise en œuvre ou de l'utilisation si celle-ci impose des contraintes sévères ou prolongées [2]. La dégradation mécanique est souvent accompagnée d'échauffement et refroidissement pendant plusieurs fois proches l'une à l'autre comme nous l'avons appliqué dans notre étude. Alors, il est difficile de séparer les dégradations thermiques et mécaniques. L'analyse des produits de décomposition peut à ce sujet fournir des informations utiles.

Pour vérifier les propriétés mécaniques du PRC (Allongement à la rupture, la Résistance à la traction et Allongement à chaud H.S.T), nous avons effectué des essais de traction sur des éprouvettes prélevées sur des échantillons de câbles et cela avant et après 20 cycles de vieillissement thermiques selon la norme CEI 502 [5].

Les résultats de mesures des propriétés mécaniques avant et après vieillissement sont donnés dans le tableau (V.1) :

	Allongement à la rupture (%)	Résistance à la traction (N/mm ²)	Allongement à chaud H.S.T (%)
Avant vieillissement	493.7	16.74	/
Après vieillissement à 80 °C	544.7	18.17	100
Après vieillissement à 100 °C	495.27	17.82	82.5

Tableau V.1 : Propriétés mécaniques du PRC avant et après vieillissement

L'allongement à la rupture et la résistance à la traction du PRC augmentent. Les plus fortes valeurs sont obtenus à 80 °C.

L'allongement à chaud H.S.T présente le degré ou le taux de réticulation du PRC. Nous avons obtenu une diminution de l'allongement à chaud après vieillissement en fonction de la température de vieillissement. Il est connu d'après [3] que le maximum de la densité de réticulation correspond au minimum de l'allongement à chaud, donc on peut interpréter le résultat obtenu par l'augmentation du taux de réticulation du PRC, qui signifie aussi la présence d'un vieillissement chimique du câble (voir le chapitre III.4.C).

Toutefois les variations des propriétés mécaniques (Allongement à la rupture, la Résistance à la traction et Allongement à chaud H.S.T) sont inférieures aux valeurs limites fixées par le CEI 502 [5] (voir l'annexe 4).

CONCLUSION GÉNÉRALE

La recherche bibliographique entreprise dans le cadre du présent travail, permet d'avancer que :

- Les câbles isolés au PRC connaissent de nos jours à travers le monde, certaines difficultés en termes de durée de vie et les principales causes de leur vieillissement prématuré sont souvent associées au processus de fabrication.
- Le processus de vieillissement thermique des polymères est complexe et les mécanismes varient selon le type de polymère et suivant les différentes conditions de service.
- Dans la littérature, il existe peu de théorie sur le vieillissement thermique des polymères. Toutes les théories existantes découlent de la loi d'Arrhénius.

L'analyse des résultats obtenus lors du vieillissement thermique du PRC permet de tirer les conclusions suivantes :

- Û La variation de l'indice de pertes diélectriques en fonction du nombre de cycles de vieillissement thermique ne présente pas de phénomène de relaxation. En fonction de la température d'essai, l'indice de pertes diélectriques augmente, et en fonction de la tension d'essais, l'indice de pertes diélectriques est d'autant plus élevé que la valeur de la tension d'essai est élevée.
- Û Nous avons constaté une diminution du facteur de dissipation diélectrique par rapport à celui du matériau non traité thermiquement. Ce facteur est d'autant plus accentué que la température et la tension sont élevées. Cette augmentation devient rapide en dépassant un seuil d'ionisation de 10 kV avant vieillissement et de 15 kV après vieillissement. Ce résultat est très important dans la mesure où il constitue un paramètre nous renseignant sur la qualité du câble fabriqué par l'EN.I.CA. Biskra. Et pour une meilleure qualité du câble (augmentation du seuil d'ionisation), il est très important que le mélange polymère-antioxydant-peroxyde utilisé soit le plus pur possible et que les conditions technologiques de mise en œuvre du câble (extrusion et refroidissement) soient bien définies et contrôlées de manière à éviter la formation de vacuole (siège de décharges partielles) qui pourraient nuire à la qualité du câble.
- Û En exploitant la caractéristique du facteur de pertes diélectriques en fonction de la température, nous avons constaté que le facteur de pertes diélectriques est plus important pour la température de vieillissement de 80 °C, et la valeur du facteur de pertes diélectriques après vieillissement est inférieure à celle obtenue avant vieillissement. Ce résultat est assez curieux car le facteur de pertes diélectriques a plutôt tendance à être plus faible aux basses températures de vieillissement.

