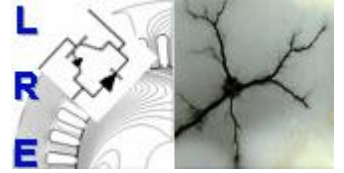


République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique



Ecole Nationale Polytechnique
Département d'Electrotechnique
Laboratoire de Recherche en Electrotechnique



Thèse de Doctorat en Sciences

Présentée par:

Nacéra ROUHA

Magister en Electrotechnique E.N.P

Intitulé

Caractérisation Electrique et Physico-chimique des Arborescences Electriques dans l'EPDM

Soutenue publiquement le 22/10/2014

devant le jury composé de :

Président:	A. BOUBAKEUR	Professeur	E.N.P.
Rapporteur:	A. BEROUAL	Professeur	E.C. Lyon
Examineurs:	R. BOUDISSA	Professeur	U.A.M. Bejaia
	H. MOULAI	Professeur	U.S.T.H.B.
	M. TEGUAR	Professeur	E.N.P.

ENP 2014

AUANT PROPOS

Ce travail a été réalisé au Laboratoire de Génie électrique de l'Université Abderrahmane Mira de Béjaïa en collaboration avec la Direction de Recherche de l'école Nationale polytechnique d'Alger et la câblerie de quai de Constantine d'Alger.

Mes remerciements s'adressent en premier lieu à Monsieur Abderrahmane BEROMAL, professeur à l'école centrale de Lyon – France et directeur scientifique de ce travail, pour avoir encadré et orienté ce travail. Son investissement, sa disponibilité et surtout ses encouragements m'ont permis de mener à bien ce projet. Qu'il trouve ici mon respect et ma gratitude pour ses conseils, ses qualités humaines et surtout la confiance qu'il m'a témoignée pour réaliser cette thèse.

J'adresse mes sincères remerciements à Monsieur Ahmed BONBAKEUR, professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger, d'abord pour son aide et son soutien, et d'avoir accepté de juger ce travail et de présider le jury de ma soutenance de thèse.

Je remercie Chaleureusement Monsieur Rabah BONDISSA, Professeur à l'Université Abderrahmane Mira de Béjaïa, pour les nombreuses et fructueuses discussions et réflexions que nous avons échangées qui ont enrichies l'esprit de notre équipe de recherche, comme je le remercie pour avoir accepté d'être examinateur de ce travail.

Je remercie très sincèrement Monsieur Madjid TEGAR, Professeur à l'Ecole Nationale Polytechnique d'Alger et Monsieur Houcine MOULLA, Professeur à l'USTAB d'Alger qui ont accepté d'examiner ce travail.

J'ai été particulièrement sensible et honorée par l'intérêt accordé à ce travail par Monsieur Mohamed BOUNEHRAT Professeur à l'Ecole supérieure de mécanique SUPMECA de Paris. Qu'il accepte mes vifs remerciements pour ses constants encouragements.

Mes remerciements s'adressent également aux enseignants et personnel du Laboratoire de Haute Tension de l'Université Abderrahmane Mira de Béjaïa pour la bonne ambiance de travail dans laquelle j'ai évolué, en particulier Professeur Y. Zebboudj.

Je remercie le personnel et les responsables des Laboratoires de Génie des Procédés de l'Université Abderrahmane Mira de Béjaïa qui m'ont accueilli et aidé à effectuer les analyses chimiques de ce travail.

Egalement un grand merci à mes chers amis Saida et Lakhdar pour l'aide et les conseils précieux pendant les moments difficiles.

Je n'oublierais pas de remercier mes amis, mes collègues de travail, et tous ceux qui m'ont aidé de près ou de loin dans la réalisation de ce travail, je citerai en particulier mesdames M. Bérakou A. Amimer et K. Djenkel, Messieurs A. Azzi, R. Medjoudj, M. Azni, Larbi Cherif, A. Laïfaoui, S. Djerroum, T. Sekour, K. Kettir, N. Ait Amara, H. Chetout, H. Ait Said, L. Madaoui et A. Bourfouf, et bien sûr Fazilette, Yona Farida et Farida Aissani.

Un grand MERCI du fond du cœur à ma famille, parents, sœurs, frères, nièces et neveux, en particulier Chahinez, Lisa, Nadège et Karima, qui ont contribué de très près à l'aboutissement de ce projet, par leurs encouragements, leur soutien morale et leur amour.

Un immense MERCI très particulier que j'exprime d'un cœur plein d'émotion envers ma très chère mère pour son amour sans égal qui a été mon moteur pour achever ce travail.

Et enfin, Un grand Merci, bien particulier, plein d'amour et de reconnaissance à ma très chère amie BBA pour m'avoir épaulé, compris et supporté pendant ces longues années de fidèles et sincère amitié.

Nacéra

À ma mère, ma famille et mes amis(es)

Nacéra

Liste des figures

N° des figures	Titres des figures	Pages
Figure I.1	Câble isolé au papier imprégné avec blindage en plomb et acier sans écran de l'âme	6
Figure I.2	Câble isolé au papier imprégné avec gaine de plomb et écran de l'âme	6
Figure I.3	Câble XLPE monophasé moyenne tension	6
Figure I.4	Constitution d'un câble en EPR	7
Figure I.5	Câble triphasé à isolation synthétique moyenne tension	7
Figure I.6	Exemple de points faibles de propagation de l'arborescence, a) à partir de l'écran [Mas06] et b) à partir de l'électrode [Zhe08]	8
Figure I.7	Schéma représentant le scénario standard de vieillissement [Row07]	9
Figure I.8	Arborescence d'eau évoluant à partir de l'écran semi-conducteur, (a) arborescence à ses début, (b) arborescence ayant provoqué le claquage de l'isolation [Dal02]	10
Figure I.9	Arborescences d'eau en nœud papillon dans le XLPE (a) et l'EPR (b) [Bog01]	10
Figure I.10	Représentation schématique du modèle de l'arborescence d'eau de Ross [Ros92]	12
Figure I.11	Exemple d'arborescences d'eau en nœud-papillon développées dans un échantillon mince de câble de 35 kV d'épaisseur 10 μ m [Ahm05]	13
Figure I.12	Exemple d'arborescences d'eau développées à partir de (a) l'écran d'isolation d'un câble opérant sous une tension de service de 24 kV, épaisseur de l'isolant 5,5 mm et année d'installation 1980) et (b) de l'écran du conducteur d'un câble opérant sous une tension de service de 12 kV, épaisseur de l'isolant 3,4 mm et année d'installation 1981) [Hvi02]	13
Figure I.13	Arborescences électriques (ET) interférant avec des arborescences d'eau ouvertes (WT) issues des deux côtés des écrans [Mas06]	14
Figure I.14	Modèle de l'arborescence d'eau de Steennis. A gauche, la région polaire amorphe et le front de réaction. A droite, le déplacement du front de réaction suite à l'oxydation de la chaîne de polymère et sa scission [Ste90, Ste89]	15
Figure I.15	Trois formes d'arborescences électriques dans le XLPE : (a) branche, (b) buisson et (c) mixte en buisson-branche [Zhe08]	16
Figure I.16	Canal de claquage dans le sens inverse de la propagation de l'arborescence électrique développée dans un système d'électrodes à double aiguilles moulées dans le PE [May00]	18
Figure I.17	Organigramme Multi-factoriel reliant le vieillissement de l'isolation et l'environnement du réseau électrique [Bah07].	19
Figure I.18	Graphe E- logt retraçant les résultats de Bahder [Bah82] selon le modèle de Crine (équation 4 et 5)	21
Figure I.19	Prédiction de la durée de vie par le modèle (11) : a) en fonction de la contrainte de champ électrique et b) en fonction de la contrainte de température [Sim93]	22
Figure I.20	Schéma de principe de la méthode thermique de détection du défaut	25
Figure I.21	Schéma de principe de la méthode PEA	26
Figure I.22	Schéma de principe de la méthode LIPP	27
Figure I.23	Schéma de base du dispositif de mesure des D.P.	27
Figure II.1	A : Représentation bidimensionnelle la plus simple d'une chaîne polymère B : Représente en trois dimensions la chaîne moléculaire du polyéthylène (PE)	34
Figure II.2	A: Polymères linéaires - a. Homopolymère, b. Copolymère statistique, c. Copolymère alterné, d. Copolymère séquencé, B : a. Homopolymère ramifié et b. Copolymère ramifié, C : Polymère réticulé avec ponts disulfure reliant deux chaînes, D : Polymère semi-cristallisé	35
Figure II.3	Modèle des chaînes repliées	37
Figure II.4	Effet de l'orientation de la contrainte générée par le champ électrique E par rapport aux chaînes des cristallites dans un sphérolite : AA zone fortement affectée et BB peu affectée [Lah09, Jon05]	37
Figure II.5	Structure générale de l'EPDM en considérant le diène comme étant : (a) l'Éthylidène Norbornène et (b) le 1,4 hexadiène.	38
Figure II.6	Eprouvette avec système d'électrodes pointe plan	41
Figure II.7	Mesure du rayon de courbure de la pointe de l'aiguille :a) projection de l'image de l'aiguille, b) cellule de THOMAS	42

Figure II.8	Schéma du dispositif expérimental de mesure de la quantité de charge apparente	43
Figure II.9	Photo de l'unité MSTE 3 de mesure des décharges partielles	45
Figure II.10	Photo de la face avant de l'impédance de mesure H253	46
Figure II.11	Photo de la face avant du calibrateur externe <i>PET 2</i>	46
Figure II.12	Photo des vues de face et arrière du MTE3	47
Figure II.13	Signal de sortie et quantité de décharges partielles mesurée avec le MTE3	48
Figure II.14	Schéma de principe du pont de Schering à transformateur différentiel	49
Figure II.15	Exemple de réglage du pont de Schering à transformateur différentiel	50
Figure II.16	Circuit électrique de mesure de C_x et $tg\delta$ avec le pont de Schering à transformateur différentiel	50
Figure II.17	Pont de Schering à transformateur différentiel	51
Figure III.1	Cinétique de propagation de l'arborescence en fonction du niveau de tension pour $d=3$ mm et $r=8$ μ m à $t_T=0$ h	53
Figure III.2	Cinétique de propagation de l'arborescence en fonction du rayon de courbure pour $U=15$ kV et $d=3$ mm à $t_T=0$ h	54
Figure III.3	Cinétique de propagation de l'arborescence en fonction de la distance inter électrode pour $U=15$ kV et $r=8$ μ m $t_T=0$ h	54
Figure III.4	Longueur de l'arborescence en fonction de la valeur du champ électrique pour $d=3$ mm et $t_E=40$ mn et $t_T=0$ h	55
Figure III.5	Temps de claquage en fonction du champ électrique appliqué à $t_T=0$ h	55
Figure III.6	Tension seuil d'apparition des décharges partielles en fonction du temps de vieillissement électrique du matériau pour différents niveaux de tension appliqués avec $d=3$ mm et $r=8$ μ m à $t_T=0$ h	55
Figure III.7	Tension seuil d'apparition des décharges partielles en fonction du niveau du champ électrique appliqué à $t_E=40$ mn et $t_T=0$ h	56
Figure III.8	Tension seuil d'apparition des décharges partielles en fonction de la longueur d'arborescence pour $U=15$ kV, $d=3$ mm et $r=8$ μ m à $t_T=0$ h	56
Figure III.9	Charge apparente en fonction du temps de vieillissement électrique sous différents paliers de tension pour $r=8$ μ m et $d=3$ mm à $t_T=0$ h	57
Figure III.10	Courant de décharge en fonction du temps de vieillissement électrique sous différents paliers de tension pour $r=8$ μ m et $d=3$ mm à $t_T=0$ h	57
Figure III.11	Quantité de charge apparente et longueur d'arborescence en fonction du champ électrique appliqué	58
Figure III.12	Facteur de dissipation en fonction du temps de vieillissement électrique pour $U=15$ kV, $d=3$ mm et $r=8$ μ m et à $t_T=0$ h	58
Figure III.13	Facteur de pertes et longueur d'arborescence en fonction du niveau du champ électrique appliqué à l'échantillon d'épaisseur $d=3$ mm à $t_T=0$ h	58
Figure III.14	Capacité du matériau en fonction du temps de vieillissement électrique pour $U=15$ kV, $d=3$ mm et $r=8$ μ m et à $t_T=0$ h	59
Figure III.15	Capacité du matériau et longueur d'arborescence en fonction du niveau de champ électrique appliqué à l'échantillon d'épaisseur $d=3$ mm à $t_T=0$ h	59
Figure III.16	Cinétique de propagation de l'arborescence en fonction de la durée du thermo-traitement à $T^\circ=100$ °C pour $U=15$ kV, $d=3$ mm et $r=8$ μ m	60
Figure III.17	Tension seuil d'apparition des décharges partielles en fonction de la durée du thermo-traitement à $T^\circ=100$ °C pour $U=15$ kV, $d=3$ mm et $r=8$ μ m	60
Figure III.18	Facteur de pertes en fonction de la durée du thermo-traitement à $T^\circ=100$ °C pour $U=15$ kV, $d=3$ mm et $r=8$ μ m	60
Figure III.19	Capacité en fonction de la durée du thermo-traitement à $T^\circ=100$ °C pour $U=15$ kV, $d=3$ mm et $r=8$ μ m	61
Figure III.20	Effet du thermo-traitement sur le facteur de dissipation : évolution en fonction du temps de vieillissement électrique pour $d=3$ mm et $r=8$ μ m (a) et de la contrainte du champ électrique appliquée, à $t_E=40$ mn (b)	62
Figure III.21	Effet du thermo-traitement sur la capacité : évolution en fonction du temps de vieillissement électrique pour $d=3$ mm et $r=8$ μ m (a) et de la contrainte du champ électrique appliquée, à $t_E=40$ mn (b)	62
Figure III.22	Effet du thermo-traitement sur la tension seuil d'apparition des DP : évolution en fonction du temps de vieillissement électrique pour $d=3$ mm et $r=8$ μ m (a) et de la contrainte du champ électrique appliquée, à $t_E=40$ mn (b)	63
Figure III.23	Effet du thermo-traitement sur la Quantité de charge : évolution en fonction de la	63

Figure III.24	contrainte du champ électrique appliquée, à $t_E=40$ mn Effet du thermo-traitement sur la longueur d'arborescence : évolution en fonction du temps de vieillissement électrique pour $d=3$ mm et $r=8$ μ m (a) et de la contrainte du champ électrique appliquée, à $t_E=40$ mn (b)	64
Figure III.25	Effet du thermo-traitement sur le temps de claquage : évolution en fonction de la contrainte du champ électrique appliquée, à $t_E=40$ mn	64
Figure III.26	Correlation des grandeurs physiques mesurées en fonction du temps de vieillissement électrique pour $U=15$ kV, $d=3$ mm, $r=8$ μ m et à $t_T=0$ h	65
Figure III.27	Correlation des grandeurs physiques mesurées en fonction du temps de vieillissement électrique pour $U=15$ kV, $d=3$ mm, $r=8$ μ m et à $t_T=100$ h	65
Figure III.28	Correlation des grandeurs physiques mesurées en fonction de la contrainte de champ appliquée à $t_E=40$ mn et $t_T=0$ h	66
Figure III.29	Correlation des grandeurs physiques mesurées en fonction de la contrainte de champ appliquée à $t_E=40$ mn et $t_T=100$ h	66
Figure IV.1	Schéma de base d'un MEB	69
Figure IV.2	Photos de l'échantillon d'EPDM dégradé (a) et Zone dégradée (arborescence) (b)	70
Figure IV.3	Photo d'ensemble du Microscope Electronique à Balayage (MEB)	70
Figure IV.4	Formes d'arborescences observées à $U=10$ (a), 15 (b) et 20 kV (c), respectivement avec $d=3$ mm et $r=8$ μ m	71
Figure IV.5	Canal de retour	71
Figure IV.6	canal de claquage	72
Figure IV.7	Images microscopiques du Canal d'arborescence développé dans l'échantillon d'EPDM dégradé à faible champ ($R=10$ μ m, $d=3$ mm et $U=5$ kV)	72
Figure IV.8	Images microscopiques de l'état de surface : (a) de l'échantillon d'EPDM sain, (b) traité thermiquement à $T=100$ °C pendant $t_T=100$ heures et de l'intérieur du canal d'arborescence développé dans l'échantillon d'EPDM dégradés, (c) faible champ et (d) fort champ	73
Figure IV.9	Microanalyse de l'échantillon d'EPDM sain	74
Figure IV.10	Microanalyse de l'échantillon d'EPDM traité thermiquement à $t_T=100$ h et $T=100$ °C	75
Figure IV.11	Microanalyse de l'échantillon d'EPDM vieilli à faible champ ($d=3$ mm, $R=10$ μ m et $U=5$ kV)	75
Figure IV.12	Microanalyse de l'échantillon d'EPDM vieilli à fort champ ($d=3$ mm, $R=5$ μ m et $U=20$ kV)	76
Figure IV.13	Schéma de principe de l'analyse par spectroscopie d'absorption infrarouge.	77
Figure IV.14	Zone spécifique au groupement C-H des échantillons d'EPDM d'épaisseur $d=3$ mm.	78
Figure IV.15	Zone de vibration des doubles liaisons C=C des échantillons d'EPDM	78
Figure IV.16	Zone de vibration des liaisons C=O spécifiques des carbonyles des échantillons d'EPDM	79
Figure IV.17	Zone de vibration de la liaison C-H des échantillons d'EPDM d'épaisseur $d=3$ mm	79
Figure IV.18	zone de vibration de CH_3 libre spécifique des méthyles des échantillons d'EPDM d'épaisseur $d=3$ mm	80
Figure IV.19	Zone de vibration de la liaison O-H des échantillons d'EPDM d'épaisseur $d=3$ mm.	80
Figure IV.20	Zone de vibration de $(CH_2)_n$ spécifique des éthyles des échantillons d'EPDM d'épaisseur $d=3$ mm	81
Figure IV.21	Taux de propylène dans les échantillons d'EPDM vieillis par rapport à l'état sain en fonction du champ électrique appliqué	81
Figure IV.22	Représentation schématique de l'appareil type Setaram TG-DTA 92B de l'ATG/ATD	82
Figure IV.23	.Photo d'ensemble de l'appareillage de l'A.T.G/A.T.D	83
Figure IV.24	Thermo-gramme de la variation de la vitesse de dégradation thermique de l'EPDM, en termes de pourcentage de perte de masse (ATD %) en fonction de la température de traitement T (°C) pour les échantillons d'EPDM sain et dégradé	84
Figure IV.25	Thermo-grammes de la variation du Taux de perte de masse (ATG%) en fonction de la température de traitement T (°C) des échantillons d'EPDM sain et dégradé	84
Figure IV.26	Photo du Goniomètre type X'Pert panalytical à système vertical MPD	85
Figure IV.27	Spectres de l'analyse DRX des échantillons d'EPDM vierge, vieilli électriquement et traité thermiquement	86
Figure IV.28	Représentation des pics principaux des spectres d'analyse DRX des échantillons d'EPDM vierge, vieilli électriquement et traité thermiquement	87

Liste des figures

Figure IV.29	Tomographie des spectres d'analyse DRX des échantillons d'EPDM vierge, vieilli électriquement et traité thermiquement	87
Figure V.1	(a) Crystallite de l'EPDM avant la destruction des cristallites en raison des effets électromécaniques. (b) après destruction des cristallites par l'interaction du champ électrique avec des molécules polaires	92
Figure V.2	Equipotentiels et lignes de champ dans l'EPDM à U=15 kV, r=8 μ m et d=3 mm [Com34]	95
Figure V.3	Organigramme résumant le processus de dégradation du matériau par le phénomène de l'arborescence électrique	97

Liste des Tableaux

N° des tableaux	Titres des tableaux	N° de pages
II.1	Propriétés physiques de l'EPDM	40
II.2	Propriétés électriques de l'EPDM	40
IV.1	Corrélation entre formes, diamètres des canaux d'arborescences et valeurs maximum du champ électrique	74
IV.2	Taux des éléments chimiques dans le mélange d'EPDM sain	74
IV.3	Taux des éléments chimiques dans le mélange d'EPDM traité thermiquement	75
IV.4	Taux des éléments chimiques dans le mélange d'EPDM vieilli à faible champ	75
IV.5	Taux des éléments chimiques dans le mélange à fort champ	76
IV.6	Taux des éléments chimiques dans le mélange d'EPDM sain, traité thermiquement, est vieilli électriquement à (d=3 mm, R=10 µm et U=5 kV) et (d = 3 mm, r = 5 µm and U = 20 kV)	76
IV.7	Caractéristiques des pics principaux des spectres DRX des échantillons d'EPDM	86
IV.8	Taux de cristallinité des différents échantillons analysés d'EPDM	88

Glossaire

- B_1 : Energie d'activation (J)
 c : Célérité des radiations électromagnétiques dans le vide (m/s)
 C : Pourcentage molaire en unité propylène dans l'élastomère
 C'' : Energie cinétique(J)
 C_k : Capacité de couplage (F)
 C_{M1} : Capacité haute tension (F)
 C_{M2} : Capacité basse tension (F)
 C_N : Capacité étalon (F)
 C_P : Capacité de d'éprouvette (F)
 C_X : Capacité du matériau (F)
 d' : Distance entre les plans réticulaires d'une même famille désignée conventionnellement par les indices de Miller h,k,l (m)
 E : Intensité du champ électrique (V/m)
 E' : Contrainte électrique donnée par $E'=E-E_0$ (V/m)
 E_0 : Valeur du champ en dessous de laquelle le vieillissement électrique peut être négligé en présence d'autres contraintes (V/m)
 E_c : Champ électrique critique (V/m)
 E_{s0} : Champ seuil à la température ambiante ou de référence $T_c=0$ (V/m)
 F : Constante de force
 f : Fréquence de la tension de vieillissement (Hz)
 h : Constante de Plank (J.s)
 H : Enthalpie par fragment (kJ/mol)
 H_1 : Enthalpie à l'état fondamental (kJ/mol)
 H_2 : Enthalpie à l'état dégradé (kJ/mol)
 H_a : Enthalpie à l'état activé (kJ/mol)
 I_d : Courant de décharge (A)
 K : Constante de Boltzman
 L, ℓ : Longueur de l'arborescence (m)
 L_s : Inductance de blocage (H)
 m : Masse réduite (Kg)
 M_i : Masse moléculaire (g/mol)
 n : Constante matérielle dépendant de la température
 N : Nombre de liaisons cassables
 N_c : Constante matérielle
 N_i : Nombre de macromolécules de masse moléculaire M_i
 Q : Quantité de charge apparente(C)
 Q' : Constante d'Ashcraft multipliée avec un facteur de forme
 Q_i : Quantité de charge écoulée dans les canaux (C)
 Q_m : Valeur de point final de la quantité Q_i de charge écoulée dans les canaux(C)
 r : Rayon de courbure de l'aiguille (m)
 R_0 : Résistance d'amortissement du courant (Ω)
 S : Entropie par fragment
 S_1 : Entropie à l'état fondamental
 S_2 : Entropie à l'état dégradé
 S_a : Entropie à l'état activé
 S_c : Nombre de branche d'arborescence à la dégradation
 t : Durée de vie thermique (s)
 T : Température ($^{\circ}\text{C}$)
 T_{\circ} : Température de traitement ($^{\circ}\text{C}$)
 t_0 : Durée de vie pour $E= E_0$ (s)
 t_A : Temps mort (s)
 T_c : Contrainte de température ($^{\circ}\text{C}$)
 $T_{c,s0}$: Seuil de température à $E=E_0$ et $t_0=t(E=E_0 \text{ et } T_c=0)$ ($^{\circ}\text{C}$)
 T_d : Temps de claquage (s)
 t_E : Temps de vieillissement électrique (s)
 T_f : Température de fusion ($^{\circ}\text{C}$)
 T_g : Température de transition vitreuse ($^{\circ}\text{C}$)
 $\text{tg}\delta$: Pertes diélectriques
 T_i : Température initiale de décomposition ($^{\circ}\text{C}$)