Il est fort probable que le facteur de pertes diélectriques soit plus important pour de plus fortes températures de vieillissement (120 °C ou 140 °C). Nous avons pu vérifier que les pertes diélectriques présentent un minimum aux alentours de la température de service qui est de 90 °C au-delà de laquelle les pertes diélectriques augmentent rapidement.

- Û La constante diélectrique reste pratiquement constante en fonction du nombre de cycles de vieillissement et diminue faiblement en fonction de la température d'essai. Contrairement à l'effet de cette dernière, la tension d'essai n'a aucune influence sur la variation de la permittivité relative (La constante diélectrique).
- Û La tension seuil d'apparition des décharges partielles reste constante jusqu'à 15^{ième} cycle, ensuite elle diminue de manière rapide. Cette diminution nous renseigne sur la dégradation qu'a subi le matériau, qui au cours du temps provoque, le changement des propriétés électriques, mécaniques, et physico-chimiques du matériau, entraînant l'évolution de nombreux paramètres.
- Û L'allongement à la rupture et la résistance à la traction du PRC augmentent après vieillissement, et les fortes valeurs sont obtenues à 80 °C. Nous avons obtenu une diminution de l'allongement à chaud (après vieillissement) en fonction de la température de vieillissement qui signifie la présence d'un vieillissement chimique du câble.
- Û Toutefois les variations des propriétés diélectriques et mécaniques sont inférieures aux valeurs limites fixées par la norme C.E.I 502 [5].

Il ressort de notre étude que le PRC fabriqué par l'EN.I.CA.B de Biskra présente un bon vieillissement thermique aux alentours de la température de service (90 °C). Cependant, il serait souhaitable d'appliquer des températures de vieillissement plus élevées (120 °C et 140 °C), et de pousser le vieillissement au-delà de 20 cycles, afin de pouvoir suivre l'évolution des propriétés du PRC en fonction du temps, et vérifier s'il répond toujours aux normes (C.E.I 502 [5]) en vigueur.

Pour une bonne interprétation des résultats obtenus et une bonne compréhension des phénomènes de vieillissement thermique du PRC, une analyse physico-chimique des mécanismes de dégradation de l'isolation est nécessaire. Elle nous permettra de connaître les produits de décomposition ainsi que les modifications de la structure du polymère.

RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

Références bibliographiques:

[1] : **N. SAIDI AMROUN** «Contribution à l'étude de la conduction électrique dans le Polyéthylène Téréphtalate, le Polyéthylène basse densité et le Polyamide, en fonction du champ électrique, de la température et de la pression».

Thèse de doctorat d'état ès sciences, spécialité : physique des matériaux et composants.
Université des sciences et de la technologie HOUARI BOUMEDIENNE d'Alger. 2001

[2] : **Yacine MECHERI** «Influence du vieillissement thermique continu sur les propriétés diélectriques et mécaniques du polyéthylène réticulé chimiquement utilisé dans l'isolation des câbles moyenne tension ».

Thèse de magister en électrotechnique, ENP d'Alger, Octobre1998.

[3] : **Larbi BOUKEZZI** «Influence du vieillissement thermique sur les propriétés électriques et mécaniques du polyéthylène réticulé chimiquement utilisé dans l'isolation des câbles moyenne tension -essai sur éprouvettes - ».

Thèse de magister en électrotechnique, ENP d'Alger, 2000.

[4]: **A. HALASSA et K. BADACHE** «Influence du vieillissement thermique sur les propriétés du PRC utilisé dans l'isolation des câbles MT».

Projet de fin d'études, ENP d'Alger, promotion Juin 1996.

[5] : **CEI 60502 (Edition 1.1)** «Câbles d'énergie à isolant extrudé et leurs accessoires pour des tensions assignées de 1 kV ($U_m = 1,2$ kV) à 30 kV ($U_m = 36$ kV)»

Septembre1998.

[6]: **www.techno-science.net** Posté par Publication le Dimanche 20 Février 2005.

[7]: **E. FAVRIE** «Les câbles hauts tensions isolés au polyéthylène de 63 à 225 kV et leur accessoires». R.G.E – Tome 85 – N°9 – Page 725 – Septembre 1976.

[8]: **www.chimie-sup.fr**

[9] : **Michel Fontanille et Yves Gnanou** «Chimie et physico-chimie des polymères» (2^e et 3^e cycles – Ecoles d'ingénieurs), édition DUNOD, Paris, 2002

[10] : Collection Microsoft® Encarta® 2005. © 1993-2004 Microsoft Corporation.