Glossaire

t_i : Temps d'initiation des arborescences(S)
 T_m : Température de dégradation maximale (°C)
 T_{ms} : Température de dégradation maximale du matériau sain (°C)
 t_T : Durée de traitement thermique(S)
 T_t : Température de tenue thermique (°C)
 T_T : Temps de porte (s)
 U : Tension appliquée à l'échantillon (V)
 $U_b(E)$: Energie de rupture de liaisons (V)
 $U_r(E)$: Energie de formation de liaisons (V)
 U_s : Tension seuil d'apparition des décharges partielles (V)
 W_c : Energie locale par unité de longueur (J.m⁻¹)
 Z : Filtre chargé d'atténuer les perturbations provenant de l'alimentation (Ω)
 Z_m : Impédance de mesure(Ω)
 $\alpha_T(E)$: Premier coefficient de Townsend (fonction de E)
 ΔG : Energie d'activation
 δ_{max} : Largeur de la barrière limitant le vieillissement
 η : Nombre de liaisons rompues
 η_c : Nombre critique de liaisons rompues
 θ : Température (°C)
 θ_0 : Température en dessous de laquelle le vieillissement thermique peut être négligé (°C)
 λ : Longueur d'onde du rayonnement utilisé (m)
 ρ : Masse volumique du polymère en (kg/m³)
 ρ_a : Masse volumique de la phase amorphe en (kg/m³)
 ρ_c : Masse volumique de la phase cristalline en (kg/m³)
 τ : Temps nécessaire à l'arborescence pour atteindre la longueur L (s)
 Φ : Fonction du travail effectif de l'électrode d'injection
 U : Tension appliquée entre électrode (V)
 d : Distance interélectrode (m)
 ϵ_r : Permittivité relative (F/m)

Liste des Abréviations

Liste des Abréviations

ATD : Analyse Thermique Différentielle
ATG : Analyse Thermo Gravimétrique
ATH : Alumine Tri Hydraté
Cu₂S: Cristaux de Sulfate/Métal
DRX : Diffractométrie à Rayon X
DSC : Spectroscopie Calorimétrique Différentielle
EEA : Ethylène Ethyle Acétate
ENB : Diène non conjugué Ethylidène Norbornène
EPDM : Ethylène Propylène Diène Monomère
EPR : Ethylène Propylène Rubber
ETC : Electronically Temperature Controlled
EVA : Ethylène Vinyle Acétate
FTIR : Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier
H₂S : Sulfure Gazeux
HLB : hydrophylic Lipophylic Balance
LDPE: Polyethylene Low Density
LIPP : Laser Induced Pressure Pulse = Impulsion de Pression
MEB : Microscopie Electronique à Balayage
PE : Polyéthylène
PEA : Impulsion Electro Acoustique
PEBD : Polyéthylène Basse Densité
PEHD : Polyéthylène Haute Densité
PHR : Anthracène Semi-conducteur Organique
PMMA : Poly Méthacrylate de Méthyle
PP: Polypropylène
RMN: Spectroscopie à Résonance Magnétique Nucléaire
S(NH₄)₂ : Sulfate Liquide
TAC : Tri Allyl Cianurite
THF : Tétra Hydro Furane
TTV : Température de Transition Vitreuse
VTMS : Vinyle Triméthaxysilane Si-(O CH₃)₃
XLPE : Polyéthylène Réticulé

Sommaire

Introduction générale.....	1
Chapitre I : Le phénomène d'arborescence : L'état de l'art.....	4
I.1 Introduction.....	5
I.2 Les câbles de transport de l'énergie électrique.....	5
I.2.1 Câble isolé au papier imprégné.....	5
I.2.2 Câble à isolation synthétique.....	6
I.2.3 Vieillessement électrique des câbles.....	8
I.2.3.1 La rupture thermique	8
I.2.3.2 La rupture électromécanique	8
I.2.3.3 La rupture électrique (ou électronique)	8
I.3 Définitions et origines des arborescences.....	9
I.4 Les arborescences électrochimiques.....	10
I.4.1 Introduction.....	10
I.4.2 Les arborescences chimiques	11
I.4.3 Les arborescences d'eau.....	11
I.4.4 Structures et formes des arborescences d'eau	12
I.4.5 Phases d'évolution des arborescences d'eau.....	13
I.4.6 Mécanismes d'évolution des arborescences d'eau.....	14
I.5 Les arborescences électriques.....	15
I.5.1. Structures et formes des arborescences électriques.....	16
I.5.2. Les phases d'évolution des arborescences électriques	16
I.5.2.1 La phase d'initiation	16
I.5.2.2 Phase de propagation.....	17
I.5.2.3 Phase d'avalanche et de claquage.....	17
I.5.3 Les mécanismes d'évolution des arborescences électriques.....	18
I.5.3.1 Mécanismes d'initiation des arborescences électriques	18
I.5.3.2 Mécanismes de propagation des arborescences électriques	18
I.6 Modèles de vie des câbles en présence de l'arborescence.....	20
I.6.1 Modèles thermodynamiques.....	20
I.6.2 Modèles électrothermiques.....	20
I.6.3 Modèles d'émission de champ.....	22
I.6.4 Modèle de la décharge avalanche	23
I.6.5 Modèle de Mantanari basé sur la dimension fractale.....	23
I.6.6 Modèle de l'endurance électrocinétique.....	24
I.6.7 Modèle de la charge d'espace.....	24
I.7 Méthodes de détection des arborescences.....	24
I.7.1 Méthodes basées sur un principe optique.....	25
I.7.2 Méthodes basées sur un principe thermique.....	25
I.7.3 Méthodes basées sur un principe électroacoustique et électromagnétique	25
I.7.4 Méthodes basées sur un principe mécanique.....	26
I.7.5 Méthode basées sur un principe électrique.....	27
I.7.6 Méthode Numérique.....	28
I.8 Moyens permettant de limiter le phénomène d'arborescence	28
I.9 Conclusion	31
I.10 Position du sujet (Problématique)	31
Chapitre II : Matériaux et dispositifs expérimentaux pour la caractérisation physique.....	33
II.1 Introduction.....	34
II.2 Les polymères.....	34
II.2.1 La polymérisation.....	34
II.2.2 Degré de polymérisation et masse moléculaire.....	34
II.2.3 Structures et propriétés des polymères.....	35
II.2.4 Les différents types de polymères	35
II.2.5 Les différentes classes de polymères.....	36
II.2.6 Comportement des polymères semi-cristallin sous champ électrique.....	36
II.3 Choix du matériau EPDM.....	37
II.3.1 Formulation de l'EPDM.....	38
II.3.2 Mise en œuvre de l'EPDM.....	39
II.3.3 Propriétés de l'EPDM.....	39
II. 4 Matériels et techniques de Mesures expérimentales.....	41

II.4.1 Préparation des éprouvettes.....	41
II.4.2 Techniques expérimentales-Vieillessement électrique.....	42
II.4.3 Dispositifs de mesures électriques.....	45
II.4.3.1 Les cellules de mesure des décharges partielles.....	45
II.4.3.1.1 Impédance de mesure H 253.....	45
II.4.3.1.2 Le calibrateur externe PET 2.....	46
II.4.3.1.3 Détecteur de décharge partielle MTE 3.....	47
II.4.3.2 La cellule de mesure des pertes diélectriques "pont de Schering".....	49
II.5 Conclusion.....	51
Chapitre III : Résultats des essais électriques.....	52
III.1 Introduction.....	53
III.2 Résultats des essais électriques.....	53
III.2.1 Cinétique de l'arborescence électrique.....	53
III.2.2 Tension seuil d'apparition des décharges partielles.....	55
III.2.3 Quantité de décharge partielle-Courant de décharge.....	56
III.2.4 Facteur de pertes.....	58
III.2.5 Capacité du matériau.....	59
III.2.6 Effet du traitement thermique.....	59
III.3 Conclusion.....	67
Chapitre IV : Techniques des analyses chimiques.....	68
IV.1 Introduction.....	69
IV.2 Les techniques d'analyses chimiques.....	69
IV.2.1 La microscopie électronique à balayage (MEB).....	69
IV.2.2 La spectroscopie Infra-Rouge (FTIR).....	76
IV.2.3 Les analyses thermogravimétriques et thermique différentielle (ATG/ATD).....	82
IV.2.4 La diffraction des rayons X (DRX).....	84
IV.3 Conclusion.....	88
Chapitre V : Discussion.....	89
V.1 Introduction.....	90
V.2 Que se passe-t-il à l'échelle microscopique ?.....	90
V.3 Que révèlent les analyses chimiques ?.....	90
V.4 Quels effets sur la cinétique et les formes de l'arborescence ?.....	92
V.5 Influence des paramètres opérationnels mis en jeu.....	94
V.6 Réponses électriques du matériau.....	95
V.7 Effet du traitement thermique.....	96
V.8 Conclusion.....	96
Conclusion générale.....	98
Références bibliographiques.....	101
Annexes.....	115

INTRODUCTION

Introduction générale

Le domaine du génie électrique demeure l'un des principaux domaines scientifiques qui réclame actuellement de plus en plus d'investigation. En effet la majorité des technologies, actuelles et futures, utilisées dans nos sociétés est dépendante de l'énergie électrique, vecteur de transport le plus confortable. On conçoit alors que la fiabilité des systèmes électriques, quelles que soient les contraintes auxquelles ils sont soumis, fasse l'objet de nombreux travaux de recherche.

En particulier, le transport de l'énergie électrique dans les milieux citadins, qui de nos jours constitue l'une des préoccupations majeures des urbanistes, impose la recherche de matériaux de plus en plus performants pour la réalisation des câbles utilisés à cet effet. Parmi ces matériaux, les isolants électriques. Le choix de ces derniers passe par la compréhension des phénomènes pouvant apparaître suite aux différentes contraintes auxquelles sont exposés les câbles lors de leur exploitation.

En effet, les câbles de transport de l'énergie électrique présentent des défaillances en service qui compromettent la fiabilité de ce système. Il est donc important de connaître et de comprendre les mécanismes de vieillissement des matériaux isolants, sous champ électrique, pour prédire avec plus de précision leur durée de vie et donc garantir leur fonctionnement pour une durée déterminée qui est généralement d'une trentaine d'années ; car la durée de vie de ces isolants conditionne celle du système dans lequel ils sont intégrés.

Les câbles, qu'ils soient unipolaires ou multipolaires, se composent d'une ou plusieurs âmes conductrices portées à des niveaux de tension élevés et devant être séparées entre elles d'une part et de la terre d'autre part. Ceci suppose l'utilisation de matériaux pouvant supporter entre autres et à la fois, les contraintes électriques et les contraintes mécaniques. A cet effet, des matériaux synthétiques ont été élaborés. Toutefois, dans le processus de mise en œuvre et d'usinage de ces matériaux, des impuretés d'origines diverses peuvent s'y introduire incidemment et constituer ainsi des points de départ (ou initiation) d'arborescences.

Plusieurs types d'arborescences ont été observés et de nombreuses études leur ont été consacrées afin de mieux comprendre leurs évolutions et leurs origines. Selon l'endroit où elles prennent naissance dans l'isolant, on distingue deux types d'arborescences : les arborescences ouvertes et les arborescences en nœud-papillon. Et selon l'environnement d'exploitation, les arborescences peuvent être électriques ou électrochimiques; ces dernières sont dues à la présence d'eau ou d'une solution chimique dans l'isolation du câble.

L'expérience montre que, malgré toutes les précautions prises lors de leur mise en œuvre et pour de nombreuses raisons, ces isolants présentent des défaillances, qu'ils soient utilisés sous champs continus ou alternatifs. Leur dégradation, qui doit être prévisible, suppose une parfaite maîtrise de ce processus, chose qui peut renseigner sur les échéances de renouvellement et éviter ainsi une rupture de service. Notons que la durée de vie des isolants polymères sous haute tension étant estimée à 30 ans, la majorité des systèmes de transport de l'énergie électrique posés dans les années 1980 arrive à leur fin de service. Les enjeux sont par conséquent très importants.

Le présent travail porte sur la compréhension des phénomènes d'arborescence dans l'EPDM (éthylène-propylène-diène monomère), l'un des matériaux utilisés dans les câbles haute tension. Nous nous intéressons plus particulièrement à la génération de l'arborescence électrique ouverte et à l'évolution de ses caractéristiques dans le temps en présence d'un champ électrique. Il s'agit de la tension seuil d'apparition de l'arborescence, de la forme et de la longueur de cette arborescence lors de sa propagation, des pertes diélectriques et de la capacité du matériau ainsi que des courants et des décharges partielles associées.

Nous nous intéressons dans un second temps, aux modifications chimiques (à l'échelle moléculaire) résultant de cette dégradation (arborescence). Pour ce faire, nous réaliserons différentes analyses chimiques à savoir: la spectroscopie infra rouge (FTIR), la microscopie électronique à balayage (MEB), la thermogravimétrie (ATG), l'analyse thermique différentielle (ATD) et l'analyse par diffraction à rayon X (DRX). L'effet du traitement thermique de courte durée sur les performances du matériau sera également considéré.

Le présent manuscrit est organisé en cinq chapitres et une conclusion générale.

Dans le premier chapitre, nous nous ferons le point sur l'état de l'art des connaissances sur les mécanismes de dégradation par arborescences, les types d'arborescences, les mécanismes qui sont à l'origine de leur naissance, les formes qu'elles peuvent prendre au cours de leur évolution, les techniques de leur détection, les approches mathématiques développées ainsi que les remèdes/solutions apportés.

Introduction

Le deuxième chapitre sera consacré à une présentation du matériau polymère considéré dans notre étude, en l'occurrence l'EPDM ainsi qu'à la technique de sa conception. Nous présentons également les différentes cellules utilisées pour réaliser les mesures physiques et électriques, les principes de fonctionnement et les modes d'emploi des différents appareillages utilisés et les protocoles expérimentaux de mesure de la quantité de décharges partielles générées, de la tension seuil de leur apparition, de la capacité et des pertes diélectriques du matériau.

Dans le troisième chapitre seront présentés les résultats des essais électriques menés sur l'EPDM dégradé sous différentes contraintes de champ électrique. Pour suivre l'évolution de l'arborescence électrique, nous procéderons à la détermination de sa cinétique de propagation, la mesure de l'activité des décharges partielles produites dans ces canaux, les tensions seuil d'apparition des décharges partielles, ainsi que les grandeurs diélectriques $\tan\delta$ et C_x , associées.

Dans le quatrième chapitre seront exposés les différentes techniques de mesure (formes et longueurs des arborescences, et diamètre de leurs canaux) et de détermination des spectres d'analyses chimiques (MEB, FTIR, ATG/ATD et DRX), ainsi que les résultats d'analyses des échantillons d'EPDM sains, traités thermiquement et dégradés électriquement.

Le cinquième chapitre sera consacré à l'interprétation et la discussion des résultats obtenus. En particulier, nous tenterons d'établir une corrélation entre les résultats de la mesure des grandeurs physiques et électriques (la valeur du champ électrique appliquée, la longueur de l'arborescence, les décharges partielles et les courants de décharges, la tension seuil d'apparition des décharges partielles, les pertes diélectriques et la capacité du matériau) sur le matériau dégradé, traité thermiquement ou non, et les éventuelles modifications structurales qui découleront des analyses chimiques.

Dans la conclusion générale, nous ferons la synthèse des résultats obtenus et ferons ressortir leurs intérêts et leur portée.

LE PHENOMENE D'ARBORESCENCE : L'ETAT DE L'ART

Ce chapitre fait le point sur l'état de l'art des connaissances sur la dégradation des isolations de câbles moyenne et haute tension par le phénomène d'arborescences. Nous y décrivons les différentes formes, types et catégories d'arborescences, les mécanismes liés à leur évolution, les méthodes de leur détection, les modèles de durée de vie et les remèdes/solutions apportés pour stopper leur propagation. Enfin, nous positionnerons notre sujet d'étude.

1.1 Introduction

L'effort et l'urgence de la reconstruction après la seconde guerre mondiale, a incité les ingénieurs des câbleries à prospecter de nouvelles technologies. En effet, des procédés, non encore connus, sont venus bouleverser les techniques de fabrication des câbles grâce à des recherches soutenues en grande partie par les percés opérées dans l'industrie chimique.

Les nouveaux procédés ont imposé des matériaux tels que les matériaux synthétiques dits "Polymères" dont les plus répandus sont les polyéthylènes (haute densité, basse densité), les polyéthylènes réticulés chimiquement (PRC) et tant d'autres polymères dans les accessoires de câble.

La polymérisation de ces matériaux synthétiques à des pressions plus basses et à des températures moins élevées, a rendu incontournable le recours aux polymères dans l'isolation des câbles d'autant plus qu'ils présentent plusieurs avantages par rapport aux câbles à base de papier imprégné d'huile minérale ou d'un produit de synthèse, tels que :

- ❖ La suppression du problème de la migration des matières d'imprégnation (huile isolante) ;
- ❖ La facilité de pose des câbles et de montage des accessoires qui complète l'avantage procuré par leur légèreté ;
- ❖ La réduction des problèmes de maintenance ;
- ❖ Une température de fonctionnement et une température admissible après un court circuit plus élevé.

La dégradation progressive de ces diélectriques s'opère sous différents mécanismes conduisant le plus souvent au claquage de l'isolation. Plusieurs approches ont été développées pour expliquer ce phénomène de claquage. Celles-ci peuvent être regroupées en deux familles distinctes selon l'aspect du claquage: un aspect stochastique avec des tentatives d'interprétation au moyen de lois de probabilité et un aspect non déterministe du claquage par arborescence.

1.2 Les câbles de transport de l'énergie électrique

Pour des questions de sécurité et de régulation, des considérations d'esthétique et environnementales, mais aussi pour des problèmes d'ordre technique, les câbles sont venus progressivement remplacer les lignes aériennes de transport et de distribution d'énergie électrique en zones urbaines. D'un point de vu coût mais aussi technique (limitation des longueurs à cause de l'énergie réactive), les lignes aériennes sont avantageuses, raison pour laquelle elles sont souvent préférées aux câbles.

Il existe deux catégories principales de câbles : les câbles isolés au papier imprégné, utilisé dans le réseau de distribution moyenne tension et les câbles à isolation synthétique qui, en raison de leurs excellentes performances, sont utilisés dans le transport haute tension.

1.2.1 Câble isolé au papier imprégné

Deux exemples de câbles isolés au papier imprégné, communément utilisés, sont montrés dans les figures (I.1) et (I.2).

Le câble isolé au papier imprégné sans écran de l'âme (figure I.1) est constitué des conducteurs de phase (1) torsadés, en cuivre ou aluminium. Ces derniers (1) sont enveloppés par un enroulement de ruban en papier, imprégné d'un composé d'huile, de cire et de résine isolant. Une couche isolante (3) de même nature et conception que l'enveloppe (2) ceinture les trois conducteurs de phase. Le blindage en plomb (4), autour de la ceinture, sert de conducteur de terre et assure l'étanchéité. Les autres revêtements sont le papier bitumé (5), le jute asphalté (6), la bande de blindage en acier (7), le jute bitumée (8) et de la craie (9). Le bitume est appliqué pour la conservation. La craie est utilisée pour éviter le collage du câble à l'enroulement [IECa].

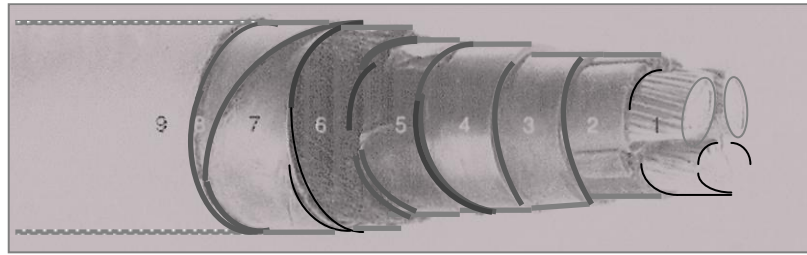


Figure I.1 : Câble isolé au papier imprégné avec blindage en plomb et acier sans écran de l'âme [IECa]

A la différence du cas précédent, la figure (I.2) montre un câble isolé au papier imprégné avec écran de l'âme où chacun des conducteurs a son propre écran semi-conducteur qui l'entoure, ce qui assure une distribution radiale du champ électrique dans l'isolation du conducteur. Une gaine de polymère en PVC ou PE remplace le jute et donne une meilleure protection contre les piqûres de corrosion due aux courants de fuite [Ccb14].

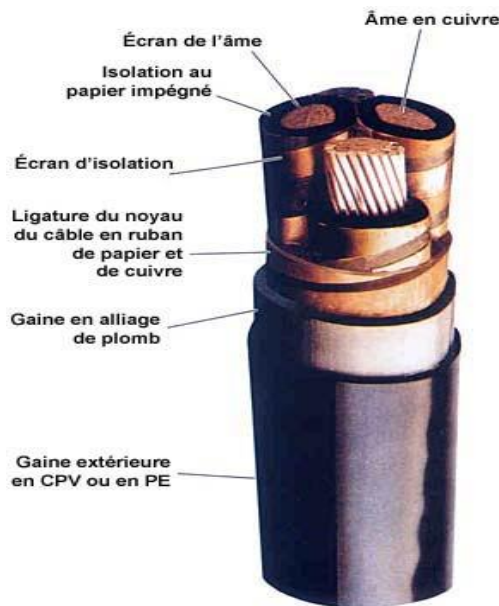


Figure I.2 : Câble isolé au papier imprégné avec gaine de plomb et écran de l'âme [Ccb14]

1.2.2 Câble à isolation synthétique

Il existe différents modèles de câbles à isolation synthétique [IECb] dont un exemple est représenté sur la figure I.3 pour présenter sa structure.

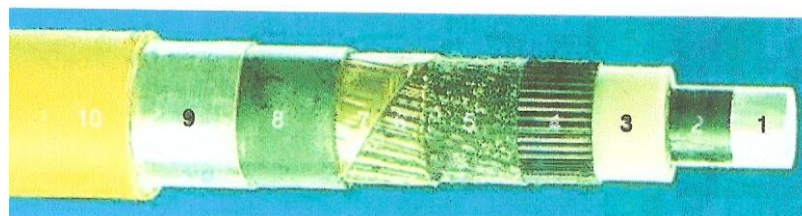


Figure I.3 : Câble XLPE monophasé moyenne tension [IECb]

Le conducteur (1) peut être en brin de cuivre ou d'aluminium. L'écran semi-conducteur (2), autour du conducteur, contrôle le champ à l'interface métal-isolant. Le matériau d'isolation (3) peut être du PE, de l'EPR ou du XLPE. Le XLPE est le plus souvent utilisé, en raison de ses faibles pertes diélectriques et son bas prix. Autour de l'isolant, un écran semi-conducteur (4) est utilisé pour assurer le lissage de l'interface, sur laquelle est appliquée une

bande en semi-conducteur (5) assurant l'étanchéité longitudinale. Des fils de cuivre ou d'aluminium (6) protégés par une bande contre les blessures (7) servent de conducteur de terre qui devrait accueillir les courants capacitifs et de court-circuit. Autour de cet écran, un semi-conducteur préserve des remplissages (8) et assure l'étanchéité longitudinale. L'ensemble, ruban en aluminium (9) et gaine de PE ou de PVC (10) assurent la protection contre la pénétration de l'eau et des forces mécaniques.

En fonction du domaine pour lequel il est destiné et la qualité du matériau isolant utilisé, les revêtements du câble à isolation synthétique peuvent être allégés, comme le montre la photo illustrée en figure I.4 [Ccb14].

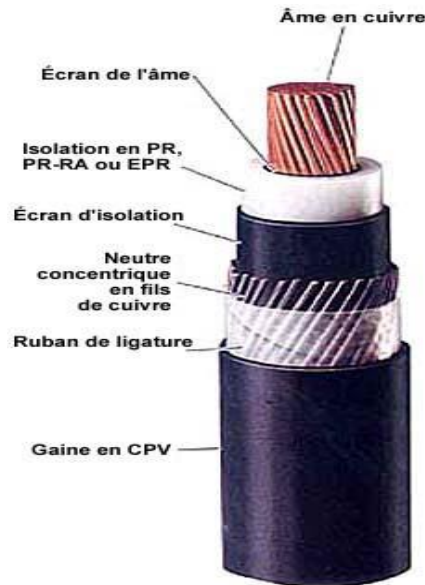
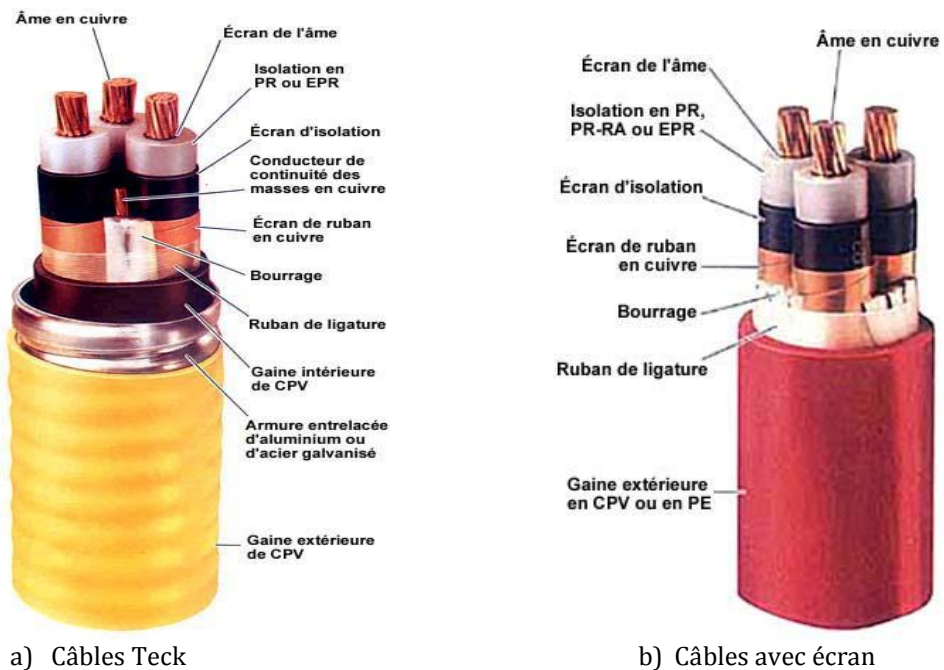


Figure I.4 : Constitution d'un câble en EPR [Ccb14]

Le câble triphasé à isolation synthétique intègre trois conducteurs dans un même câble, comme l'illustrent les exemples donnés en figure I.5. Les différentes couches et les matériaux dans cette structure sont similaires à ceux de la conception du câble à isolation synthétique monophasé. A la différence que, chacun des conducteurs de phase et leurs couches d'isolation ont leur propre écran semi-conducteur qui les entoure, ce qui assure une distribution radiale du champ électrique dans l'isolation du conducteur [Ccb14].



a) Câbles Teck

b) Câbles avec écran

Figure I.5 : Câble triphasé à isolation synthétique moyenne tension [Ccb14]

1.2.3 Vieillessement électrique des câbles

Le vieillissement électrique du câble est subordonné à celui du matériau utilisé pour son isolation. La pérennité des fonctions isolantes est affectée suite aux modifications de nature chimique ou physique, induisant une modification des propriétés électriques produites durant les années d'exploitation du câble. Ces modifications conduisent soit à la perte, réversible ou non, des propriétés fonctionnelles, soit à la rupture diélectrique des isolants solides.

Plus le champ électrique appliqué est élevé, plus la durée de vie du câble est courte. Les notions de rupture thermique, électromécanique et électrique sont généralement intégrées aux mécanismes physiques de rupture à court terme;

1.2.3.1 La rupture thermique : Elle se produit par un effet d'emballage du courant non compensé par la diffusion de la chaleur ; lorsque l'énergie électrique est transférée au matériau solide, celui-ci chauffe [Zeb96], ce qui augmente sa conductivité, donc le courant, etc... Compte tenu de la forte dépendance de la conductivité électrique de la température, lorsque cette chaleur n'est pas bien dissipée par diffusion dans le diélectrique, l'équilibre thermique est rompu et un phénomène d'emballage thermique se produit. Ce processus évolue jusqu'à générer à terme une avalanche électronique et la rupture thermique du matériau advient.

1.2.3.2 La rupture électromécanique : Elle est due à l'apparition d'une force de compression impliquant une diminution de l'épaisseur du matériau et donc une augmentation du champ électrique ; Les forces électrostatiques générées par l'attraction mutuelle des électrodes peuvent provoquer la propagation d'une fissure jusqu'au moment où le champ provoque la rupture par avalanche (rupture électromécanique) [Zeb96].

1.2.3.3 La rupture électrique (ou électronique) : Elle est la plus évoquée et fait référence aux porteurs de charge impliqués, qui développent une instabilité électrique très rapide ; Le claquage électronique est dû aux électrons accélérés par le champ dans la bande de conduction qui acquièrent suffisamment d'énergie cinétique pour induire des ionisations par collisions et conduire à la rupture de l'isolant. En d'autres termes, si un premier électron (injecté à la cathode par exemple) reçoit suffisamment d'énergie, il pourra libérer un autre électron par ionisation d'un radical anion. Si chacun d'eux reçoit la même énergie, les électrons secondaires peuvent à leur tour provoquer d'autres ionisations et déclencher une rupture diélectrique par avalanche [Car86].

La rupture électrique à long terme fait suite à un processus lent dans l'évolution des propriétés physico-chimiques du diélectrique. Sous l'action combinée du champ électrique et de l'environnement, deux autres mécanismes interviennent pour expliquer à plus long terme les défaillances des isolants solides, en particulier les polymères.

D'une part, l'oxydation progressive du matériau et la diminution de la masse moléculaire des chaînes de polymères, ce qui augmente en général la conductivité ionique. Cette évolution peut introduire des ruptures thermiques sur des isolants âgés. D'autre part et en présence, soit de défauts internes à l'isolation, soit d'humidité ou de vapeur d'eau dans l'environnement de fonctionnement du câble, sous des champs électriques, même relativement faibles, des arborescences électrique ou d'eau, respectivement, apparaissent et croissent jusqu'à la rupture [Fau93].

Dans tous les cas, l'arborescence est la dernière phase du vieillissement électrique. C'est un phénomène lent qui se propage à partir d'un point faible du matériau ou bien d'une électrode jusqu'à l'électrode opposée, en suivant des chemins sinueux électriquement faibles, formés de canaux creux, sièges de décharges électriques (figure I.6).

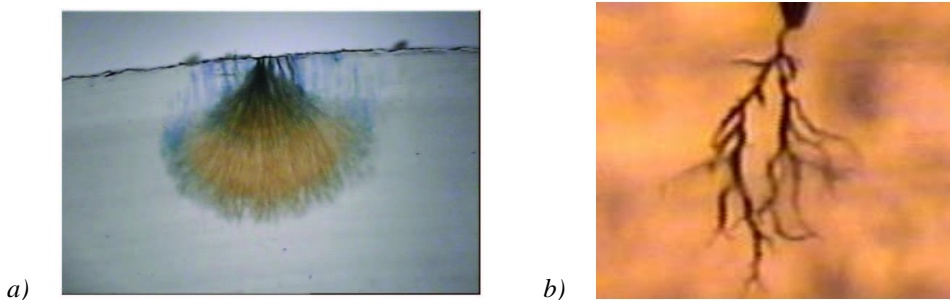


Figure I.6 : Exemple de points faibles de propagation de l'arborescence, a) à partir de l'écran [Mas06] et b) à partir de l'électrode [Zhe08]

S. W. Rowe [Row07] a proposé un scénario classique de vieillissement électrique schématisé sur la Figure I.7. Lorsqu'un matériau isolant, présentant initialement des défauts (aspérités de surface, impuretés, vacuoles ...), est soumis à une tension V ($t=0$), le champ électrique est localement concentré et amplifié en ces points de défauts (1). Il en résulte la croissance ou l'apparition de cavités gazeuses au sein de l'isolant (2). Sous l'effet de la contrainte du champ élevée, des décharges partielles y prennent naissance (3). Les électrons générés dans ces décharges ont suffisamment d'énergie pour briser des chaînes macromoléculaires sur les surfaces internes de la vacuole. Les processus de dégradation impliquent des modifications de nature physique et chimique avec des conséquences sur les propriétés électriques locales. Ces phénomènes vont se cumuler dans le temps pour donner lieu à la première branche de l'arborescence (4). L'arborescence, supposée conductrice, évolue dans le temps sous l'effet d'un champ de plus en plus intense. L'énergie d'impact croît et l'effet s'accélère jusqu'à ce que la rupture advienne ($t_5 > 30$ ans).

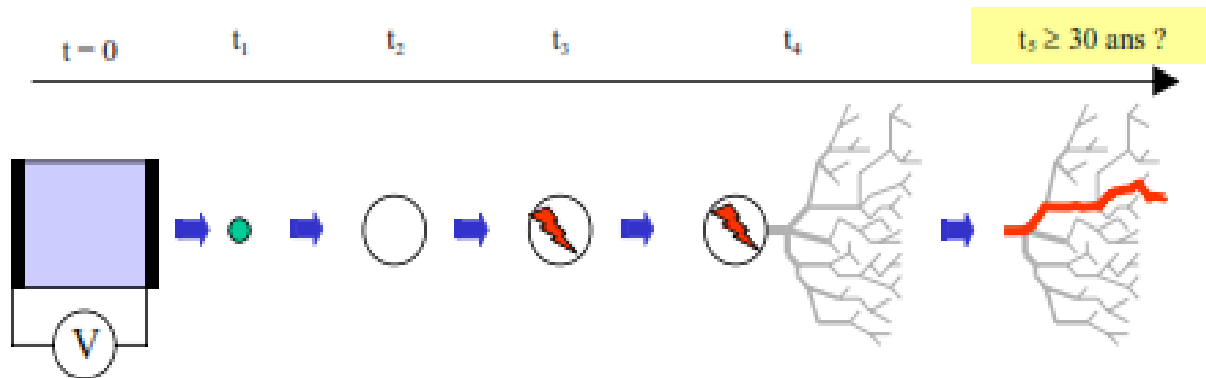


Figure I.7 : Schéma représentant le scénario standard de vieillissement [Row07]

Dans ce qui suit, nous nous intéresserons plus particulièrement au phénomène d'arborescence dans les matériaux isolants polymères, objet de nombreuses études depuis plus de soixante ans. Bien que beaucoup de connaissances aient été acquises quant à la compréhension de ce phénomène, de nombreux travaux sont encore menés en vue d'une meilleure maîtrise des mécanismes impliqués dans la génération et la propagation de ce phénomène. Et de nombreux résultats rapportés dans la littérature restent contradictoires.

I.3 Définitions et origines des arborescences

L'étude des arborescences a suscité un intérêt accru depuis 1950, année où les premiers travaux ont été entrepris, d'abord aux USA, puis au JAPON et en EUROPE.

L'arborescence est une forme de dégradation des diélectriques solides utilisés pour la protection des câbles haute et moyenne tension. Sa présence dans l'isolant est caractérisée par la diminution de la résistance d'isolement et de la rigidité diélectrique ainsi que par l'augmentation du facteur de pertes du diélectrique. Elle évolue, à plus ou moins long terme, par l'apparition, dans l'isolant, de canaux ou de cavités microscopiques dont la forme rappelle celle d'un arbre, ce qui lui vaut sont appellation « arborescence ».

La présence de défauts tels que les microcavités et les impuretés macroscopiques dans le volume du matériau isolant [Cri88, Not73] sont à l'origine de cette dégradation. Cette présence provoque la distorsion et la concentration locale du champ électrique dont l'intensité peut atteindre des valeurs élevées (plusieurs fois le champ moyen E_{moyen}), parfois voisines de la rigidité diélectrique du matériau [Den79, Fou86]. Ceci peut entraîner la dégradation de l'isolant haute tension, ce qui conduit de façon inéluctable à sa perforation totale et donc à sa destruction irréversible [Lau79, Fou86].

Les arborescences sont classées selon l'environnement d'exploitation de l'isolant et l'endroit où elles prennent naissance [Rah87].

- **L'environnement d'exploitation de l'isolant génère deux familles d'arborescences :**

➤ **Les arborescences électrochimiques** dans lesquelles on distingue les arborescences chimiques qui se développent en présence de produits chimiques et les arborescences d'eau qui se développent en milieu humide [Lau79, Eic76, Rah87].

➤ **Les arborescences électriques** qui se développent en milieu anhydre [Eic76].

La mesure des décharges partielles est le facteur qui permet la différenciation entre les deux catégories, car celles-ci restent indétectables dans le cas des arborescences d'eau [Lau79], tout au moins tant que celles-ci ne se sont pas transformées en arborescences électriques [Ste90].

- **Selon l'endroit où elles prennent naissance, on distingue deux types d'arborescences :**

➤ **Les arborescences ouvertes**, issues des défauts de contact écran / isolant, qui sont les protubérances des écrans et les vacuoles, pouvant être le résultat d'un manque de coulabilité de l'isolant à l'écran. Ces défauts ont pour effet d'accroître le champ électrique à leur voisinage et d'induire un claquage sous un champ moyen plus faible que celui qui produirait la rupture en leur absence [Fou86]. Elles sont de taille réduite dans le premier stade et croissent jusqu'à atteindre une taille importante et conduire au claquage [Wim90] (figure I.8). Leur propagation est d'autant plus accélérée que le milieu est permissif aux pénétrations d'air et d'humidité, qui en corollaire provoquent des réactions chimiques de nature à augmenter la conductivité de l'isolant [Spu75, Wim90].



Figure I. 8: Arborescence d'eau évoluant à partir de l'écran semi-conducteur : (a) arborescence à ses début et (b) arborescence ayant provoqué le claquage de l'isolation [Dal02]

➤ **Les arborescences en nœud papillon** prennent naissance à partir de microcavités ou inclusions internes hétérogènes à l'isolant, et qui s'y sont retrouvées incidemment. Leur développement se fait de part et d'autre du défaut [Fou90], ce qui leur donne l'allure de papillon. Par leur limite de propagation, elles sont classées moins dangereuses que les premières [Spu75, Ebe84, Wim90, Eic76] (figure I.9).

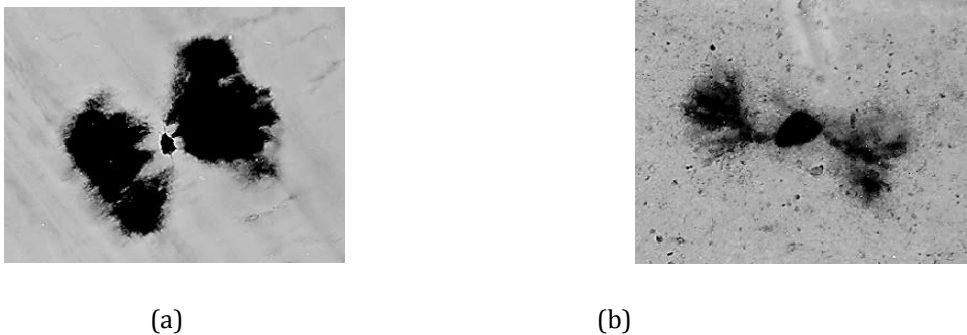


Figure I.9: Arborescences d'eau en nœud papillon dans le XLPE (a) et l'EPR (b) [Bog01]

Alors que l'arborescence électrique semble être un phénomène relativement simple, impliquant des phénomènes essentiellement électriques et des décharges dans les gaz occlus dans le diélectrique solide, l'arborescence d'eau est, quant à elle, un phénomène très complexe impliquant des mécanismes électriques, physiques et chimiques, où les substances étrangères dans le diélectrique jouent un rôle déterminant. Une quantité importante de publications traitant des arborescences électriques et d'eau, ainsi que des mécanismes impliqués a été accumulée ces dernières décennies.

1.4 Les arborescences électrochimiques

1.4.1 Introduction

La présence d'eau ou d'une solution dans l'isolation du câble et l'application d'une tension électrique sont deux conditions à l'apparition des arborescences électrochimiques [Ste90, Arn84, Kar89a] ; ces dernières ont tendance à suivre les lignes de champ électrique [Rah87, Koo84, Eic76, Ste90, Kah83, Dak74].

On classe les arborescences électrochimiques en deux sous familles; une dite arborescences d'eau prenant naissance dans les isolants fonctionnant en milieux humides, et l'autre chimiques se développant dans un environnement contenant une certaine quantité de sulfure [Lau79, Han82, Spu75].

La formation d'arborescence électrochimique dans des câbles a été signalée dès les années 50 par Mason en 1951, Paist en 1964, Miyashita en 1967 puis T. Tabata en 1972 [Fou90]. Par la suite, de nombreuses arborescences ont été observées dans les câbles isolés au polymère, après des durées d'exploitation variant de 1 à 8 ans. L'origine de ces défaillances n'a été mise en évidence qu'après maintes tentatives d'interprétation.

Les arborescences électrochimiques sont de structures continue ou discontinue [Mor93, Kal82, Fil84, Che85, Abd85, Ros91, Ort81, Mel81, Moo91, Ros87]. Elles sont constituées de canaux très fins, de diamètre inférieur à 1 μm , pouvant se résoudre dans certains cas, en un nuage de micro cavités. La structure continue semble exister normalement lorsque la tension est appliquée ; cette structure passe à une structure discontinue après suppression du champ électrique [Fou90].

Toutes les imperfections de l'isolation ne donnent pas automatiquement naissance à des arborescences électrochimiques. Mais il n'est pas possible de déterminer les caractéristiques des défauts favorables à leur apparition : nature, formes, dimension ... Certains expérimentateurs ont observé des arborescences colorées qu'ils ont imputé à la présence de soufre et d'un métal dans le défaut. La concentration de certains métaux est parfois plus importante dans les canaux de l'arborescence que dans les zones voisines.

1.4.2 Les arborescences chimiques

Cette sous famille d'arborescences électrochimiques est conditionnée par une présence non négligeable de sulfure sous forme gazeuse (H_2S) ou liquide $\text{S}(\text{NH}_4)_2$ dans l'environnement du câble. Les sulfures en présence diffusent dans l'isolant jusqu'à l'âme du câble et se combinent avec le matériau de l'âme pour donner des composés sulfates/métal sous forme de cristaux tels les Cu_2S si l'âme du câble est en cuivre, qui à leur tour initient des arborescences d'aspect très particulier (*sulfide trees*). Elles peuvent aussi accompagner les arborescences d'eau [Lau79, Han82, Spu75].

1.4.3 Les arborescences d'eau

Dans les câbles réels, les arborescences d'eau sont générées lors de la très lente phase d'initiation, au niveau des aspérités ou des interfaces (semi-conducteurs - isolants, des impuretés, des microcavités ...) où le champ local pourrait être extrêmement élevé. Quand elles deviennent visibles (au-dessus de 10 à 20 μm), les arborescences d'eau croissent très rapidement pour atteindre un niveau de saturation où leur taux de croissance est plus faible et relativement constant dans le temps [Hui09, Hvi02, Ahm05, Sta10]. Elles sont constituées de régions endommagées mécaniquement [Stl91] dans lesquelles des cavités remplies d'eau existent [Ros91, Mor93, Kal82, Fil84, Che85, Abd85, Ros91, Ort81, Mel81, Moo91, Ros87].

L'eau nécessaire à leur formation peut se retrouver dans l'isolant soit par pénétration au cours de l'exploitation, soit par l'intérieur incidemment, lors de la jonction de deux sections [Rah87, Koo84, Mat76]. Comme il ne faut pas négliger le fait qu'au cours de l'usinage de l'isolant, la rigueur la plus poussée ne peut éviter la présence de molécules d'eau dans l'isolant [Rah87, Koo84, Mat76]. L'eau est canalisée par les zones amorphes, en particulier par celles qui sont situées à l'intérieur des sphérolites entre les lamelles cristallines [Rah94]. D'après le modèle de Ross [Ros92], schématisé sur la figure (I.10), des groupes polaires balançant sur les extrémités de la chaîne de polymère favoriseraient le passage de l'eau et des ions à travers les pistes nouvellement formées de l'arborescence d'eau. La distribution de l'eau influence, à la fois, la cinétique de croissance et la teneur en eau de l'arborescence d'eau [Rah94]. Une humidité relative d'environ 75% dans le polymère, semble être nécessaire pour la génération de l'arborescence d'eau [Ild91].