[11] : **Mohammed NEDJAR** « Evaluation de la tenue diélectrique à court et à long termes des polymères utilisés dans les dispositifs haute tension ».

Thèse de doctorat d'état ès sciences physiques,

Université Mouloud MAMMARI de TIZI-OUZOU, Faculté de Génie Electrique et d'Informatique, Département d'Electrotechnique, Juin 2003

[12] : **J.N. DEMAY et J.C. BOBO** « Matériaux pour les câbles haute tension à isolation polyéthylène ou polyéthylène réticulé chimiquement ».

R.G.E – Tome 85 – N°9 – Pages 731 à 736 – Septembre 1976.

[13] : **Sandor FÜZESSÉRY** « Polyéthylènes basse densité PE-BD ».

Techniques de l'Ingénieur, traité Plastiques et Composites, les pages 2, 4 et 7.

Publication A 3 310, 1996.

[14] : **Reynald DOSSOGNE** « Polyéthylènes haute densité PE-HD ».

Techniques de l'Ingénieur, traité Plastiques et Composites, les pages 2, 4, 6 et 7.

Publication A 3 315, 1996.

[15] : **Ahmed BOUBAKEUR, Yacine MECHERI et Mahmoud BOUMERZOUG**

«Comportement diélectrique et mécanique du polyéthylène réticulé chimiquement soumis à un vieillissement thermique continu »

Annales de Chimie – Science des Matériaux 25 (6) (2000), les pages 457-470.

[16] : www.haute-normandie.sante.gouv.fr/fr/pdf/fiche_1.pdf

« Conception et maintenance des réseaux intérieur de distribution d'eau », Page 16.

[17] : **A.L. NEMMOUR et A. KHELIFI** « Utilisation des réseaux de neurones au vieillissement des polymères utilisés dans les câbles MT ».

Projet de fin d'études, ENP d'Alger, promotion Juin 1999.

[18] : **Ahmed BOUBAKEUR** «Polarisation des matériaux diélectriques», Cours de 4^{ème} année Electrotechnique, ENP d'Alger, l'année universitaire 2005-2006.

[19] : **Jacques VERDU** «Vieillessement physique des plastiques». Techniques de l'Ingénieur, traité Plastiques et Composites, page 3. Publication A 3 150, 1980.

[20] : **EN.I.CA. BISKRA** «BISKRA CABLE MANUFACTURING COMPANY», Fichier publicitaire distribué par EN.I.CA. BISKRA dans la deuxième exposition "Algérienne d'électricité" (de 11 à 13 Septembre 2006, Alger).

— Le texte est traduit de l'anglais.

[21] : **Département de contrôle et qualité, EN.I.CA.BISKRA.**

La fiche technique (PV d'essai individuel et Contrôle constitutionnel) fournie avec le câble.

[22] : **Patrick LAGONOTTE** « Chapitre 10 : Les lignes et les câbles électriques»

Université de Poitiers. (les pages 21 et 22)

www.clubeea.org/documents/mediatheque/Lignes_et_cables.pdf

[23] : **Ahmed BOUBAKEUR, Yacine MECHERI et Mahmoud BOUMERZOUG**

«Pertes diélectriques du PRC utilisé dans l'isolation des câbles sous vieillissement thermique continu».

Troisième Conférence Nationale sur la haute tension, Guelma 16 et 17 Novembre 1999.

[24] : **Yacine MECHERI, Abdellah MEDJDOUB, Ahmed BOUBAKEUR et Mahmoud BOUMERZOUG** «Influence du mode de vieillissement thermique sur les propriétés du Polyéthylène Réticulé Chimiquement ».

© Lavoisier, Paris

Vieillessement thermique du Polyéthylène Réticulé.

Annales de Chimie – Science des Matériaux 2006, 31 (5), pp. 571-582.