L'introduction de l'eau dans l'isolation en polymère des câbles est mise en évidence par la présence du pic de la réponse en fréquence du facteur de pertes du matériau, ce qui permet de distinguer les câbles contenant des arborescences d'eau de ceux qui n'en contiennent pas [Giv98, Li 94a, fou93]. Aussi, un nouvel outil basé sur la spectroscopie térahertz, exploitant la propriété qu'à l'eau à absorber la lumière aux fortes fréquences térahertz d'environ 5,0 THz [Sat11] souligne clairement la présence de l'eau sous la feuille de polymère, par l'analyse de la distribution de l'intensité de la lumière térahertz réfléchi par l'échantillon (temps d'apparition du pic de réflexion et la phase du champ électrique réfléchi), ce qui permet de détecter les arborescences d'eau et leurs formes.

Les arborescences d'eau peuvent entraîner le claquage à long terme du câble après quelques années ou quelques dizaines d'années d'exploitation. Elles peuvent également donner naissance à des arborescences électriques qui conduisent inéluctablement au claquage [Rah87, Koo84, Via93, Hir84].

L'observation faite par J. Viard [Via93] a montré qu'une arborescence électrique prenant naissance à partir de l'électrode opposée à l'arborescence d'eau, peut mettre celle-ci en contact pendant quelques minutes, sans toutefois provoquer un claquage. Ce résultat conforte l'hypothèse que l'arborescence d'eau est d'aspect diélectrique [Via93, Koo84, Ash77].

A cet effet, on s'est penché sur la détermination de la permittivité relative des arborescences d'eau. Elle a été estimée par J.Y. KOO [Koo84] à 5. L'arborescence d'eau contient une quantité importante d'eau [Law73], occupant environ 2 à 10 % de son volume [Ste90, Mey83] et distribuée sur l'ensemble des microcavités qui esquisser des formes différentes.

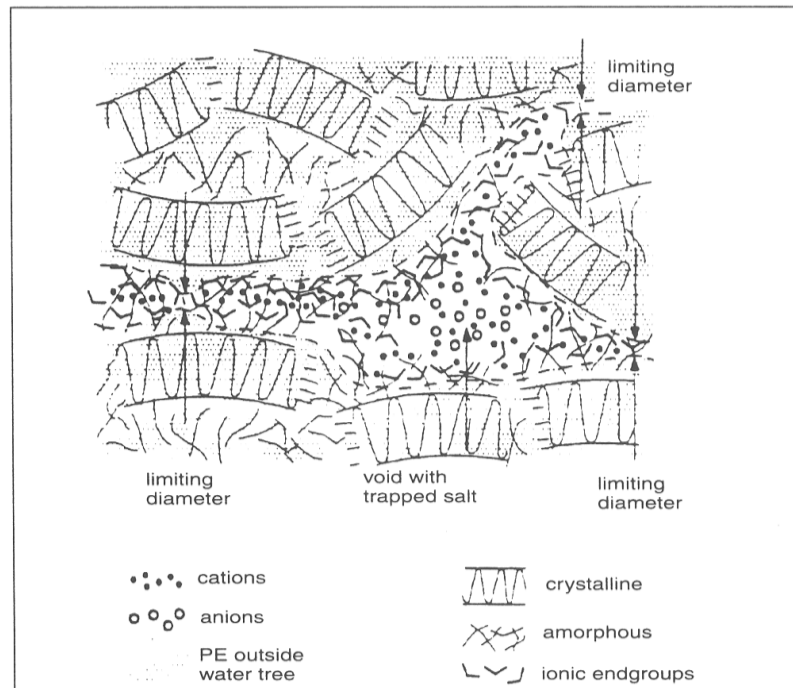


Figure I.10 : Représentation schématique du modèle de l'arborescence d'eau de Ross [Ros92]

1.4.4 Structures et formes des arborescences d'eau

La morphologie de l'arborescence d'eau est fortement influencée par la morphologie du polymère [Rah94]. La première approche d'interprétation du phénomène d'arborescence d'eau laissait supposer qu'elles sont constituées de canaux remplis d'eau [Fou76, Fil82, Kal82], dont le diamètre est d'ordre du micron avant que d'autres études viennent appuyer une autre interprétation du phénomène. Celle-ci n'excluant pas la nature de ces arborescences, considère qu'elles sont une non interconnexion de microcavités [Cri88, Koo84, Via93, Tan76, Glu84, Bah74] de diamètre de 0,8 à 9,8 micromètre [Bam83] alignées globalement dans la direction du champ électrique. D'autres auteurs non convaincus par ces interprétations, voient plutôt des amas de microcavités remplis d'eau [Mat76]. Alors que Raharimalala [Rah94], J. J. De Bellet [Bel87] et J. Viard [Via93] font état de canaux d'environ 0.1 à 1 micron, liant les microcavités développées sous un champ électrique d'environ 7 à 30 kV [Bel87]. T. W. Dakin [Dak74], quant à lui, a supposé que la structure discontinue peut se former après suppression du champ électrique [Dak74].

Cette question controversée sur l'interconnexion ou non des microcavités a trouvé enfin une réponse grâce aux travaux de C. Mayoux [May00] et les théories et modèles avancées par V. Raharimalala [Rah94] et R. Ross [Ros92]. D'après ces auteurs, les canaux se développent dans les parties amorphes du polymère, en suivant la forme des structures sphérolitiques, c'est-à-dire tournant autour des sphérolites et pénétrant entre les lamelles. En fonction de l'agencement des zones cristallines et amorphes et du renforcement local du champ électrique, les micro-canaux, de diamètre variable (de l'ordre de nm), se développent le long de trajets erratiques, en s'emmêlant les uns avec les autres dans un espace tridimensionnel, ce qui a laissé conclure que ces micro-canaux ne sont pas formés d'une juxtaposition de cavités isolées.

Deux types d'arborescences d'eau peuvent être observés selon leur localisation dans l'isolation.

➤ Les arborescences en nœud-papillon qui partent des défauts (impuretés, microcavités ou autres inclusions). Elles se développent de part et d'autre du défaut, dans la direction du champ électrique [Ste90, Mat76, Fil82, Tan76, Tan74, Not86, Kar89b] (figure I.11).



Figure I.11 : Exemple d'arborescences d'eau en nœud-papillon développées dans un échantillon mince de câble de 35 kV d'épaisseur 10 µm [Ahm05]

➤ Les arborescences ouvertes ou de surface qui prennent naissance à partir des défauts ou d'inhomogénéités se trouvant sur des sites privilégiés notamment au voisinage des écrans semi-conducteurs internes et externes [Ste90, Fil84, Fil82, Pat78].

Selon la nature du polymère et des conditions expérimentales (température, tension, fréquence ...) [Cri88], les arborescences de ce type présentent des aspects très variés [Fou76, Bah72, Law73, Rah94] : branche, buisson, éventail, plume, fougère, bouquet, brocoli ... Ce sont les plus dangereuses. En effet, leur présence diminue notablement la rigidité diélectrique de l'isolation du câble, contribuant à raccourcir sa durée de vie [Ste90, Arn84, Bah72, Glu84]. Leur longueur moyenne peut atteindre quelques centaines de µm [Via93].

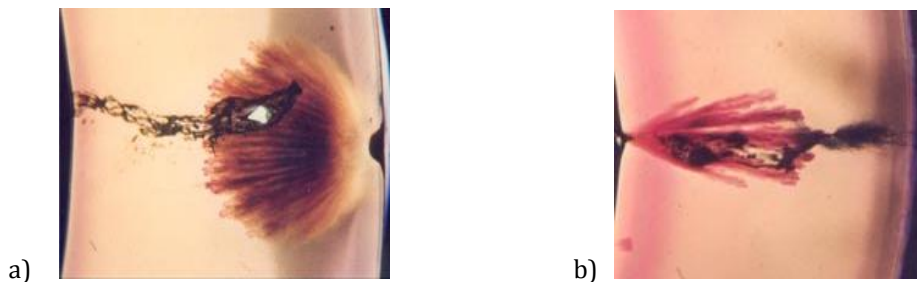


Figure I.12 : Exemple d'arborescences d'eau développées à partir de : (a) l'écran d'isolation d'un câble opérant sous une tension de service de 24 kV, épaisseur de l'isolant 5,5 mm et année d'installation 1980) et (b) de l'écran du conducteur d'un câble opérant sous une tension de service de 12 kV, épaisseur de l'isolant 3,4 mm et année d'installation 1981) [Hvi02]

1.4.5 Phases d'évolution des arborescences d'eau

Quoique la structure des arborescences d'eau ait fait foisonner des suppositions, leur évolution a fait l'unanimité. On distingue trois phases [Fou76, Bah72, Mor73, Bar91].

a. L'amorçage ou l'incubation

La présence d'eau au cours de l'usinage ou de l'exploitation de l'isolant, amplifiée par les cycles thermiques auxquels sont soumis les câbles en service, combiné à l'action du champ électrique finit par faire apparaître les premières microcavités. L'initiation de l'arborescence d'eau est retardée dans les matériaux réticulés en raison de leur meilleure résistance à la fissuration [Ciu10].

b. La propagation

C'est la croissance de la structure orientée formée par les nouvelles microcavités contenant de l'eau. De nombreux paramètres affectent la phase de croissance : la fréquence du champ et sa valeur, la morphologie du polymère, la nature et la concentration des ions, la température, et d'autres [Miy67, Dis83, Cri98, Nit74, Fil82, Dis88, Jow99, Fan96]. Il est bien connu que la croissance de l'arborescence d'eau est accélérée par les hautes fréquences et qu'aucune arborescence (ou très peu) sont générées sous tension continue [Sha84, Dis83]. Du fait

qu'un champ alternatif soit nécessaire et que la fréquence accélère le processus, suggère fortement que la fatigue électrique induite joue un certain rôle dans le processus d'évolution des arborescences d'eau [Cri98, Cri96]. J.P. Crine [Cri96] et H. Suzuki [Suz98] ont montré que le taux de croissance varie linéairement avec le nombre de cycles du champ, c'est à dire le produit du temps par la fréquence, pour certaines données limitées (jusqu'à au moins 20 à 30 kHz et lorsque toutes les autres conditions expérimentales sont maintenues constantes). Cependant, la superposition d'une tension à fréquence industrielle (50Hz) sur une tension à haute fréquence, supprime la croissance des arborescences et la longueur de celle-ci devient plus courte si la tension est plus élevée ; il est supposé que la croissance de l'arborescence d'eau est fonction du nombre de passages par zéro de la tension appliquée [Suz98].

c. L'évolution vers le claquage

L'arborescence d'eau ne produit pas le claquage, mais en est la cause. Au cours de son évolution, elle se transforme en arborescence électrique qui finit par produire un claquage (figure I.13). Cette transformation a été liée à la perturbation du champ électrique et du potentiel d'espace due à la permittivité élevée des arborescences d'eau [Via93], ce qui a amené J. Viard [Via93] à introduire la quantité d'eau et la taille des arborescences dans son calcul du champ électrique.

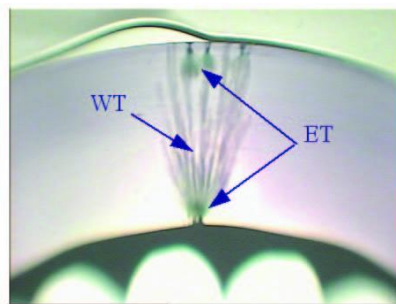


Figure I.13 : Arborescences électriques (ET) interférant avec des arborescences d'eau ouvertes (WT) issues des deux côtés des écrans [Mas06]

I.4.6 Mécanismes d'évolution des arborescences d'eau

De nombreux mécanismes ont été proposés pour tenter d'expliquer l'initiation et la propagation des arborescences d'eau. Certaines paraissent possibles et d'autres sont irréalistes.

A ce titre, et malgré la détection d'oxygène et d'émission lumineuse dans l'arborescence d'eau de Y. Nitta et al [Nit74, Law73, Mor93], le mécanisme des décharges partielles a été écarté [Koo84], vu que même moyennant des dispositifs expérimentaux très au point, il n'a pas été détecté d'émission lumineuse ni avant ni après la propagation de l'arborescence d'eau [Rah87, Bam84, Fil86], chose qui a conduit les auteurs à émettre l'hypothèse que les décharges partielles apparaissent lors de l'évolution des arborescences d'eau en arborescences électriques qui provoqueraient le claquage de l'isolant [Ste90]. A l'inverse, la charge d'espace est beaucoup évoquée et J. H. Lee et al. [Lee98] concluent que la concentration des homo-charges en tête de l'arborescence entraîne la réduction de l'épaisseur efficace de l'isolation, ce qui réduit la résistance à la rupture du matériau (XLPE).

Parmi les mécanismes les plus avancés et ayant fait objet de mise en évidence expérimentale pour expliquer l'évolution des arborescences d'eau, on peut retenir :

a. Le mécanisme électrochimique

M.J. Giver et al [Giv87] considèrent la pénétration des ions dans les régions saines du polymère comme la première étape du développement des arborescences d'eau, d'abord par la déformation de celui-ci en forçant les chaînes de ces régions amorphes. A. Garton et al. [Gar87] et E. F. Steennis [Ste89, Ste89] mettent alors en avant des réactions électrochimiques qui peuvent provoquer une scission de chaînes et une oxydation (figure I.14), qui se traduit par la formation de groupes polaires qu'ils considèrent être à l'origine de l'initiation des arborescences d'eau.

Jinder Jow [Jin98] s'accorde à dire que la dégradation électrique des polymères par arborescence d'eau est un processus combiné de la diffusion de charge et de scission de chaînes. Lorsque l'énergie électrique locale à l'interface charge/polymère est supérieure à l'énergie de liaison chimique de la chaîne moléculaire, dans la région amorphe, une scission de chaîne est induite. Un tel dommage est irréversible et rend la région plus hydrophile, ce

qui facilite la diffusion de l'eau et des ions permettant la poursuite de la dégradation et donc l'augmentation de la dimension locale des cavités ou des canaux.

R. Fournié et al [Fou90] supposent que les réactions électrochimiques qui surviennent à l'interface eau-électrode conduisent à une décomposition par hydrolyse de l'eau et génèrent des dégagements gazeux, de l'oxygène et de l'hydrogène essentiellement, qui font propager l'arborescence.

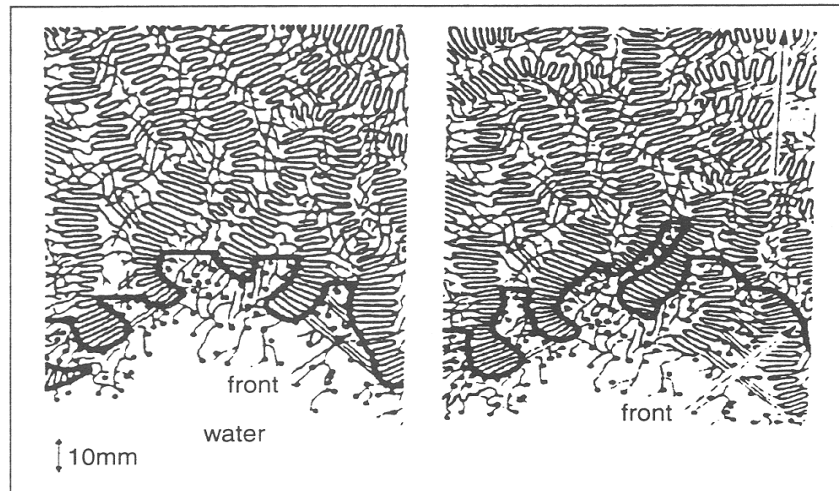


Figure I.14 : Modèle de l'arborescence d'eau de Steennis. A gauche, la région polaire amorphe et le front de réaction. A droite, le déplacement du front de réaction suite à l'oxydation de la chaîne de polymère et sa scission. [Ste90, Ste89]

b. Mécanisme thermique

Certains auteurs comme T. Tanaka et al [Mat76, Tan76, Tan74, Not86] ont proposé que les microcavités remplies d'eau éclatent par échauffement local et dilatation de l'eau par effet Joule dans l'isolation, entraînant ainsi une augmentation de pression faisant progresser l'arborescence par création de microfissures ou de nouvelles microcavités. S. Bamji [Bam84] et J.Y. Koo [Koo84] ont remis en cause cette explication, vu que leurs analyses enthalpiques n'ont montré aucun échauffement appréciable par effet Joule dans la zone de l'échantillon avec arborescence. J. J. Koo [Koo84] a cependant mis en évidence l'action des effets thermiques en haute fréquence.

c. Effets mécaniques des forces électriques

Plusieurs mécanismes faisant intervenir les forces dues au champ électrique sont évoqués pour expliquer la pénétration de l'eau dans le polymère et la propagation des arborescences d'eau.

Plusieurs auteurs font appel à la diélectrophorèse [Koo84, Rah87, Eic76] et à l'effet capillaire [Ste90] pour expliquer l'agrégation de l'eau dans les régions de champ fort et par conséquent sa pénétration de l'extérieur vers l'intérieur du câble.

Le mécanisme d'électroosmose a été proposé par Möle [Mol77], J. Sletbak [Sle79] et D.W. Aukland et al [Auc78] pour expliquer la propagation des arborescences d'eau. La pression électroosmotique à l'intérieur des pores du polymère remplis d'eau peut conduire à une déformation locale du polymère augmentant le diamètre des pores et les faisant avancer [Rah94].

D'autres auteurs comme T. Tanaka et al [Tan76] et H. Matsuba et al [Mat76] ont émis l'hypothèse que de nouvelles microcavités pourraient se former à partir d'une microcavité pleine d'eau sous l'effet de contraintes apparaissant dans le polymère (PE) par électrostriction dans l'eau. Leur effet est cependant supposé négligeable [Ber84] devant celui dû à la pression électrostatique proposé par C. Meyer et al [Mey79a]. L'eau considérée conductrice, exerce sur le polymère (à l'extrémité des canaux remplis d'eau) une pression électrostatique qui serait à l'origine de leur propagation. Selon V. Raharimalala [Rah87] et J.Y. Koo [Koo84], J.P. Crine [Cri96], l'arborescence se propagerait par un mécanisme analogue à la fracture sous l'effet des contraintes qu'elle induit dans le polymère.

Toutefois, Bulinski et al [Bul94] concluent qu'il n'existe aucune relation entre la morphologie, la résistance mécanique à la rupture et l'évolution de l'arborescence d'eau, ce qui remet en cause les théories avancées par certains auteurs [Gus91, Auc54, Ste84, Eld85, Mey79b, Pog90]. Cependant, les résultats de leurs travaux [Bul94] révèlent la présence d'un excès d'oxydation à l'intérieur de la région de l'arborescence dans les différents échantillons de polymères testés, ce qui leur a permis de confirmer les résultats d'autres auteurs [Ros90, Ros92, Rah94] qui ont lié l'arborescence d'eau à un processus chimique ou électrochimique.

1.5 Les arborescences électriques

L'arborescence électrique a été le premier mécanisme de dégradation connu dans l'isolation solide en polymère des câbles HT. Elle a d'abord été rapportée par Mason [Mas51] avant d'être observée, lors de recherches ultérieures, au niveau des points où des impuretés, des cavités gazeuses, des défauts mécaniques ou des projections conductrices causent une intensification de la contrainte de champ électrique au sein de petites régions du diélectrique. Le processus de la formation des arborescences est décrit par trois étapes, l'incubation, la propagation et le claquage dont les mécanismes sont variés et fonction des paramètres fonctionnels mis en jeu.

Les arborescences électriques se développent dans les milieux où la teneur en eau, ou autres solutions chimiques sont exclues ou pour le moins non significantes. Elles évoluent plus rapidement que les arborescences électrochimiques, et apparaissent après un certain temps d'application de la tension, dit temps d'initiation ou d'incubation. Dans les essais à l'aiguille, le procédé expérimental reproduisant avec beaucoup de similitude le cas réel, ce temps est d'autant plus court que la tension d'apparition est élevée [May00]. Les canaux qui les forment contiennent des gaz et sont le siège de décharges partielles, accompagnées d'une émission de lumière [Lau84, Den77, Not72, Pat75, Fuk98, May00]. Cette dernière est détectée sur tout l'espace inter électrodes et est liée à l'énergie dépensée au cours du processus de décharge.

1.5.1. Structures et formes des arborescences électriques

Tous les spécialistes en la matière s'accordent à dire que les arborescences électriques sont constituées de canaux creux renfermant essentiellement de l'hydrogène H_2 [Lau84, Lau79, Han82, Den79, Den77, May00] et des quantités moindres de CO_2 , CO , N_2 et N_2O [May00] dont le diamètre varie de quelques nanomètres à l'initiation [Haz90] à quelques micromètres (2 à 50 μm) au stade de la propagation [Lau84, Lau79, Bah72, Bam83, May00].

Des arborescences de différentes formes et couleurs sont observées dans les tests à fréquences et tensions variables ; elles peuvent être en forme de branche, de buisson, de buisson-branche ou de buissons multiples [Han82, Den79, Den77, Lof76, Zhe08]. Des arborescences en noeud-papillon sont également observées au niveau des inclusions internes [Spu75, Kal82].

Trois sortes d'arborescences électriques ouvertes ont été observées dans les échantillons de polyéthylène réticulé (XLPE) de câbles de 66 kV [Xie10, Zhe08] : l'arborescence branche, l'arborescence buisson et l'arborescence mixte telle que buisson-branche (figure I.15 a, b et c). Cette dernière apparaît lorsque la fréquence de la tension appliquée est inférieure ou égale à 250 Hz. Lorsque la fréquence est supérieure ou égale à 500 Hz, seule l'arborescence branche dense se développe. Les deux formes sont attribuées à la coexistence d'une cristallisation non uniforme et des contraintes résiduelles interne des câbles XLPE semi-cristallins au cours du processus de fabrication.

L'analyse fractale de Barclay et al [Bar90], construite à partir d'un modèle stochastique à deux dimensions de l'arborescence électrique, en utilisant une méthode statistique, a permis de constater que les arborescences filamenteuses sont les plus dangereuses, car elles évoluent plus rapidement dans l'espace inter électrodes, tandis que les arborescences touffues évoluent lentement, mais causent beaucoup de dommages. A tension plus élevée, l'arborescence de forme buisson se transforme en arborescence filamenteuse [Den79], alors qu'à plus petite distance inter électrodes, la densité de l'arborescence branche augmente [Den79], ce qui implique que la forme de l'arborescence est déterminée par le champ électrique local lequel dépend à la fois de la tension appliquée et de l'espace inter électrodes.

De leur étude sur les matériaux polyester, Cooper et Stevens [Coo90] ont révélé que l'arborescence devient plus touffue avec l'augmentation de la température de post- durcissement et le degré de réticulation du matériau polymère testé. Maruyama et al [Mar92] ont fait une constatation analogue; la densité des arborescences augmente avec l'augmentation de la tension appliquée et lorsque la teneur en gel est supérieure, en évoluant d'un type branche à un type buisson avec une tendance à saturer à environ 16 kV, indépendamment de l'augmentation de la longueur de l'arborescence.



Figure I.15 : Trois formes d'arborescences électriques dans le XLPE : (a) branche, (b) buisson et (c) mixte en buisson-branche [Zhe08]

1.5.2. Les phases d'évolution des arborescences électriques

A l'instar des arborescences électrochimiques, les arborescences électriques passent par trois phases distinctes au cours de leur évolution dans la direction du champ électrique [Lau79, Han82, Ied72]. On distingue :

1.5.2.1 La phase d'initiation ou d'incubation qui représente la période séparant l'application d'une tension au système et l'apparition de la première branche en pointe de l'aiguille. Certains auteurs comme S. Gluchowski et al [Gly87] et C. Laurent et al [Glu84, Ied72] définissent l'initiation des arborescences comme le moment où des décharges partielles d'environ 0,1 pC se produisent simultanément avec une augmentation de l'émission lumineuse dépassant largement le niveau de l'électroluminescence.

Le temps d'incubation varie beaucoup pour les mêmes conditions expérimentales. Il est d'autant plus court que la fréquence est élevée et que le champ électrique est intense [Han82, Bah72].

1.5.2.2 Phase de propagation durant laquelle on observe le développement des micro-canaux dans l'espace inter électrodes.

Quelque soit la forme de la tension appliquée [Den77, Haz90, Kit87], le développement des arborescences électriques est toujours accompagné de décharges partielles mesurables [Lau84, Lau79, Den77, Han82, Fil82, Haz90, Ied72, Kit87] qui se propageraient à une vitesse de 10^7 cm/s [Lau84]. Leur présence se signale par des dégagements gazeux et des phénomènes lumineux [Lau84, Lau79, Han82, Pat75]. Les gaz rencontrés dans les canaux sont généralement de l'hydrogène et de l'eau sous forme vapeur; de faibles quantités d'hydrocarbures insaturés et de produits relativement conducteurs ont aussi été mises en évidence [Den79, Den77, Spu75, Ebe84, Not73, Wim90, Eic76, Ste90, Miy70]. A ce stade, on assiste à une multiplication des canaux. La propagation des arborescences électriques se fait dans la direction du champ électrique. La densité du réseau d'arborescences varie en raison inverse de leur vitesse de propagation. Celle-ci est fonction de la pression des gaz dans les canaux formant l'arborescence et de la fréquence de la tension appliquée. Le temps de propagation des arborescences est court et moins dispersé que le temps d'initiation et est directement lié à la longueur des arborescences électriques [Not72] et à la valeur du champ électrique et sa fréquence [Bah72].

A faible tension et basse fréquence, trois étapes sont présentes dans le processus de croissance. Pendant la première étape, le taux de croissance est élevé et des arborescences filamenteuses sont développées à l'extrémité de l'électrode active pointe. Suit une deuxième étape dans laquelle la croissance des arborescences est ralentie. Enfin, dans la troisième étape, le taux de croissance reprend avec une augmentation de la densité des branches et des dommages accumulés de sorte que l'arborescence s'étend vers l'électrode plane mise à la terre. Tandis qu'à plus haute fréquence et à fort champ, il n'y a que deux étapes [Cha09]. Plusieurs canaux sont développés à partir de l'aiguille, avant que cette forme dense se transforme en arborescence filamenteuse [Den79]. La fréquence accélère le taux de croissance de l'arborescence et réduit le temps de claquage [Cha09].

A. Xie et al, X. Zheng et G. Chen [Xie10, Zhe08] ont montré que les caractéristiques de propagation des arborescences électriques dépendent non seulement des frontières entre les gros sphérolites et de la région amorphe, mais également des impuretés, de la concentration en micropores et de la position de l'électrode pointe par rapport aux sphérolites ou à la région amorphe dans la plage des basses fréquences. Cependant, à fréquence élevée, la propagation est supposée indépendante de la morphologie du matériau, mais liée au processus intense d'injection et d'extraction de la charge de et vers le diélectrique via l'électrode aiguille.

1.5.2.3 Phase d'avalanche et de claquage conduisant à la perforation de l'éprouvette.

Il a été établi que la perforation peut ne pas avoir lieu même après pénétration complète de l'arborescence au travers de l'isolation [Lau79]. Le claquage est provoqué par la montée d'un train de décharges de grandes amplitudes, produisant la remontée d'un filament de l'électrode reliée à la terre vers l'électrode haute tension. La progression du canal de retour, en diamètre et en longueur, jusqu'à interagir avec les canaux proches de l'électrode haute tension, provoquerait la perforation de l'isolation [Lau79, Lau79, Den79, May00] (figure I.16).

L'étape de disruption qui suit l'établissement du canal de décharge (de diamètre d'environ 10 μm) entre les électrodes est gouverné par le passage d'un courant. La tension de claquage est d'autant plus élevée que le diamètre des canaux est petit, approchant ainsi celui de l'avalanche électronique [Den77].

Un effet thermique a été observé au moment de la perforation de l'éprouvette [Lau79, Nag90]. Celui-ci a pour conséquence, la présence de zone répartie autour du canal de décharge présentant un indice de réfraction différent du reste du matériau et des zones ayant subies une fusion locale suite aux décharges partielles intenses, pouvant excéder les 5000 pC avant le claquage [Lau79, Han82, Den79, Den77]; la résistance des parois du canal étant alors suffisamment faible [Lau79, Den79].

Densley [Den79] a constaté qu'à plus haute fréquence, le temps de claquage est réduit, fait que G. Chen et C.H. Tham [Cha09] attribuent à l'augmentation du nombre de décharges partielles. Il a également rapporté qu'à des températures plus élevées et sous contrainte mécanique, le temps de claquage est réduit de manière significative [Den79].

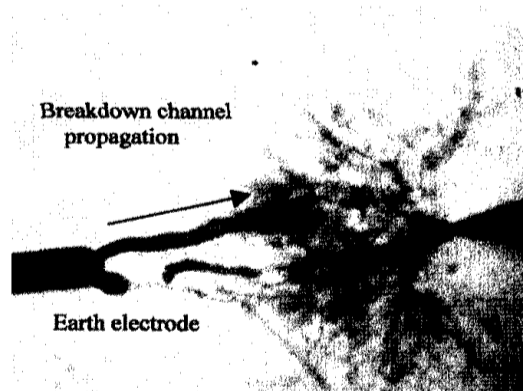


Figure I.16 : Canal de claquage dans le sens inverse de la propagation de l'arborescence électrique développée dans un système d'électrodes à double aiguilles moulées dans le PE [May00]

1.5.3 Les mécanismes d'évolution des arborescences électriques

Les mécanismes expliquant l'évolution des arborescences électriques sont aujourd'hui mieux connus, aussi bien sur le plan de l'initiation que de la propagation. Mais le nombre important de théories avancées, indépendamment l'une de l'autre, n'explique pas, à elles seules, le phénomène de dégradation des câbles, ce qui rend difficile les estimations de leurs durées de vie. On admet, alors, que plusieurs mécanismes électriques, mécaniques, thermiques et autres peuvent agir simultanément et être à l'origine de l'initiation et de la propagation des arborescences électriques.

1.5.3.1 Mécanismes d'initiation des arborescences électriques

Des microcavités pleines de gaz, présentes dans le diélectrique, provoquent la distorsion et la concentration du champ électrique, dont l'intensité peut atteindre des valeurs élevées, parfois voisines de la rigidité diélectrique intrinsèque du matériau [Rah87, Koo84, Lau84, Lau79, Han82]. Dans ce cas, des décharges partielles s'y développent et produisent des trous acérés, à la pointe desquels le champ électrique est transféré, créant ainsi les conditions nécessaires à la naissance d'un nouveau micro-canal [Lau79, Den79, Dak74, Bah72, Not86, Ied83]. Si les microcavités n'existent pas à l'origine, elles sont créées par la fatigue électromécanique aux points de concentration du champ électrique. Les forces de Maxwell [Den79, Not73, Not86, Ied72] induisent une contrainte mécanique causant une compression et/ou une fatigue de l'isolation résultant de la formation de fissure à partir de défauts ou de microcavités existants.

L'action des décharges partielles provoque une élévation locale de la température [Haz90], et l'échauffement induit favorise la dégradation thermique locale du matériau qui peut s'ajouter à cette fatigue et anticiper, de ce fait, la formation de l'arborescence [Fou90].

D'autre part, la formation d'une arborescence électrique peut être initiée par des avalanches électroniques causées par la libération des électrons sous l'effet combiné de la charge d'espace et du champ électrique, brisant ainsi les liaisons chimiques de l'isolant [Lau84, Lau79, Han82, Den79, Den77, Eic76, Bah74, Pat75, Lau83, Gly87] par collision directe [Shi85, Uch91, Shi92, Lau83] ou par rayonnement ultraviolet dû à l'électroluminescence [Bam89, Bam09] ; les radicaux libres générés peuvent être stabilisés pour former des groupes polaires, d'où l'initiation de l'arborescence [Shi85, Uch91, Shi92].

1.5.3.2 Mécanismes de propagation des arborescences électriques

Les mêmes mécanismes que pour l'initiation sont avancés pour expliquer la propagation des arborescences électriques.

Une des premières études détaillées sur l'arborescence électrique a été réalisée par Ieda et Nawata [Ied72] qui ont conclu que l'extension de l'arborescence est induite par les décharges qui se produisent dans les canaux, rendant

conducteur le gaz qui les remplit. En raison de la diminution de la résistivité des parois des filaments, le potentiel électrique de l'électrode active est reporté à leur pointe, et provoque des claquages locaux qui les font progresser [Den77, Dak74, Pat75, Ied72], d'où l'apparition de nouveaux micro-canaux prenant naissance à l'extrémité des branches [Lau84]. Ce processus de croissance est accéléré par la fréquence qui augmente le nombre de décharges dans le gaz [Ied72].

Aussi, l'impact des décharges partielles sur les parois des vacuoles crée des charges d'espace [Noe87], dont les déplacements augmentent, en tension alternative, le gradient de potentiel au bout de l'arborescence [Han96, Hoz98, Mon98] et par conséquent accélèrent sa propagation [Fou76, Ash77, Noe87].

Le concept des électrons chauds est aussi évoqué pour expliquer la propagation des canaux d'arborescences [Pat75, Tu 89, Dan96]. L'action des électrons chauds accélérés dans les microcavités serait à l'origine de leur extension [Lau84, Pat75, Lau83]. C. Mayoux [May00], L.A.Dissado [Dis92] et J.P. Crine [Dav96] ont montré que l'arborescence se propage pendant le demi-cycle positif uniquement, où une émission de lumière accompagne le signal électrique. Ces impulsions positives, appelées "avalanche soutenue", sont dues aux déplacements d'électrons à partir du diélectrique vers l'électrode aiguille. Pendant ce temps, l'arborescence se propage par avalanche électronique, suite au dé-piégeage des électrons injectés à partir de l'aiguille et profondément piégé dans le matériau au cours du demi-cycle négatif [May00, Dis92].

L.A. Dissado et al. [Dis95, Dis97], J.P. Crine [Cri97] et L. Sanche [San97] ont émis l'hypothèse que, même si le champ électrique appliqué n'est pas assez grand pour injecter des électrons chauds, qui sont capables de briser les liaisons inter et/ou intramoléculaires, les charges piégées sont responsables du stockage local d'énergie électromécanique et électrostatique, susceptible de favoriser des réactions de dégradation par un processus d'abaissement de la barrière d'énergie d'activation. Et même, lorsque les charges piégées ne peuvent pas réussir à briser les liaisons et produire des dommages directs au moment de l'injection et du piégeage/dé-piégeage, l'énergie stockée dans des centres de charge piégée peut, sur de longues périodes, favoriser la dégradation par abaissement de la hauteur de la barrière de l'énergie d'activation [Dis98, Dis95]. Toutefois, cette dégradation peut affecter un volume d'isolation assez grand pour évoluer vers un claquage, si la charge totale accumulée dépasse une valeur limite laquelle dépend des caractéristiques des matériaux, en particulier, de leurs propriétés mécaniques [Dis95, Dis97].

A l'inverse de la phase d'initiation, l'évolution des arborescences est fortement dépendante de la température, lorsque celle-ci est supérieure à la température ambiante [Pat76]. Sous l'action des décharges partielles, la dégradation de l'isolant peut avoir lieu par évaporation locale du matériau, suite à une élévation locale de température par le bombardement des particules [Lau84, Lau79, Han82, Den79, Not73, Hir84]. Mais encore, du fait de l'importance du coefficient de dilatation des polymères, des fissurations ou la formation de cavités, en particulier après des cycles thermiques, peuvent être provoqués, suite aux contraintes créées dans le polymère à l'interface polymère/métal, ce qui conduit à sa destruction [Hir84].

Le vieillissement chimique est alors provoqué par des changements dans la structure chimique du matériau diélectrique. A l'échelle moléculaire, ces changements sont initiés par des électrons de faible énergie qui dissocient les molécules du diélectrique ou d'autres molécules d'impuretés. Les fragments libérés peuvent ensuite réagir avec les atomes ou les molécules environnant. Dans les polymères tels que le polyéthylène, ceci conduira à la fois à la scission de chaînes et à la réticulation [Meu00]. A des tensions élevées, l'auto-oxydation peut être initiée et des scissions successives de la chaîne principale se produisent, agrandissant la cavité formant le canal d'arborescence [Shi85, Uch91, Shi92].

La figure (I.17) représente l'organigramme établi par S. Bahadoorsingh et S. M. Rowland [Bah07], résumant les différents facteurs, mécanismes et grandeurs mesurées, impliqués dans le phénomène de vieillissement par arborescence électrique. Il permet de relier l'effet d'une contrainte, telle que le niveau de tension ou de température, à un mécanisme tel que l'arborescence électrique, donc au vieillissement.

Allant dans le même sens, différents modèles d'estimation de la durée de vie sont établis, traitant les données des grandeurs mesurées, telles que l'intensité des DP, la longueur de l'arborescence ou autres. Les niveaux critiques de ces grandeurs mesurées, qui indiquent que le système est en train de changer d'état ou proche de la rupture, doivent être déterminés pour quantifier les valeurs limites d'exposition.

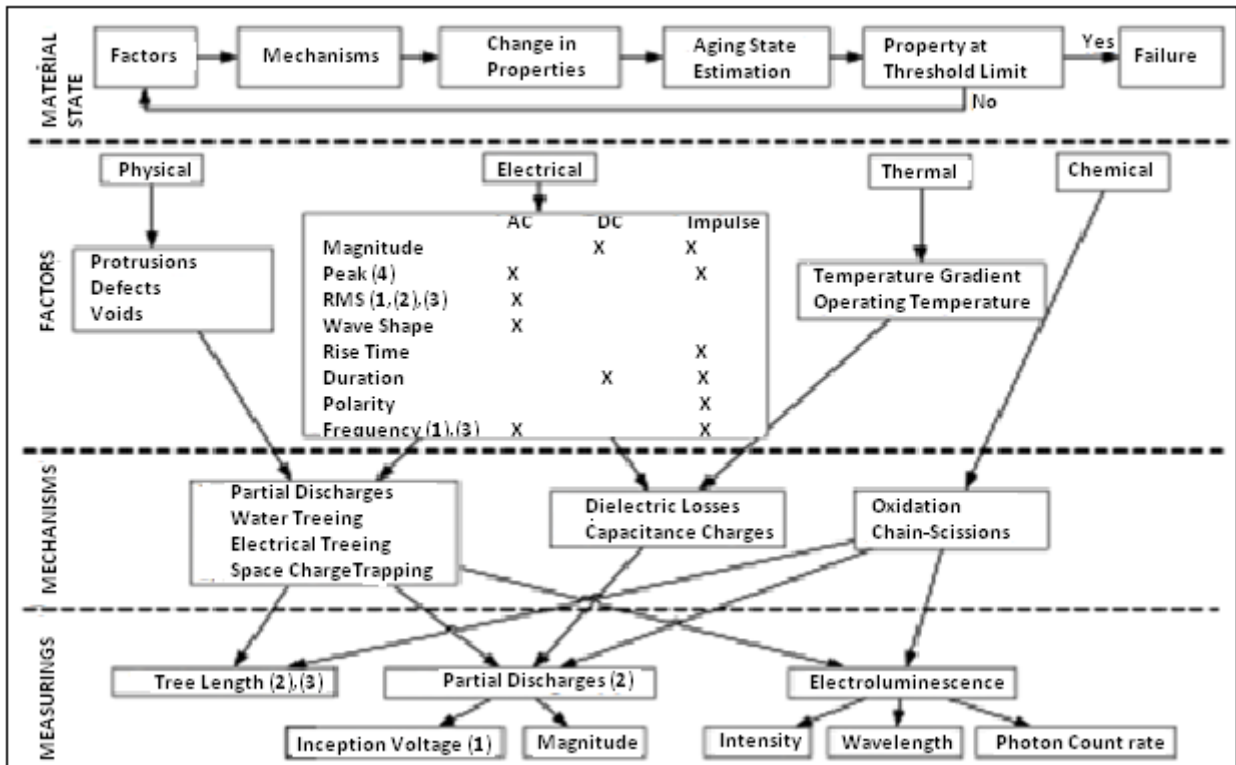


Figure I.17 : Organigramme Multi-factoriel reliant le vieillissement de l'isolation et l'environnement du réseau électrique [Bah07]

1.6 Modèles de vie des câbles en présence de l'arborescence

Le grand nombre de travaux, entrepris sur le vieillissement électrique des câbles HT, a permis de mettre en avant une multitude de théories : soit un effet électronique dû à l'injection et à la présence de charge d'espace [Zel86, Dis972, Dis94, Dis93, Dav96, Ast86, Lau84, Lau79, Han82, Den79, Den77, Eic76, Bah74, Pat75, Lau83, Glu87] ou électrochimique en présence de l'eau [Giv87, Cri88, Stee90, Noe87] ou thermique [Mat76, Tan76, Tan74, Not86, Hir84] ou une combinaison du champ électrique et de la température [Sim81, Mon85, Sim94], ou une présence d'oxydation [Car87], ou d'autres impuretés [Par84] ou une dégradation associée aux décharges partielles d'après les théories de Dakin [Dak48, Dak60], Bahder [Bah82] et Mackean [Mck78] et d'autres [Lau79, Den79, Dac74, Bah72, Not86, Ied83], ou un effet électromécaniques tel que proposé par J-P. Crine [Cri85, Cri89] et V. Raharimalala [Rah87], J.Y. Koo [Koo84], C. Mayer et al [Mey79] et d'autres [Den79, Not73, Not86, Ied72]. Cependant, toutes ces théories émanant d'expériences, menées en laboratoire, ne tiennent pas compte de tous les paramètres influents sur le vieillissement électrique tels que : le temps, la valeur du champ, la fréquence, la température, le processus de fabrication (câble), la nature du matériau, la morphologie de l'isolant, l'environnement, ce qui introduit des erreurs dans la prédiction des durées de vie des systèmes considérés et remet en cause le mécanisme évoqué qui aurait conduit au claquage.

Un nombre important de modèles de prédiction de la durée de vie des câbles a été établi, sur la base de tests, réalisés sous l'action d'une ou plusieurs contraintes électrique, thermique et mécanique [Mon90, Maz05, Gja97, ak60, Sim73, Ram85, Fal79, Cyg90, Cri90, Maz99, Mon99].

1.6.1 Modèles thermodynamiques

Ils sont basés sur le concept d'une dégradation thermique responsable du vieillissement des matériaux. La température procure l'énergie ΔG nécessaire pour passer la barrière d'énergie libre au delà de laquelle les chaînes de polymère et de monomère sont dégradées.

T.W. Dakin [Dak60, Dak48, Dak60] et Montsinger [Mon48] furent les premiers à établir un modèle de vieillissement thermique sous la contrainte de température T, basé sur l'équation d'Arrhenius donné par :

$$t = A_1 \exp \left[\frac{B_1}{KT} \right] \tag{1}$$

Où t est la durée de vie thermique, A₁ est une constante ajustable, B₁ est l'énergie d'activation, K est la constante de Boltzman et T est la température.

Malheureusement, ce modèle donne des résultats irréalistes par extrapolation à partir de températures élevées [Cri91].

Le modèle amélioré de J.P. Crine et al [Cri91] décrit mieux le vieillissement thermique de différents polymères où la durée de vie thermique est donnée par :

$$t = \frac{h}{KT} \exp \left[\frac{\Delta G}{KT} \right] \quad (2)$$

Où h est la constante de Plank et ΔG est l'énergie libre d'activation thermique donnée par :

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S$$

Où ΔH et ΔS sont l'enthalpie et l'entropie d'activation respectivement.

Pour obtenir des prédictions fiables, les résultats du vieillissement thermiques sont tracés sur un graphe log(tT) fonction de (1/T) au lieu de log(t) fonction de (1/T) [Cri91].

G.C. Montanari et al [Mon90, Mon93] ont conclu sur l'existence d'une relation linéaire entre l'ordonnée à l'origine (log(A₁)) et la pente (B₁/K) des lignes de vie thermique, impliquant des changements dans les modèles de vie, de sorte que l'équation d'Arrhenius (1) devienne:

$$t = A_1 \exp \left[\frac{k_1 \log[A] + k_2}{T} \right] \quad (3)$$

Où k₁ et k₂ sont des paramètres de régression décrivant la relation log(A₁) en fonction de (B₁/K).

1.6.2 Modèles électrothermiques

Selon J-P. Crine et al. [Cri89], le champ électrique E accélère les électrons, de charge e, sur la distance de dispersion δ, correspondant à la profondeur de la barrière, de sorte qu'ils acquièrent une énergie moyenne eδE qui abaisse la barrière de l'énergie libre d'activation thermique et rompe les liaisons faibles.