ANNEXES

**A1 : La fiche technique (PV d'essai individuel et Contrôle constitutionnel)
fournie avec le câble**

EN. I. CA. BISKRA		PV D'ESSAI INDIVIDUEL CABLE MOYENNE TENSION		N° :	
				Date d'Essai: 17.11.06	
Désignation du produit :			Norme de fabrication :		
NALXSFY 1x120 ¹⁶ 18/30KV			CEI.		
Code du produit :			N° du touré :		
39112002.			07.220.0900		
Longueur d'essai (m) :			N° longueur de fabrication :		
1008.					
Longueur de livraison (m) :					
1007					
Mesure de Résistance Electrique			Mesure de décharge partielles		
Conducteur Isolé	T° âme: 28 °C	K: 0,970	Impulsion de calibration: 10 mm		
	Rt	R ₁₀ : 0,253 Ω/km	5pc		
1	0,252	0,242.	Niveau de Perturbation: 0 mm		
2			U _{mes} :	Kv	U _{max} : 36 Kv
3			U _a :	Kv	U _e :
Ecran	1,756	1,689.	OPC		
Essai de tension alternative Up		63 Kv	1x5 min		
Nature du défaut		Code			
Fiche de non conformité					
Date					
Décision					
Autorisation pour livraison			BL N°: 101.		
Visa du Vérificateur			Poids Net: 1618		
Visa du TS			Poids Brut: 2258.		
Visa du chef de section			Date de livraison: 17.11.06.		
ERO : 10.64	Indice : A	Date : 20107101	Page : 112		

EN. I. CA. BISKRA	CONTROLE CONSTITUTIONNEL	N° :
		Date d'Essai :

1. conducteur

	Ext		Int	
	Nbr X Q	Nbr X Q	Nbr X Q	Nbr X Q
brin				
Prescrit	1 x 19	1 x 19	1 x 19	1 x 19
1	1 x 19	1 x 19	1 x 19	1 x 19
2	X	X	X	X
3	X	X	X	X
O âme	Ext		Int	
Prescrit	13.1	13.1	13.1	13.1
1	13.	13.	13.	13.
2				
3				

2. Couche semi-conductrice interne

	Ext		Int	
	moy	mini	moy	mini
Prescrit	0,8	0,5	0,8	0,5
1				
2				
3				

3. Isolation

	Ext		Int	
	moy	mini	moy	mini
Prescrit	8,0	7,10	8,0	7,10
1				
2				
3				

2.. Couche semi-conductrice externe

	Ext		Int	
	moy	mini	moy	mini
Prescrit	0,4	0,4	0,4	0,4
1				
2				
3				

4. Diamètre conducteur isolé

	Ext	Int
Prescrit	32,3	32,3
1	32	32
2		
3		

6. Rubans

Matelas SC	1 x 0,50 x 0,50
Matelas gonflable	
Bande PTP	/

7. Ecran

Prescrit	2 x 30 x 0,10
Réel	

8. Gaine de bourrage (Séparation)

	Ext		Int	
	moy	Mini	moy	Mini
Prescrit	/	/	/	/
Réel	/	/	/	/

9. Armure

	Largeur	Epaisseur	Nature	
			Acier	Alu
Prescrit	/	/		
Réel	/	/		

10. Gaine extérieure :

	Ext		Int	
	Moy	Mini	Moy	Mini
Prescrit	2,7	2,19	2,7	2,19
Réel				

11. Diamètre extérieure

	Ext	Int
Prescrit	39,9	39,9
Réel		

12. Marquage :

oui		non	
-----	--	-----	--

A2 : Calcul de la permittivité relative du PRC utilisé dans l'isolation des câbles MT

La permittivité relative ϵ_r du PRC est obtenue en effectuant le rapport C_x / C_0 , où

ù C_x est la capacité du câble mesurée à l'aide du pont de Schering :

$$C_x [pF] = \frac{C_N \times R_4}{R_3 + S}$$

Avec : $C_N = 100 \text{ pF}$

$R_4 = (10 / \pi) \times 1000 \ \Omega$

$R_3 + S = \text{à mesurer à l'aide de pont de Schering en } \Omega$

ù C_0 est la capacité du câble sans le diélectrique calculée à partir de la formule suivante :

$$C_0 [pF] = \frac{2\pi\epsilon_0 L}{\ln(D/d)}$$

ϵ_0 : permittivité du vide (8.85 pF/m).

L : longueur du câble en m ($L = 15\text{m}$).

D : diamètre extérieur du câble en mm ($D = 31 \text{ mm}$).

d : diamètre intérieur en mm ($d = 13 \text{ mm}$).