Le modèle thermodynamique évolue vers un modèle électrothermique et devient :

$$t = \left(\frac{h}{KT} \right) \exp \left(\frac{\Delta G}{KT} \right) \operatorname{csch} \left(\frac{e\delta E}{KT} \right) \quad (4)$$

A fort champ, l'équation (4) se réduit à l'équation (5) suivante [Cri85, Cri89], donnant dans une représentation semi-log des lignes de vie électrique droites (figure I.18), alors qu'à faible champ, la durée de vie tend vers l'infinie, ce qui est, cependant, irréaliste dans la mesure où l'expérience montre que les câbles claquent sous de très faible contrainte de champ.

$$t = \left(\frac{h}{2KT} \right) \exp \left(\frac{\Delta G - e\delta E}{KT} \right) \quad (5)$$

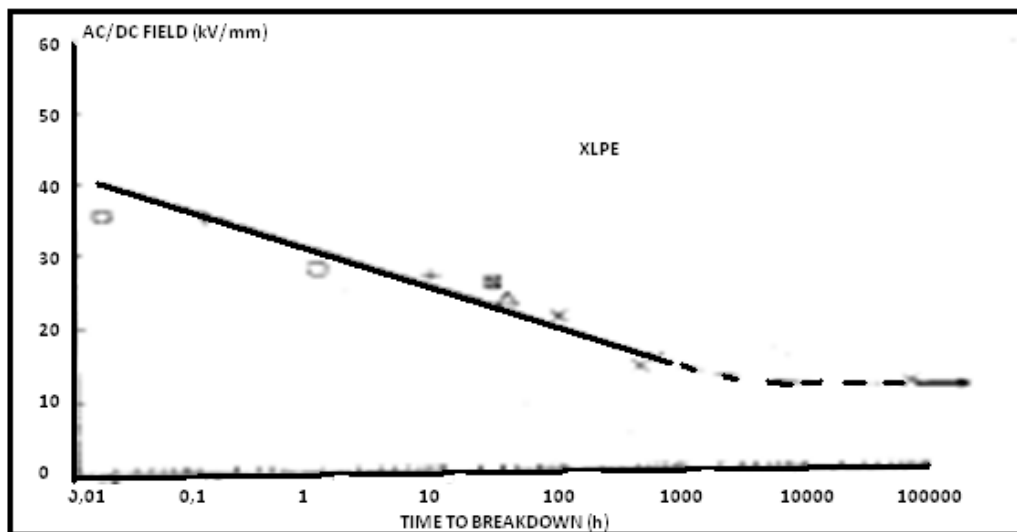


Figure I.18: graphe E- logt retraçant les résultats de Bahder [Bah82] selon le modèle de J-P. Crine (équation 4 et 5)

Notons que T.W. Dakin [Dak71], G.C. Montanari et L. Simoni [Mon02, Sim93, Mon93] sont les premiers à avoir proposé des modèles de vieillissement, sous la contrainte de champ E, donnés par la loi de l'inverse de la puissance :

$$t = A_2 E^{-n} \quad (6)$$

et la loi exponentielle :

$$t = A_3 \exp(-B_3 E) \quad (7)$$

Où A_2 , A_3 , B_3 , et n sont des constantes matérielles dépendant de la température, et E est l'intensité du champ électrique.

Dans un système de coordonnées $\log(E)$ - $\log(t)$, les deux modèles spécifiés dans (6) et (7) donnent des lignes droites avec des pentes de $-1/n$ et $-1/B_3$ respectivement. Cependant, à faibles champ, la ligne de durée vie, tracée selon les deux modèles, tend à devenir horizontale, et en vertu d'une hypothèse linéaire basée sur les équations (6) et (7), ces dernières ont été modifiées par [Mon92, Mon89, Sim83, Hir87] et [Dak71, Kad77] respectivement, en introduisant un champ seuil E_s d'initiation de décharge partielle.

Ces modèles décrivent le claquage électrique dû à la décharge partielle, qui est une combinaison du modèle de l'inverse de la puissance (équation (6)) ou du modèle de la loi exponentielle (équation (7)) en association avec la contrainte de champ E_s , seuil au dessous duquel aucune dégradation n'a lieu par ce mécanisme de DP. Il peut être mesuré comme le champ correspondant à la tension seuil d'apparition des DP, ce qui donne respectivement:

$$\frac{t}{t_0} = \left[\frac{E-E_s}{E_s-E_0} \right]^{-n} \quad (8)$$

$$t = A_3 \frac{\exp(-B_3 E)}{(E-E_s)} \quad (9)$$

Les coefficients t_0 , E_0 , E_s , A_3 et n peuvent être déterminés par des tests de vieillissement accélérés. E_0 est la valeur du champ en dessous de laquelle le vieillissement électrique peut être négligé en présence d'autres contraintes, et t_0 est la durée de vie pour $E = E_0$.

Les modèles spécifiés par les équations (8) et (9) donnent une durée de vie infinie dans des conditions où la contrainte électrique est inférieure à la valeur de seuil, alors que les données de test de vieillissement accéléré s'adaptent à des lignes droites en représentation log-log ou semi-log. Ceci limite l'utilisation des tracés de ces modèles, dans la mesure où il n'est pas possible d'avoir une idée réaliste sur l'espérance de vie d'un câble.

Le modèle de Dakin (équation 9) fut amélioré par L. Simoni et al [Sim83, Mon93, Sim99, Sim93, Sim90] vers la forme exponentielle suivante:

$$t = t_0 \exp(-B_3 E' - BT_c + bE'T_c) \quad (10)$$

Où B est la pente de la courbe de durée de vie en coordonnée $\log(t)$ en fonction de la contrainte thermique T_c définie par $T_c = 1/\theta_0 - 1/\theta$.

θ_0 est la température en dessous de laquelle le vieillissement thermique peut être négligé

E' est la contrainte électrique donnée par $E' = E - E_0$

Et b est un paramètre représentant la synergie entre les contraintes.

Lorsque les contraintes tendent à être à leurs niveaux seuils, la durée de vie a tendance à être horizontale. Le modèle multi contraintes qui satisfait les conditions aux limites et qui a donné naissance à une ligne de seuil ayant une forme en accord avec les données expérimentales peut être obtenue à partir de l'équation (10), telle que [Sim92]:

$$t = \frac{t_0 \exp(-B_3(E-E_0) - BT_c + b(E-E_0)T_c)}{\left[\frac{E-E_0}{E_{s0}-E_0} + \frac{T_c}{T_{c,s0}} - k_c \frac{T_c}{T_{c,s0}} - 1 \right]^\mu} \quad (11)$$

Où E_{s0} est le champ seuil à la température ambiante ou de référence $T_c = 0$

$T_{c,s0}$ est le seuil de température à $E = E_0$ et $t_0 = t(E = E_0 \text{ et } T_c = 0)$

k_c est un coefficient affectant la forme des lignes isochrones, c'est-à-dire les lignes de vie constante obtenue à partir du modèle de durée de vie pour des valeurs données de la vie et qui correspondent aux valeurs propres de E' et de T_c .

Et μ représente une tendance propre au seuil.

Ce modèle (Equation (11)) s'adapte avec les lignes de durée vie électriques obtenues par les résultats expérimentaux, à différents champs seuils électriques et différentes températures [Sim93] et [Maz97].

Les Figures I.19 (a) et (b) [Sim93] montrent l'application du modèle de vie (Equation (11)) sur une large gamme de contrainte électrique et de température subie par l'isolation de mini câbles XLPE.

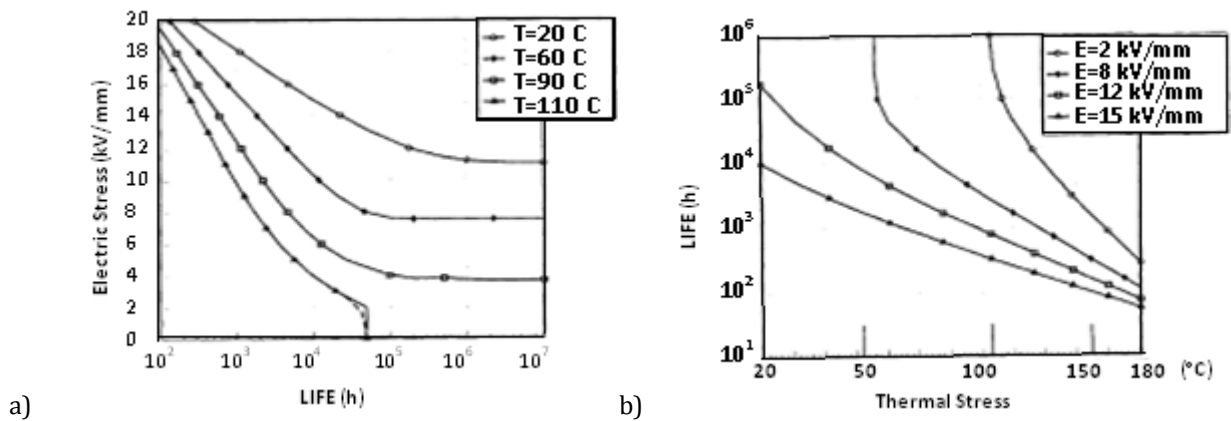


Figure I.19 : Prédiction de la durée de vie par le modèle (11) : (a) en fonction de la contrainte de champ électrique et (b) en fonction de la contrainte de température [Sim93]

L'estimation des paramètres de ces modèles de vie passe par un grand nombre de tests nécessitant de très longs temps de réalisation. Pour remédier à cet inconvénient majeur, des modèles physiques ont été développés; ils sont basés sur une description spécifique du mécanisme de dégradation supposé prépondérant dans une gamme de contrainte appliquée bien définie, et sont caractérisés par des paramètres physiques qui peuvent être déterminés par la mesure directe des quantités physiques.

1.6.3 Modèles d'émission de champ

Tanaka et Greenwood [Tan83] ont proposé un modèle expliquant que le temps d'initiation des arborescences est le résultat de dommages dus à l'injection de charge dans le matériau, ce qui induit des valeurs élevées du champ. Leur modèle est présenté par l'équation (12) suivante [Tan83] :

$$t_i = C' \left[\exp \left(-\frac{B_i \Phi^2}{E} \right) - \exp \left(-\frac{B_i \Phi^2}{E_s} \right) \right]^{-1} \quad (12)$$

Où t_i est le temps d'initiation des arborescences

$C'=C''/A_i$, C'' est le niveau de l'énergie cinétique que les charges injectées dans le diélectrique doivent dépasser pour contribuer à l'initiation de l'arborescence.

B_i et A_i sont des constantes matérielles, Φ est la fonction du travail effectif de l'électrode d'injection

Le modèle de la loi de l'inverse de puissance multi-stress a été utilisé dans le cas du vieillissement sous contrainte de champ E et fréquence f , pour estimer la durée de vie des câbles XLPE [Dan96], qui se ramène à :

$$t = A E^{-m} f^{-n} \quad (13)$$

Avec m et n des constantes données par [Sta61].

L. Dissado [Dis92] a utilisé ce modèle pour estimer le temps d'initiation des arborescences d'eau en fonction de la contrainte de champ E et de sa fréquence f , donné par l'équation (14):

$$t_i = A f^{-1} E^{-3,5} \quad (14)$$

Avec A , une constante matérielle.

Ce modèle, largement critiqué [Dan96], trouve ces limites dans une plage restreinte de tension et tend à donner une prédiction optimiste de la durée de vie pour des conditions de service extrapolées à partir des expériences en laboratoire à champ élevé. De plus, ce modèle ne peut pas prédire directement l'influence de l'eau et de la température.

En accord avec la corrélation établie par McKean et al [Mck78] entre la taille des microcavités et la tension de claquage à fort champ, Bahder et al [Bah82] ont modifié le modèle de l'inverse de la puissance, en supposant que des charges électriques pénètrent dans le diélectrique au voisinage des cavités, suite au décharges qui s'y produisent. Les décharges induisent l'érosion de certains canaux conduisant au claquage.

Le temps de claquage est donné par [Bah82]:

$$t_G = \frac{1}{f b_1 \{ \exp[b_2(E-E_s)] - 1 \} \exp(b_3 E + b_4)} \quad (15)$$

Où b_1, b_2, b_3 et b_4 sont des constantes qui dépendent du matériau, de la température et de la géométrie. D'autres modèles décrivant la période de croissance des arborescences ont été également développés ; ci-dessous quelques exemples:

L. Dissado [Dis92] a estimé le temps de propagation des arborescences d'eau par :

$$\left(\frac{L}{r} + 1\right)^{p+1} - 1 = \frac{\tau}{t_l} \quad (16)$$

$$t_l = \frac{r^{p+1}}{(p+1) \cdot Q' \cdot U^p} \quad (17)$$

Où L représente la longueur de l'arborescence, r est un paramètre proportionnel au rayon de courbure du défaut où est initiée l'arborescence, U est la tension appliquée à l'échantillon, Q' est la constante d'Ashcraft multipliée avec un facteur de forme, τ est le temps nécessaire à l'arborescence pour atteindre la longueur L , p est une constante caractérisant la dépendance de l'évolution de l'arborescence du champ électrique à la pointe de celle-ci.

1.6.4 Modèle de la décharge avalanche

Dans leur théorie de la décharge avalanche, J.C. Fothergill et L. Dissado [Fot95] présentent leur modèle donnant le temps de propagation des arborescences électriques, tel que:

$$t_G = S_c \left(\frac{1}{2f}\right) N_c \{ \exp(L \cdot \alpha_T(E)) - 1 \}^{-1} \quad (18)$$

Où S_c est le nombre de branche d'arborescence à la dégradation, L est la longueur de l'arborescence, $\alpha_T(E)$ est le premier coefficient de Townsend (fonction de E), N_c est une constante matérielle.

1.6.5 Modèle de Montanari basé sur la dimension fractale

G.C. Montanari [Mon95] a développé son modèle basé sur la dimension fractale de l'arborescence, où le temps de propagation de l'arborescence est donné par :

$$t_G = \frac{\{ \ln[(Q_m/k_1) + 1] \}^d}{k_4 (E - E_s)^n} \quad (19)$$

Où $k_4 = k_3 k_2^{1/d}$, k_1, k_2 et k_3 sont des coefficients dépendant du matériel et de la phénoménologie de la croissance des arborescences, d est la dimension fractale de l'arborescence, Q_m est la valeur de point final de la quantité Q_i de charge écoulee dans les canaux.

1.6.6 Modèle de l'endurance électrocinétique

Proposé par J.T. Lewis et al [Lew96], ce modèle explique la propagation de l'arborescence par la formation de microcavités qui résultent des processus de rupture de liaisons chimiques, induits par la tension et la température. Des microcavités peuvent fusionner et former des cavités suffisamment larges à partir desquelles des fissures peuvent s'initier et évoluer jusqu'à rompre l'isolation. Ainsi, selon le critère de C. L. Griffith [Gri98], relatif à la propagation par fracture, le temps nécessaire pour la croissance des fissures, équivalant à toute la durée de vieillissement, est donné par:

$$t_c = \int_N^{\eta_c} \left\{ \frac{KT}{h} \left[\exp\left(\frac{-U_r(E)}{KT}\right) (N - \eta) - \exp\left(\frac{U_b(E)}{KT}\right) \eta \right] \right\}^{-1} d\eta \quad (20)$$

Où η est le nombre de liaisons rompues, η_c est le nombre critique de liaisons rompues, N est le nombre de liaisons cassables, $U_r(E)$ et $U_b(E)$ sont les énergies de formation et de rupture de liaisons respectivement.

1.6.7 Modèle de la charge d'espace

Proposé par Dissado, Mazzanti et Montanari [Dis97], ce modèle suppose que les charges d'espace injectées par les électrodes et/ou les impuretés et les charges piégées de l'isolation sont responsables de l'énergie électrothermique emmagasinée, qui en retour, affaiblit l'énergie de la barrière, ce qui favorise la dégradation. Plus élevé est le champ, plus élevées sont les charges et l'énergie emmagasinée, et par là, plus courte sera la durée de vie, obtenue sous la forme suivante :

$$t(E, T) = \frac{h}{2KT} \exp\left[\frac{\Delta H}{K} \frac{C'E^{2b}}{T} - \frac{\Delta S}{K}\right] \left\{ \ln\left[\frac{A_{eq}(E)}{A_{eq}(E) - A^*}\right] \right\} \left[\cosh\left(\frac{\Delta}{K} \frac{C'E^{2b}}{2T}\right) \right]^{-1} \quad (21)$$

Où A_{eq} est la valeur d'équilibre de A, taux de conversion des fragments de l'état 1 à l'état 2.

A^* est la limite critique de A (quand elle est dépassée, le défaut a lieu).

C' et b sont des constantes matérielles,

$\Delta H = H_a - (H_1 + H_2)/2$ et $\Delta S = S_a - (S_1 + S_2)/2$, sont la contribution de l'enthalpie et de l'entropie à l'énergie libre d'activation par fragment (H et S sont l'enthalpie et l'entropie par fragment, les indices 1, a, et 2 sont relatifs aux états fondamental, activé et dégradé respectivement).

Ce modèle (21) permet la dérivation des lignes de durée de vie électrique à différentes températures et l'extrapolation à des niveaux de contraintes autres que celles des tests. Cependant, il présente des limites [Dis97], vu qu'il est établi strictement pour une tension continue et estime les temps de formation des microcavités et non de claquage, donc doit être appliqué pour des échantillons où cette composante du temps de fatigue est prépondérante.

La lecture critique des théories existantes sur le vieillissement électrique des matériaux diélectriques solides nous laisse conclure qu'il y a toujours besoin d'un modèle plus complet du vieillissement électrique des câbles diélectriques. Il semble que la loi de puissance inverse ne peut pas décrire l'ensemble des résultats de vieillissement accéléré des câbles extrudés HT (champ faible), Alors qu'à fort champ, les résultats sont mieux décrits par une loi exponentielle entre le temps et le champ. Le modèle de J-P. Crine et al est celui qui décrit le mieux des résultats des câbles isolés au PE, PRC et EPR. Ce modèle dépend de deux paramètres physiques : l'énergie d'activation ΔG et la largeur de la barrière limitant le vieillissement δ_{max} . La limite inférieure du champ pour le régime exponentiel, dans le cas du câble XLPE, est entre 8 et 15 kV/mm, ce qui correspond au début d'une forte injection de charge. Il est également montré que l'influence de l'environnement, la nature et la morphologie de l'isolation et la température d'essai sont des facteurs dont il faut tenir compte. Il reste que malgré le grand nombre de modèles et de théories existant, aucun n'est encore reconnue pour produire des prévisions fiables de la durée de vie.

1.7 Méthodes de détection des arborescences

Pendant longtemps, l'arborescence fut détectée par observation au microscope d'échantillons de matériaux dégradés [Mat76, Bel87, Via93, Dak74, Lau84, Lau79, Haz90, Spu75, Kal82], ce qui prévalait la destruction des systèmes desquels ils étaient prélevés, avant de passer à d'autres techniques non destructives.

Le rôle de la décharge partielle et de la charge d'espace, dans le processus d'évolution des arborescences électrique et d'eau respectivement, a permis de développer des techniques de diagnostic sensibles et non destructives basées sur des méthodes optiques [Aub08, ADR04], acoustiques [Mar08, Li 97, Mae88, Li 94b, Liu93], digitales [Si 08], UHF [Sar08], électromagnétiques [Shi10, Ten08] et électriques [Iec81, Wor69, Hog82, Oka85, Rab87, Fru90, Gee90, Gee90, Mor92, Miz93, Kdi95, Dev84]. Ces techniques sont, pour la plus part, basées sur la perturbation de l'équilibre existant entre les forces élastiques et électrostatiques dans le matériau. Suite à cette perturbation, la réponse du matériau ou du système électrodes-isolant pour rétablir cet équilibre est observée.

Ainsi, la mesure des décharges partielles et de la charge d'espace, sur les équipements haute tension, est devenue l'un des principaux outils de prédiction dans les programmes de maintenance, vu qu'elle constitue une source d'information très précieuse pour l'évaluation de l'état de l'équipement.

1.7.1 Méthodes basées sur un principe optique

Mise à part, l'observation directe au microscope des arborescences, d'autres techniques sont associées aux mesures optiques pour révéler la présence de microcavités, comme la microscopie électronique à balayage (MEB) ou la tomographie qui a la particularité d'avoir une résolution très grande en trois dimensions [ADR04].

D'autres méthodes optiques sont utilisées; l'une consiste à obtenir une image dans le domaine de l'ultraviolet et du visible des décharges partielles surfaciques ou à effets couronnes. Cela impose la visualisation du phénomène de décharges partielles se produisant sur l'isolant [Viv04]. Et en vertu des phénomènes ionisants se produisant dans la phase gazeuse renfermée dans la cavité, lorsque des décharges s'initient dans ce milieu, les raies d'émission enregistrées sont étroites et permettent une identification des mélanges gazeux constituant la décharge [Aub08]. De même, l'électroluminescence, liée à l'injection de charge, a permis de mettre en évidence le développement des premiers micro-canaux et de suivre l'évolution de l'arborescence [Shi78, Lau83, Bam89, Cha93, Wu 95].

1.7.2 Méthodes basées sur un principe thermique

Suivant le principe de la diffusion thermique, un gradient de température, créé volontairement à travers l'épaisseur du matériau isolant, par variation de température sur une de ses faces, induit une variation de la permittivité et de l'épaisseur du matériau sous tension.

Cette réaction provoque la dilatation ou la rétraction du matériau de façon inhomogène, induisant un déplacement de charges contenues dans le volume. Un courant est ainsi créé, de manière à rétablir l'équilibre perturbé entre les charges éventuelles présentes dans le volume du matériau et celles induites sur les électrodes. Ce courant est alors capté dans un circuit de mesure extérieur, où le spectre est traité et analysé pour un diagnostic de l'état du matériau [Tou88, Che92]. Ceci nécessite de procéder à des mesures de référence sur des échantillons exempts de charges. La figure I.20 représente le schéma de principe de cette méthode.

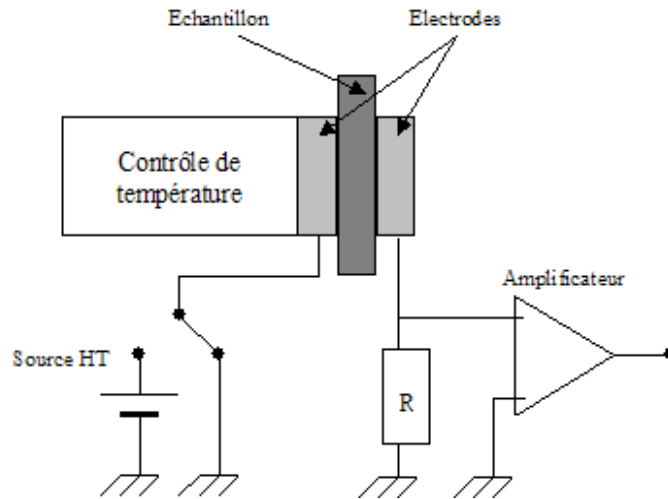


Figure I.20 : Schéma de principe de la méthode thermique de détection du défaut

1.7.3 Méthodes basées sur un principe électroacoustique et électromagnétique

Des méthodes acoustiques liées à la présence de la charge d'espace ou à la production des décharges partielles lors du processus d'évolution des arborescences d'eau ou électrique ont été développées.

La technique de l'impulsion électroacoustique (PEA) est basée sur le déplacement des charges électriques sous l'action d'un champ [Mog80, Tak83]. Lorsqu'un matériau isolant est soumis à une impulsion de tension, les charges situées sur les électrodes et éventuellement en volume sont déplacées, sous l'effet de la loi de Coulomb, dans le sens imposé par leur polarité.

Le déplacement rapide des charges crée, dans le matériau, des ondes acoustiques qui s'y propagent jusqu'à atteindre les électrodes. En contact avec l'une de ces dernières, un capteur piézo-électrique détecte ces signaux acoustiques et les convertit en signaux électriques. Les signaux ainsi obtenus sont fonction de la quantité de charges déplacées et de leur position. La figure I.21 illustre le schéma de principe de cette méthode.

Takada et al [Li 97, Mae88, Li 94b, Liu93] ont utilisé cette méthode (PEA) pour observer la formation de la charge d'espace sous tension alternative (7 kV) à basse fréquence (50, 0,1 et 0,001 Hz) dans les arborescences d'eau, développées dans des échantillons de polyéthylène. Un système à variation de phase est développé pour mesurer la distribution de la charge d'espace et évaluer la longueur et la direction des arborescences.

De même, l'analyse de la distribution et la mesure de l'amplitude des impulsions du spectre de fréquence des ondes sonores, produites par les décharges partielles, sont utilisées pour identifier le type d'arborescence électrique filamenteuse, branche et buisson dans les résines polyester [Fuj83].

Une nouvelle technique mise en œuvre par S. Tenbehlen et al. [Mar08, Ten08, Mar08, Ago05] permet la détection et la localisation des décharges partielles. Elle consiste à mesurer le signal acoustique produit par l'onde de pression ultrasonique et le signal électromagnétique à UHF, induit par les décharges électriques localisées à l'intérieur du volume isolant du système. Ces ondes se propagent à travers le milieu isolant et atteignent l'enveloppe de l'équipement. Des capteurs piézoélectriques montés sur l'enveloppe externe du système convertissent les ondes de pression ultrasoniques en signaux électriques. Basée sur la loi de déplacement de la transformée de Fourier, l'analyse du

temps de retard résultant du signal d'interférence entre deux signaux issus de deux capteurs, permet de détecter et de localiser avec précision la source de D.P. siège du défaut.

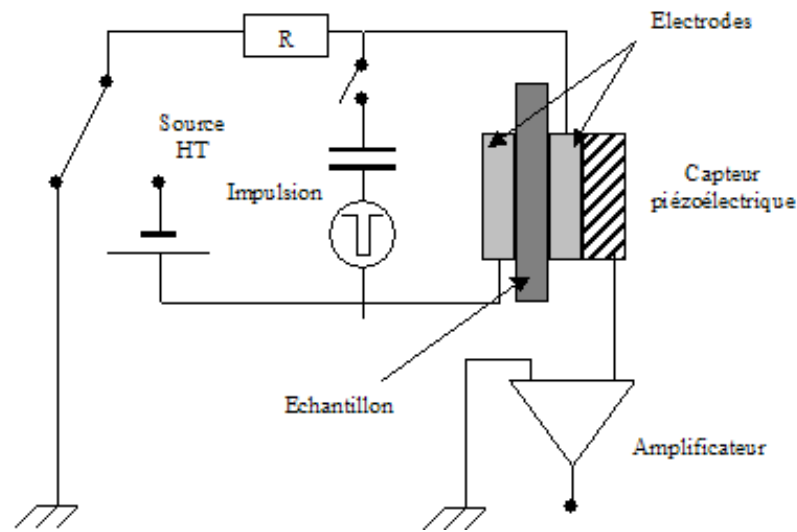


Figure I.21 : Schéma de principe de la méthode PEA

1.7.4 Méthodes basées sur un principe mécanique

Une onde de pression, produite à l'interface métal-isolant, pénètre dans le matériau en provoquant sa compression. Ceci entraîne une variation de la capacité de l'échantillon qui induit un courant dans le circuit de mesure extérieur. Ce courant apparaît à cause des modifications d'influences électrostatiques entre les charges en volume et les charges induites aux électrodes, dû au passage de l'onde de pression. Le courant mesuré est fonction de la quantité de charges déplacées, de leur signe et de leur position.

La technique souvent utilisée pour générer l'impulsion de pression est la LIPP (Laser Induced Pressure Pulse) ou Méthode de l'Impulsion de Pression. Un faisceau d'une brève impulsion laser est dirigé sur l'électrode de masse de l'échantillon. Les électrons du métal sont excités par l'énergie fournie par le laser, ce qui provoque un échauffement et une dilatation thermique locale de l'électrode. Cette déformation induit une onde de pression qui pénètre l'échantillon. Le principe de cette dernière technique est illustré sur la figure I.22.

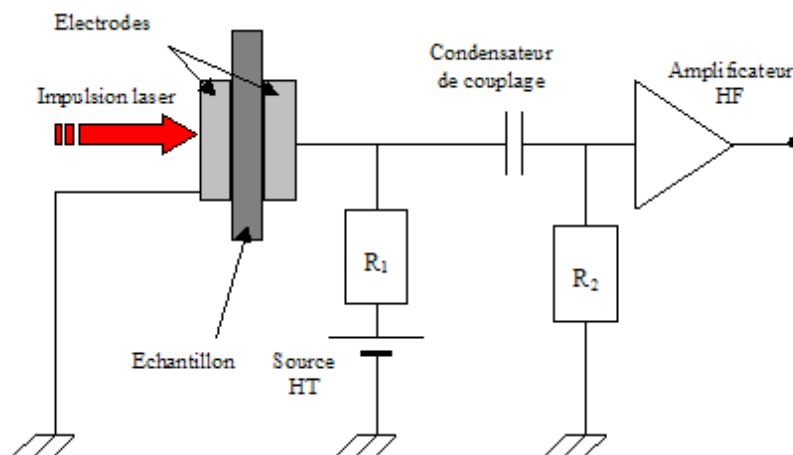


Figure I.22 : Schéma de principe de la méthode LIPP

1.7.5 Méthode basées sur un principe électrique

Des méthodes électriques liées à la production des décharges partielles lors du processus d'évolution des arborescences électriques ont été développées.

Les dispositifs actuels sont à même de mesurer des seuils d'apparition de décharges partielles, lorsqu'une quantité de charge de l'ordre de quelques dixièmes de pico Coulomb est déplacée [Row07]. Des signaux HF (hautes fréquences) que produit la décharge partielle sont détectés électriquement ; ils correspondent à la charge apparente de celle impliquée dans la décharge. Connaissant la quantité de charges déplacées, il est possible d'obtenir la taille d'une vacuole susceptible de développer de telles décharges, en supposant que la quantité de charge détectée provienne d'une seule cavité.

Le circuit conventionnel de détection des impulsions de décharges partielles est représenté par la figure I.23.

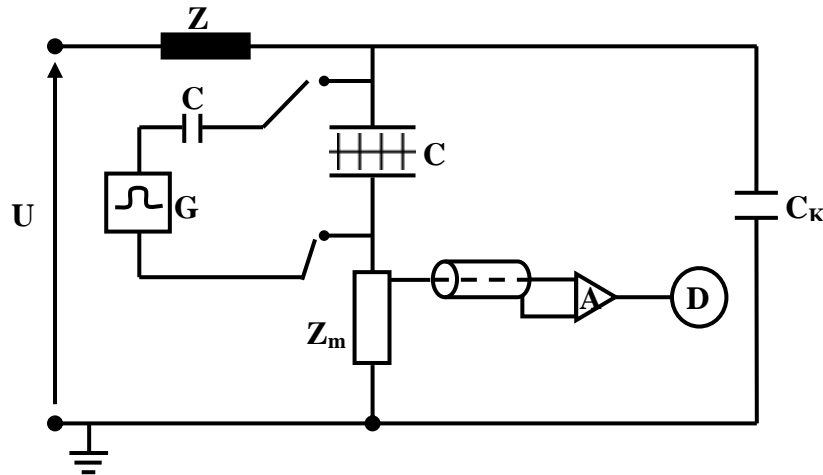


Figure I.23 : Schéma de base du dispositif de mesure des D.P.

Où Z est un filtre chargé d'atténuer les perturbations provenant de l'alimentation, C_a est l'objet d'essai, C_k est un condensateur de liaison dépourvu de décharges partielles, G , C_0 est un calibrateur externe auxiliaire d'amplitude de décharges $g_0 = C_0 \cdot u_g$, Z_m est une impédance de mesure, A est un amplificateur d'impulsion et D est un oscilloscope ou P.C.

Lorsqu'une tension U suffisante est atteinte aux bornes du diélectrique, une décharge disruptive apparaît dans la cavité gazeuse (arborescence). Par suite de la neutralisation des charges sur les parois de la cavité, la tension aux bornes de cette dernière diminue jusqu'à extinction de la décharge. La petite réduction de charge, qui en résulte, produit momentanément une chute de tension aux bornes de l'objet d'essai C_a . La redistribution de charges dans C_a et C_k rétablit l'équilibre des charges après la neutralisation de certaines d'entre-elles sur les parois de la cavité. Ceci augmente le courant impulsionnel s'écoulant dans le condensateur de couplage et l'impédance de mesure. Le signal, proportionnel à la quantité de charge apparente dissipée, est capté par l'impédance de mesure Z_m , puis est transmis via un long câble à un amplificateur A loin de la région HT, avant d'être visualiser sur oscilloscope (ou PC) D .

Bien que cette méthode soit très précise, elle nécessite une alimentation à faible bruit, un calibrage et un environnement sans interférence, car la mesure est très sensible aux perturbations électriques provenant aussi bien du réseau d'alimentation que de l'environnement de l'appareillage. Pour cela, la mesure doit s'effectuer dans des cages blindées munies de filtres d'alimentation Z .

Lors de la décharge, la mesure de la quantité de charge déplacée dans la cavité [Kre93], a laissé observer diverses distributions des DP en fonction de l'angle de phase de la fréquence d'alimentation φ [Oka87, Hik90, Fuh90, Fru92, Bar73, Kel76, Tan78, Sch86, Gul95a], telles que la distribution maximale de la hauteur d'impulsion $H_{qmax}(\varphi)$, la distribution de la hauteur d'impulsion moyenne $H_{qn}(\varphi)$, la distribution des hauteurs d'impulsions de comptage $H_n(\varphi)$, le nombre de décharges par rapport à l'amplitude de décharge $H(q)$, le nombre de décharges par rapport à l'énergie de décharge $H(p)$ [Oka86, Kra92, Hoz92, Gul94, Kre94, Sat95, Huc95, Fuh90, Fru92].

Il a été observé que ces distributions, ainsi que la forme de l'impulsion de décharge individuelle, changent de façon significative au cours du vieillissement de l'isolation [Oka86, Kre94, Hik90, Oka82, Oka85, Fru90, Gee91, Van94]. Ce fait a été utilisé pour évaluer le degré de dégradation de l'isolation [Kre94, Oka82, Fru90, Gee91, Kim92, Maz95, Dej93]. De même, la tension seuil d'apparition des décharges partielles et le nombre des impulsions de courant des D.P sont usuellement enregistrés et analysés.

1.7.6 Méthode Numérique

Les impulsions de courant mesurées par le circuit analogique (méthode électrique) sont d'abord intégrées, puis numérisées (échantillonnées et stockées) par un ordinateur. La valeur maximale de la charge apparente est affichée et enregistrée pendant une séquence de mesure d'environ 500 s et un analyseur traite plusieurs grandeurs dérivées pendant un long temps allant de 100 s à 100 h. L'impulsion de courant est ensuite interpolée par des fonctions mathématiques dont on peut déduire une courbe similaire à celle obtenue par le circuit analogique. Un circuit analogique échantillonneur-bloqueur enregistre les valeurs maximales des impulsions de décharge et génère des impulsions rectangulaires avec une amplitude proportionnelle à la valeur maximale des impulsions de décharges [Aus76, Sch86, Oka86, Gul89, Ped89, Hik90]. Un traitement statistique des valeurs affichées est effectué sur la base de leur distribution et la valeur moyenne de leur intensité sur un cycle de fréquence [Jam88, Gul91a, Gul91b]. Par rapport à l'évaluation classique des DP, cette technique numérique permet de faire un meilleur diagnostic des défauts dans les matériaux HT (arborescence), par une estimation améliorée du degré de nocivité des DP dans l'isolation. Cependant, cette méthode requiert plus de calibrage et une vérification plus poussées des données [Oka85, Gul92, Kim92, Cac93, Kre94, Gul95b].

1.8 Moyens permettant de limiter le phénomène d'arborescence

Plusieurs méthodes visant à ralentir le phénomène d'arborescence ont été proposées. Cependant, certaines mesures préventives (lors de l'extrusion et de la fabrication des isolations) sont nécessaires pour minimiser ou supprimer la formation de ces arborescences, notamment :

- ✓ La réduction des défauts de l'isolant et des interfaces isolant-protection [Lau84, Spu75, Kal82]; c'est pourquoi une préférence est donnée à l'utilisation des écrans semi-conducteurs extrudés offrant des interfaces lisses.
- ✓ La réduction de la teneur en eau et des entrées d'humidité, en ce qui concerne les arborescences d'eau [Kal82], en évitant la présence de l'eau dans le conducteur (en cours de fabrication, de stockage, de transport ou de pose), et en utilisant des gaines externes à propriétés mécaniques améliorées: gaine de polyéthylène (PE) ou gaine plus épaisse en PVC (pour $U = 10$ à 30 kV) ; gaine externe en aluminium composite ou gaine métallique (pour $U > 60$ kV) [Kal82].
- ✓ Aussi, des étanchéités longitudinales et radiales à l'eau dans les zones des écrans, pour éviter la diffusion de l'eau [Ste90, Kal82, Yam90], sont requises.

Plusieurs chercheurs [Spu75, Ebe84, Not73, Wim90, Mor73, Fil92, Kat74, Sau87, Fis87] ont montré que l'utilisation de polymères modifiés (additifs) offre une meilleure résistance au claquage.

- ✓ L'étude faite par Raharimalala [Rah87] a montré que les techniques d'alliages, visant à améliorer les propriétés mécaniques, sont exploitables pour améliorer la résistance des matériaux à la propagation des arborescences (d'eau). L'adjonction d'éthylène-éthyle-acétate (E.E.A), copolymère très élastique, est bien connu pour améliorer la résistance du PEBD à la fissuration. On sait également que le PE linéaire, ajouté en un certain pourcentage dans le PEBD, confère à ce dernier une meilleure résistance mécanique (augmentation de la résistance à la traction, augmentation de l'allongement à la rupture).
- ✓ Z.S. Ma et al. [Ma 10] ont montré que la résistance à l'arborescence d'eau du PEBD peut être considérablement améliorée, à la fois par greffage de VTMS et addition d'EVA. Le Si-OCH greffé est dispersé uniformément dans la matrice du polymère, et son fort contact avec les molécules d'eau empêche l'agrégation de l'eau aux points de champ électrique élevé. L'EVA ajouté absorbe les molécules d'eau et empêche les sédiments à des points de champ électrique élevé, ce qui amène à éliminer les molécules d'eau du matériau. Ces deux mécanismes agissent en synergie pour améliorer la résistance du polyéthylène à l'arborescence d'eau.
- ✓ La résistance à la croissance de l'arborescence électrique a été améliorée dans les isolants résineux (résine époxy) par l'ajout de fibres de polyamide aromatique, qui y sont coulés sous tension. Ainsi, apparaissent dans le matériau composite, des régions de compression adjacentes aux fibres, à travers lesquelles l'arborescence électrique doit passer, qui inhibe significativement la croissance de cette dernière et diminue son taux de croissance jusqu'à un facteur de quatre. En d'autres termes, la contrainte de traction accélère la croissance des arborescences, tandis que la contrainte de compression les retarde [Cha92, Zel84, Fot91, Auc91, Auc92]. De plus, un post-durcissement de ce système à 100 °C augmente la température de transition vitreuse TTV de façon significative à 113 °C ($VTT = 65$ °C pour un traitement à température ambiante) et permet l'utilisation du

matériau précontraint à des températures supérieures à 80 °C (au lieu de 40 °C à température ambiante), sans perte de tension rémanente [Var00].

Les charges organiques et non-organiques ont également fait leurs preuves dans l'amélioration de la résistance à l'arborescence des matériaux polymères.

- ✓ L'ajout de 20 % en masse d'oxyde de Zinc (additif inorganique) peut faire reculer de deux décades le moment d'apparition d'une arborescence [Ebe84]. L'amélioration de la tenue à long terme de l'isolation, par la charge non-organique, a été reliée à l'augmentation de la proportion de la phase cristalline due à l'additif [Ebe84]. Une amélioration analogue a été obtenue avec des charges telles que l'oxyde de Titane (TiO₂) et le Kaolin [Ebe84].
- ✓ En plus de cela, la présence de produits de réticulation (acétophénone) [Fou76, Ash77, Pat78] ou de stabilisateur de tension (additifs organiques : 1 % d'anthracène, semi-conducteur organique : PHR, ou l'addition de 0,76 % en poids de N-octylcarbazole) est capable de supprimer les arborescences dans le matériau, en augmentant significativement la résistance de ce dernier à l'arborescence [Ebe84, Nit74, Mey83, Eng09]
- ✓ Il a été observé [Wag77] que dans le polyéthylène réticulé XLPE, contenant une quantité suffisante de produits de décomposition de peroxyde, de cumylalcohol et d'acétophénone, les arborescences électriques deviennent invisibles dans le temps, en raison du remplissage du canal d'arborescence par ces produits, ce qui conduit à l'extinction des décharges. Une augmentation de la tension d'initiation a été observée simultanément. Des additifs, ayant des propriétés conductrices, augmentent la conductivité de la paroi du canal et les ions métalliques libérés par l'irradiation de décharge sont piégés dans l'additif.
- ✓ De la même façon, S. Rasikawan et al. [Ras92] sont arrivés à supprimer l'initiation de la région détériorée, précurseur de l'initiation de l'arborescence électrique, et à augmenter la tension (alternative) d'initiation de cette dernière sur des échantillons de LDPE en utilisant un mélange de différents additifs: peroxyde de dicumyle, le Santonox (4,4 thiobis 3methyl-6-t-Buthyl phénone) et la benzophénone (diphényl-méthanone); en absence d'additifs, les radicaux libres générés dans la région de champ élevé par les porteurs de charge injectés de l'électrode, réagissent avec l'oxygène pour produire la scission de chaîne des molécules de PE. Les additifs stabilisent les radicaux libres contre la réaction avec les molécules d'oxygène. Cet effet est fonction de la concentration en oxygène absorbé dans le PE. Cependant, ces additifs ont peu d'effet sur la résistance à l'arborescence du PE sous impulsion de tension positive, mais diminue sous impulsion de tension négative. L'élimination ou le gel de l'oxygène absorbé dans le polyéthylène supprime l'initiation de l'arborescence [Shi85 Shi79, Shi87, Uch91].
- ✓ H. Kato et al [Kat74] sont arrivés à supprimer l'initiation des arborescences d'eau dans les limites des aiguilles sur des échantillons de XLPE à 1.2 kHz, en utilisant un mélange de différents additifs: ferrocène, siloxane oligomère et 8-hydroxyquinole. La résistance à l'initiation observée a été attribuée [Kat74, Sau87, Fis87] à la combinaison de la migration de ces additifs aux irrégularités et à la désactivation des électrons et des ions métalliques à travers les pièges.

Avec le développement de la nano technologie, les polymères nano-composites ont attiré beaucoup d'attention, car ils présentent des propriétés améliorées par rapport aux polymères purs ou les polymères micro-composites par l'ajout de quelques nano charges [Tan04, Tan05, Fus10, Zou06].

- ✓ Il a été constaté que des nano charges d'alumine sont efficaces pour supprimer à la fois l'initiation de l'arborescence, ainsi que sa propagation [Tan06]. Cet effet amélioré par l'augmentation de la température qui rend efficace la diffusion de la charge et qui conduit à une plus grande résistance à la rupture du diélectrique [Tou07].
- ✓ Il a également été rapporté que les nano composites époxy / silice (ajout d'une petite quantité (1 % en poids) de nano particules de silice dans une résine époxy) présentent une plus longue durée de vie de l'arborescence par rapport à l'époxy pur [Ala08, Ima06, Kur07]. Des conclusions similaires furent tirées par L. Hui et al [Hui09] de leurs travaux menés sur l'évolution des arborescences d'eau dans les nano composites polyéthylène réticulé/silice (avec 5 % en poids et 12,5 % en poids de silice). Les nano composites ont une plus grande résistance à la croissance de l'arborescence d'eau et cette tendance devient claire avec une plus grande charge.
- ✓ De même, l'addition de particules de ZnO dans une résine époxy améliore la résistance à la croissance de l'arborescence électrique et augmente le temps de rupture [Din04]

Ces conclusions sont expliquées par leurs auteurs comme suit : L'addition de la nano charge augmente la barrière de potentiel à l'interface électrode haute tension/polymère composite, ce qui réduit l'injection d'électrons de manière à prolonger la période d'incubation de l'arborescence en augmentant l'intensité du champ électrique nécessaire à son initiation [Ala08].

R.C. Smith et al [Smi07], J.K. Nelson et al [Nel07] et S. Raetzke et al [Rae09] remettent cette amélioration du matériau à la suppression de la fatigue, par interaction des électrons injectés avec des nano particules et à la formation des interfaces entre les nano particules et la matrice de polymère, qui constituent des zones de diffusion de l'énergie la plus élevée. Ceci a pour conséquence d'empêcher le développement de la dégradation.

D'autres auteurs tels que J.H. Lee et al [Lee98], M.T. Shaw et al [Sha84] et A. Samee et al [Sam09] expliquent que l'ajout d'une charge, uniformément répartie dans un matériau, constitue une barrière produisant une contrainte de compression qui entraîne le ralentissement de la croissance de l'arborescence, de plus une charge non-linéaire (ZnO ou SiC) empêche l'accumulation locale de charge, ce qui conduit à une nette diminution de l'activité des arborescences dans les isolants non-linéaires. La combinaison de ces deux effets produit un arrêt total de toute activité des arborescences, ce qui augmente la durée de vie du matériau.

Les excellentes propriétés des gaz électronégatifs n'ont pas manqué à être impliqués au grand souci que représente l'arborescence.

- ✓ L'imprégnation du matériau par le gaz SF₆ et l'élimination de l'oxygène réduit l'initiation et la croissance de l'arborescence [Xie91], ce qui est expliqué par le remplissage des cavités par le SF₆ et la diminution des effets de surface.
- ✓ M. Hanai et al [Mor73, Koj73] et H. K. Xie et al [Xie91] ont amélioré les tensions alternatives d'initiation des arborescences et de claquage du PE par imprégnation de celui-ci dans certains gaz électronégatifs tels que le SF₆ et le Fréon C318;
- ✓ De même, Raharimalala [Rah87] a montré qu'un traitement de recuit sous atmosphère neutre ainsi que l'augmentation de la masse moléculaire ont pour effet d'améliorer la résistance du matériau à la fissuration, donc de ralentir la propagation des arborescences [Rah87, Spu75].

D'autres techniques plus récentes sont utilisées et les résultats sont plus satisfaisants.