En tenant compte des dimensions du câble (figure A.2), on calcul C_0 qui est égale à 959.79 pF

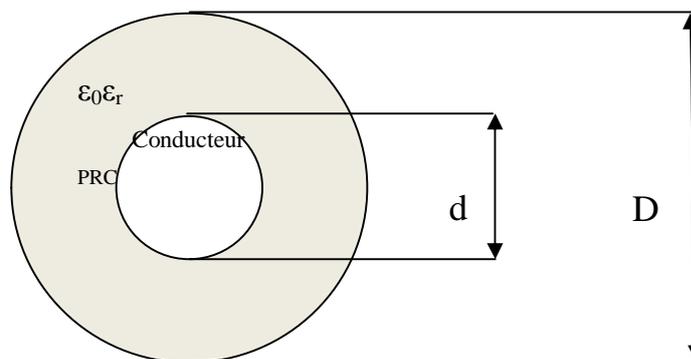


Figure A.2

A3 : Prescription pour les essais électriques de type [21]

Propriété fondamentale du mélange	Thermoplastique	Elastomère
Désignation du mélange	PE	PRC (XLPE)
Température assignée maximale du conducteur (°C)	70	90
Résistance transversale (Ωcm) - à 20 °C - à la température assignée maximale de service	- -	- 10^{12}
Constante d'isolement K_i ($\text{M}\Omega\text{km}$) - à 20 °C - à la température assignée maximale de service	- -	- 3.67
Pertes diélectriques en fonction de la tension, à la température ambiante - $\text{tg}\delta$ maximale à U_0 (10^{-4}) - Variation maximale de $\text{tg}\delta$ (10^{-4}) entre $0.5U_0$ et $2U_0$	10 20	40 20
Essais de décharges partielles Décharge maximale à $1.5U_0$ (pC)	20	20

A4 : Prescription d'essai pour les caractéristiques mécaniques des mélanges pour enveloppes isolantes avant et après vieillissement [21]

	Désignation du mélange isolant		PE	PRC (XPE)
	Température assignée maximale de l'âme	(°C)	70	90
1.	<i>Sans vieillissement</i>			
1.1	Résistance à la traction minimale	(N/mm ²)	10	≥ 12.5
1.2	Allongement à la rupture minimale	(%)	300	≥ 200
2.	<i>Après vieillissement en étuve d'air</i>			
	- température	(°C)	100	135
2.0	Traitement - tolérance	(°C)	± 2	± 3
	- durée	jours	10	7
2.1	Résistance à la traction :			
	a) valeur minimale après vieillissement	(N/mm ²)	-	-
	b) variation maximale	(%)	-	± 25
2.2	Allongement à la rupture :			
	a) valeur minimale après vieillissement	(%)	300	-
	b) variation maximale	(%)	-	± 25
3.	<i>Allongement à chaud</i>			
	- température (tolérance ± 3 °C)	°C		200
	Traitement - temps de sous charge	min		15
	- contrainte mécanique	N/cm ²		20
3.1	Allongement maximal sous charge	(%)	-	175
3.2	Allongement permanent maximal après refroidissement	(%)	-	15

ملخص :

في هذه المذكرة، نعرض تأثير العجز الحراري الدوري على الخواص العازلة والميكانيكية لبولييثيلين المرتبط كيميائياً (XLPE) المستعمل كعازل كهربائي في كوابل متوسطة التوتر، صنعت بمؤسسة صناعات الكوابل لبسكرة. قمنا باختبارات مسرعة لإحداث العجز الحراري الدوري على عينات من كابل كهربائي متوسط التوتر (18/30 kV) معزول بـ XLPE، في درجتَي حرارة 80 °C و 100 °C خلال 20 دورة.

كلمات مفتاحية:

العجز الحراري الدوري، البولييثيلين المرتبط كيميائياً، كوابل متوسطة التوتر.

Résumé :

Dans ce mémoire, nous présentons l'influence du vieillissement thermique cyclique sur les propriétés diélectriques et mécaniques du Polyéthylène Réticulé Chimiquement (PRC) utilisé dans l'isolation des câbles électriques de moyenne tension fabriqués par l'Entreprise des Industries des Câbles de Biskra (EN.I.CA.B). Des essais accélérés de vieillissement thermique cyclique ont été effectués sur des échantillons de câbles 18/30 kV isolés au PRC à deux températures de vieillissement différentes 80 °C et 100 °C pendant 20 cycles de vieillissement.

Mots clés :

Vieillissement thermique cyclique, Polyéthylène Réticulé Chimiquement, PRC, Câbles électrique de moyenne tension.

Abstract :

In this memory, we present the influence of cyclic thermal ageing on the dielectric and mechanical properties of Cross-linked Polyethylene (XLPE) used as electrical insulation in medium voltage cables manufactured by Biskra Cable Manufacturing Company (EN.I.CA.B). Cyclic accelerated thermal ageing tests on 18/30 kV XLPE cable samples were performed at two temperatures 80 °C and 100 °C during 20 cycles from ageing.

Key's words:

Cyclic thermal ageing, Cross-linked Polyethylene, XLPE, medium voltage cables