- ✓ Y. Sekii et al. [Sek00] ont montré que des échantillons de XLPE, contenant des tensioactifs lipophiles, ayant une valeur de HLB inférieure à 6,5, manifestent une suppression significative de l'arborescence d'eau. Il est supposé que les molécules de tensioactifs, dans les matériaux polymères (LDPE et XLPE), peuvent former des micelles et accepter l'excès d'humidité (molécules d'eau) pénétrant dans le matériau hydrophobe, sous contrainte de tension. Ceci a pour conséquence d'arrêter les augmentations de pression interne dans les microcavités, ce qui entraîne la suppression de la production d'arborescences d'eau.
- ✓ Dans leur étude sur l'irradiation des matériaux diélectriques, Black et al. [Bla65] ont montré que l'incorporation de capteurs de radicaux ou d'agents de transfert d'énergie, permet la protection des diélectriques contre l'irradiation ; ils ont souligné que les deux anneaux de naphthalènes semblent être les plus efficaces.
- ✓ Pour traiter les arborescences d'eau déjà existantes dans le câble, un fluide de silicone a été appliqué à ce dernier, dans le but de le rajeunir. Ce traitement réduit l'initiation des arborescences d'eau en nœud papillon d'un facteur 25, et d'un facteur 100 pour ce qui est des arborescences d'eau ouvertes, dans le cas des échantillons traités avant vieillissement. Dans le cas des échantillons traités à mi-parcours du test de vieillissement, les densités des deux types d'arborescences d'eau, en nœud papillon et ouverte, sont réduites d'un ordre de grandeur par rapport à la densité présente au moment du traitement. Le fluide de silicone se diffuse rapidement dans l'isolation du câble, remplit les volumes libres à l'intérieur de l'isolation et empêche l'accès à l'eau aux régions électro-oxydées. Ceci réduit le taux de diffusion de l'humidité à travers l'isolant, et par là même, empêche l'initiation de l'arborescence d'eau et sa croissance.
- ✓ L'utilisation des écrans semi-conducteurs à base de carbone pure et extrudé sur l'isolant polymère, agit comme une barrière qui tend à réduire la propagation de l'arborescence d'eau dans l'isolation du câble [Qur04]. Lorsque des matériaux de piégeage d'ions sont mélangés dans la matrice de base des écrans semi-conducteurs, qui doit être maintenus complètement exempt d'impuretés, la croissance de l'arborescence d'eau, dans l'isolant polymérique, peut être contrôlée de manière très efficace.

1.9 Conclusion

Cette étude bibliographique a permis de faire le point sur l'un des problèmes majeurs pouvant affecter les câbles à isolation synthétiques qui est celui des arborescences électrique et électrochimique.

La présence de l'arborescence dans l'isolation du câble, représente une menace technique et économique pour le système électrique et son exploitation; les phénomènes électrique, mécanique, thermique et chimique qu'elle engendre, affaiblissent les performances diélectriques de l'isolation du câble et raccourcissent la durée de vie de ce dernier.

Pendant longtemps, l'arborescence représentait une vraie menace pour le câble, car dès le moment où celle-ci y apparaissait, le claquage devenait inéluctable. Plusieurs solutions/remèdes ont été apportés pour pallier à ce problème et l'avènement des nanotechnologies ouvre une nouvelle porte aux polymères nano composites qui semblent être une future solution à ce fléau.

Toujours est-il, l'arborescence reste un phénomène qu'on se doit de supprimer/éviter, puisqu'elle touche à la pérennité des câbles de transport de l'énergie électrique haute tension.

1.10. Position du sujet (Problématique)

Le sujet que nous nous proposons d'aborder est en relation directe avec l'étude et la compréhension des phénomènes de vieillissement électrique du polymère Ethylène Propylène Diène Monomère (EPDM) fabriqué par la câblerie de Gué de Constantine d'Alger et utilisé pour l'isolation des câbles moyenne et haute tension de transport de l'énergie électrique et plus particulièrement du réseau algérien.

Dans ce contexte, nos travaux visent à mieux comprendre le phénomène d'arborescence électrique afin de pouvoir le maîtriser et d'assurer une meilleure fiabilité des systèmes électriques. Pour cela, nous mettrons en exergue deux types de comportements du matériau, électrique et chimique, que nous analyserons en vue d'identifier le ou les mécanismes qui gouvernent le processus de dégradation par arborescence électrique de l'EPDM. Nous tenterons également de voir comment les mesures réalisées pourront être utilisées pour effectuer un diagnostic sur les câbles isolés à l'EPDM.

Dans une première étape, nous étudierons les propriétés physiques et chimiques de l'EPDM, afin de connaître ses limites en termes de contraintes de service appliquées, en suivant l'évolution dans le temps de ces propriétés, sous différentes contraintes de champ électrique appliqué. Nous examinerons ensuite le comportement physico- chimique de ce matériau après lui avoir fait subir un traitement thermique à différentes températures et déterminerons la température de traitement pour laquelle le matériau aurait un rendement optimal.

Pour contrôler le phénomène d'arborescence, nous procéderons à la mesure des décharges partielles (DPs) qui constitue l'un des outils de diagnostic, non destructif et sensible, pour l'évaluation du système d'isolation. L'intensité des décharges partielles produites dans les canaux d'arborescences électriques sera mesurée par la technique de mesure électrique des DPs. Un dispositif expérimental adapté est mis en œuvre à cette fin ; celui-ci utilise la cellule de mesure des DPs MSTE3 existant au laboratoire de haute tension de l'université A. Mira de Béjaïa. Cette mesure permettra de détecter et de suivre l'évolution dans le temps de l'arborescence électrique dans l'EPDM. Un microscope électronique à balayage (MEB) sera utilisé pour identifier les formes des arborescences électriques et mesurer leurs longueurs. Les résultats des observations et des mesures optiques seront corrélés à l'intensité des décharges partielles produites dans les canaux d'arborescences.

Pour ce faire, nous soumettrons nos éprouvettes, conçues dans une géométrie d'électrodes pointe-plan, à différents niveaux de tension alternative et analyserons l'influence du temps d'application de la tension et de la géométrie des électrodes (distance inter électrodes et rayon de courbure de l'électrode active pointe) sur les caractéristiques de l'arborescence (longueur d'arborescence, intensité des DPs, tension seuil d'apparition des DP, facteur de perte et capacité du matériau). Les pertes diélectriques et la capacité du matériau seront déterminées au moyen du pont de Schering.

Il s'agira ensuite de suivre le comportement à l'échelle moléculaire de ce polymère, par une série d'analyses chimiques (MEB, FTIR, ATG/ATD et DRX), afin de le caractériser et de voir l'effet de la dégradation électrique sur la micro structure de ce matériau.

Ces analyses permettront de faire des observations comparatives sur la morphologie de l'EPDM et en particulier sur l'évolution des arborescences électriques (paramètre caractéristique du degré de dégradation du matériau), suite à l'application de la contrainte électrique. Cette étude vise à trouver une éventuelle corrélation entre le comportement électrique et chimique de l'EPDM et de relier la variation des grandeurs électriques et physiques aux modifications morphologiques de ce matériau. L'existence d'une telle corrélation permettra de prédire l'évolution de l'arborescence à tout instant, connaissant l'une des grandeurs électriques mesurée, permettant ainsi de disposer d'un outil d'appréciation de l'état de l'isolation.

CHAPITRE II

MATERIAUX ET DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX POUR LA CARACTERISATION PHYSIQUE

Dans ce chapitre, nous donnons brièvement la définition et la classification des polymères afin de mieux comprendre la chimie des macromolécules et les différences de comportement en fonction de leurs structures spatiales.

Nous consacrerons le reste du chapitre à la présentation détaillée du matériau EPDM, objet de notre étude, et aux dispositifs utilisés pour la caractérisation physique de ce matériau.

II.1 Introduction

Bien qu'il soit largement utilisé dans l'isolation des câbles de transport de l'énergie électrique en haute tension, l'EPDM (éthylène-propylène-diène-monomère) n'a pas eu la place qu'il mérite dans le domaine de la recherche scientifique. Car contrairement à d'autres isolants polymères (PE, XLPE, PP ...) et papier imprégné d'huile, qui ont été l'objet de recherches intenses, peu de travaux lui sont dévoués [Sjo09, Pra07, Sor07, Vla97, Dav03, Bla98, Ass01, Sun04, Sal04, Lam05].

Largement utilisé pour son caractère hydrophobe, qui constitue une protection contre les agressions naturelles, surtout atmosphériques, l'EPDM est aussi exploité pour ses bonnes propriétés électriques, ce qui lui a valu une grande place dans l'isolation intérieure qu'extérieure.

Pour une meilleure exploitation de ce matériau, diverses techniques expérimentales sont utilisées pour trouver les conditions de performances optimales, par des mesures de courant de fuite, de la quantité de décharges partielles et la spectroscopie diélectrique [Sor07, Sun06].

Dans l'essentiel de ce qui suit, seront présentés, le matériau EPDM et les différentes techniques de mesures utilisées pour sa caractérisation physique.

II.2 Les polymères

On appelle polymère, ou macromolécule, une grande molécule constituée d'unités fondamentales appelées monomères, reliées par des liaisons covalentes, type forces de Van der Waals. Les molécules de polymères sont de longues chaînes carbonées appelées squelette du polymère. Leur nombre d'atomes constitutifs est le plus souvent supérieur à 1000 ; leurs masses molaires varient généralement de 10^4 à 10^7 g/mol et la longueur de la chaîne peut atteindre $10 \mu\text{m}$ (figure II.1).

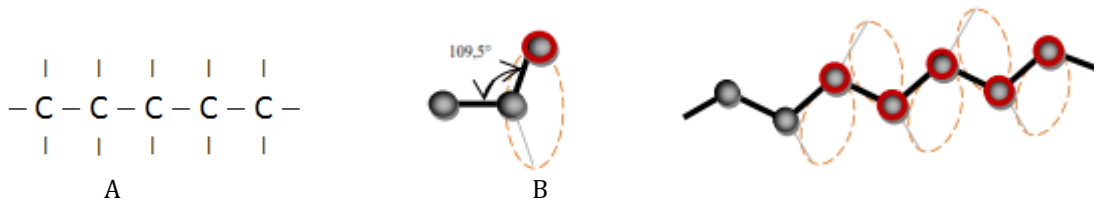


Figure II.1 : A : représentation bidimensionnelle la plus simple d'une chaîne polymère
B : représente en trois dimensions la chaîne moléculaire du polyéthylène (PE)

On parlera d'homopolymère ou de copolymère, selon que celui-ci soit constitué de motifs monomères tous identiques ou non, respectivement [Det97]. Les polymères peuvent être d'origine naturelle (animale ou végétale) tels que les caoutchoucs, les polysaccharides, le glycogène, l'ADN, les protéines... ou d'origine synthétique tels que le polyéthylène, le polypropylène, le polystyrène, le PVC, l'EPDM, les polyesters, les polycarbonates, les polysiloxanes, les polyimides [Det97, Per95].

II.2.1 La polymérisation

L'opération de polymérisation, qui permet la synthèse du polymère, est une réaction qui peut s'effectuer par étape (par addition ou condensation), ou en chaîne qui se produit avec des monomères insaturés. Cette dernière est amorcée par des centres actifs (radical, ion, liaison métal carbone, liaison métal-oxygène), selon la réaction suivante [Det97, Per95]:



Le polymère obtenu présente un degré de polymérisation $n+1$.

II.2.2 Degré de polymérisation et masse moléculaire

Après une réaction, toutes les macromolécules n'ont pas la même masse moléculaire M , ni le même degré de polymérisation X [Det97, Per95].

Le degré de polymérisation est le nombre total de monomères contenus dans une macromolécule. Lorsque ce degré de polymérisation est inférieur à 30, on parle d'oligomère et lorsqu'il est supérieur à 30, c'est un polymère.

La masse moléculaire M d'un matériau polymère est calculée, soit par l'équation (II.1) qui détermine la masse moléculaire moyenne de toutes les macromolécules présentes dans le matériau (M_w), ou par l'équation (II.2) qui détermine la masse moléculaire majoritaire dans le mélange (M_n).

$$M_w = \frac{\sum N_i M_i^2}{\sum N_i M_i} \quad (\text{II.1})$$

et

$$M_n = \frac{\sum N_i M_i}{\sum N_i} \quad (\text{II.2})$$

Avec N_i est le nombre de macromolécules de masse moléculaire M_i .

II.2.3 Structures et propriétés des polymères

Les polymères peuvent présenter des architectures extrêmement variables. Ils peuvent être linéaires, ramifiés ou réticulés. Le plus souvent, ils sont amorphes et peuvent être parfois, au moins partiellement, cristallisés [Det97, Per95, Fon94].

- **Les polymères linéaires :** Ceux-ci sont constitués de grandes chaînes de monomères reliés entre eux par des liaisons covalentes. La figure (II.2.A) donne différents exemples de polymères linéaires.
- **Les polymères ramifiés :** Des chaînes homopolymériques ou copolymériques peuvent se greffer sur d'autres chaînes principales, au cours de la polymérisation (figure II.2.B).
- **Les polymères réticulés :** La réticulation correspond à la formation de liaisons chimiques suivant les différentes directions de l'espace au cours d'une polymérisation, d'une polycondensation ou d'une polyaddition, et qui conduit à la formation d'un réseau tridimensionnel (figure II.2.C).
- **Les polymères amorphes :** Les chaînes macromoléculaires peuvent être organisées de façon aléatoire dans l'espace et constituer ainsi une phase amorphe. La phase amorphe est sans ordre moléculaire à grande distance. Il existe néanmoins des orientations macromoléculaires préférentielles.
- **Les polymères cristallisés :** Les chaînes macromoléculaires peuvent être rangées régulièrement avec la constitution d'un ordre responsable d'une propriété caractéristique de l'état cristallin : l'aptitude du matériau à diffracter les rayons X selon des angles définis. Ces structures peuvent aussi être objectivables en lumière polarisée.

Dans un polymère, les deux états ordonnés et désordonnés peuvent exister dans un même matériau, qui est alors de nature semi-cristalline (figure II.2.D).

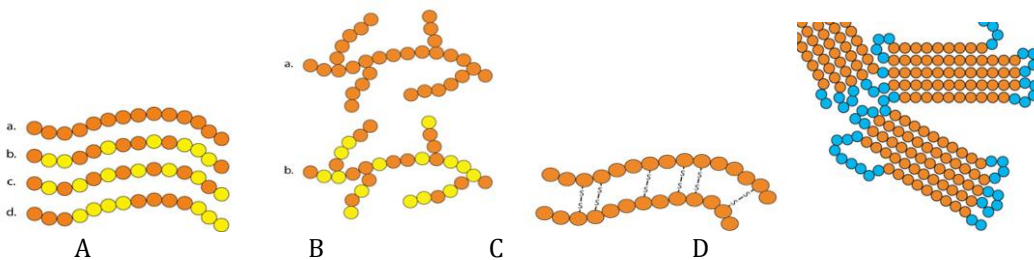


Figure II.2 : A: Polymères linéaires - a. Homopolymère, b. Copolymère statistique, c. Copolymère alterné, d. Copolymère séquencé, B : a. Homopolymère ramifié et b. Copolymère ramifié, C : Polymère réticulé avec ponts disulfure reliant deux chaînes, D : Polymère semi-cristallisé

II.2.4 Les différents types de polymères

En fonction de leurs propriétés, les polymères sont divisés en trois types : Les polymères thermoplastiques (qui peuvent être partiellement cristallisés), les polymères thermodurcissables et les élastomères [Det97, Per95, Fon94, Ash91].

➤ **Les thermoplastiques** sont constitués de chaînes linéaires ou ramifiées à liaisons covalentes. Ces chaînes sont liées entre elles par des liaisons faibles de type Van der Waals et hydrogène. Les thermoplastiques peuvent être dissous dans certains solvants et se ramollissent à la chaleur d'où le terme «thermoplastique». C'est le cas du PE et PVC.

➤ **Les thermodurcissables** sont constitués de chaînes linéaires réticulées entre elles. Les chaînes sont liées dans l'espace par des liaisons fortes de type covalent. Nous sommes donc en présence d'un réseau tridimensionnel insoluble et infusible. Parmi ces matériaux les résines époxydes.

➤ **Les élastomères** sont des polymères de haute masse moléculaire et à chaînes linéaires faiblement réticulées (1% des monomères sont pontés). L'EPDM en est un exemple.

Les thermoplastiques, comme les thermodurcissables et les élastomères, présentent des comportements différents, en fonction de la température ; Ils sont vitreux (cassant) à $T < T_g$ (T_g étant la température de transition vitreuse) ou caoutchouteux à $T_g < T < T_f$ (T_f la température de fusion). Cependant à $T_f < T$ (T_f voisine de $1,4 T_g$) les thermoplastiques sont visqueux, alors que les thermodurcissables ne fondent pas en raison de la présence des liaisons fortes entre molécules. Il n'y a pas d'écoulement visqueux, seulement décomposition à plus haute température. Les élastomères, quant à eux, deviennent rigides et trop fragiles par réticulation.

Les polymères présentent des caractéristiques mécaniques propres. Ils présentent un comportement vitreux lorsqu'ils sont amorphes, des caractéristiques de fibres lorsqu'ils sont cristallisés, mais également un comportement viscoélastique. Ces différents états dépendent principalement de la nature chimique du polymère et de la température. La nature chimique des macromolécules est liée à leur origine qu'elle soit naturelle ou synthétique. Leur structure, leur masse moléculaire, leur caractère linéaire ramifié ou non, réticulé ou non, déterminent fortement leurs propriétés physico-chimiques [Det97].

1.2.5 Les différentes classes de polymères

Les polymères sont répartis en deux classes : Les polymères polaires et les polymères apolaires [Kau01, Dub84].

➤ **Les polymères polaires** : Ce sont des composés de molécules possédant des atomes électronégatifs tels que le fluor, l'oxygène, l'azote, le chlore, qui forment des dipôles à distribution asymétrique. Ils sont caractérisés par des valeurs élevées de pertes diélectriques (10^{-2} à 10) et dont la constante diélectrique (2 à 10) dépend de la fréquence et de la température. Exemple du PVC et du PMMA.

➤ **Les polymères apolaires** : Ce sont de bons isolants caractérisés par des faibles valeurs de pertes diélectriques (10^{-4} à 10^{-3}) et dont la constante diélectrique (2,5 à 3) est indépendante de la fréquence. C'est le cas du PP, du PE et de l'EPDM.

11.2.6 Comportement des polymères semi-cristallin sous champ électrique

Un polymère semi-cristallin est constitué de petites régions cristallines appelées "cristallites" ou "micelles" dotés d'un arrangement ordonné, et encastrées dans une matrice amorphe composée de molécules à arrangement désordonné. Les cristaux sont de minces plaquettes, à couches multiples, de forme régulière, d'une épaisseur de 10 à 20 nm environ et d'une longueur de quelque 10 μm . Leurs chaînes moléculaires se replient sur elles-mêmes en formant des plis à la surface.

Lors de la cristallisation des polymères, des agrégats de cristallites de chaînes pliées se forment, constituant ce qu'on appelle "les sphérolites". Ces derniers ont une structure ordonnée constituée de cristaux lamellaires, séparés par une zone amorphe où existent des molécules de liaison assurant un lien entre des lamelles adjacentes. L'ensemble ressemble à un ruban d'une épaisseur d'environ 10 nm, qui rayonne du centre vers l'extérieur. Lorsque la cristallisation d'une structure sphérolitique s'achève, les extrémités des sphérolites adjacents commencent à empiéter les unes sur les autres et à former des frontières irrégulières permettant la présence de zones amorphes (Figure II.3).

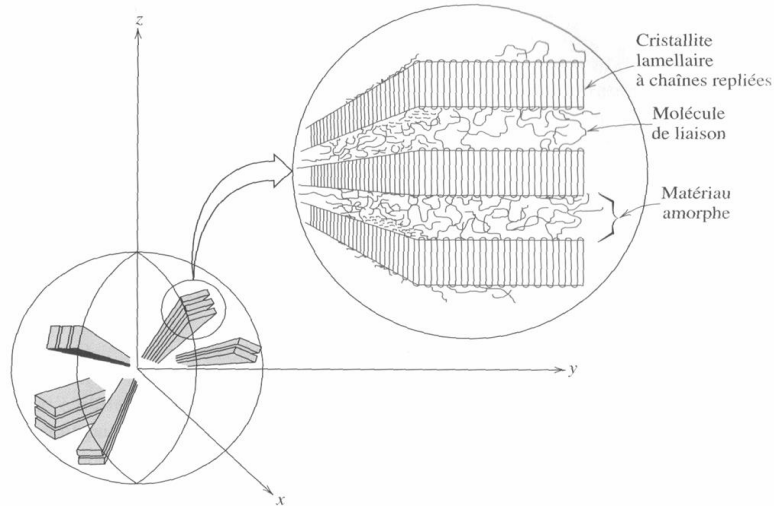


Figure II.3 : Modèle des chaînes repliées

Ces extrémités de sphérolites sont des sièges de localisation des impuretés et des sites de formation de cavités microscopiques [JON05, Muc78], ce qui rend ces zones faibles et moins résistantes à l'application du champ électrique, comparativement aux zones totalement cristallines ou totalement amorphes.

Sous champ électrique, le processus de dégradation de l'isolant est plus accentué lorsque la force de type électromécanique induite agit dans une orientation perpendiculaire aux chaînes formant les cristallites de la structure sphérolitique (exemple de la zone AA de la figure II.4). Dans d'autres zones telles que BB, les chaînes sont peu ou pas affectées, du fait que la composante perpendiculaire du champ par rapport aux chaînes est faible ou nulle [Lah09, Jon05].

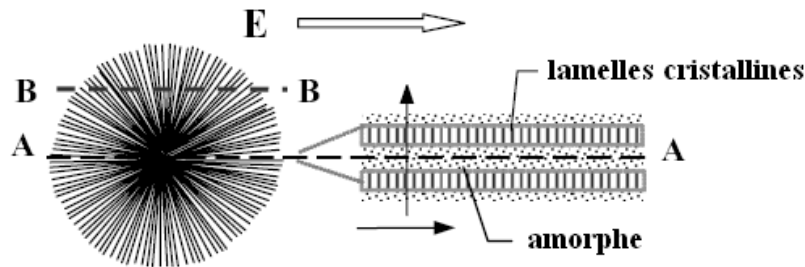
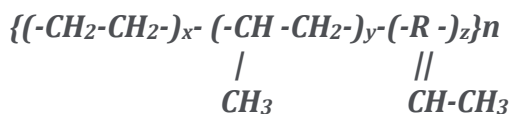


Figure II.4 : Effet de l'orientation de la contrainte générée par le champ électrique E par rapport aux chaînes des cristallites dans un sphérolite : AA zone fortement affectée et BB peu affectée [Lah09, Jon 05]

II.3 Choix du matériau EPDM

L'Éthylène Propylène Diène Monomère, de son nom abrégé "EPDM", et un copolymère de la famille des élastomères. C'est un terpolymère composé d'éthylène, de propylène et de diène non conjugué, d'aspect semi-cristallin, dont le degré de cristallinité est principalement commandé par le rapport entre l'éthylène et le propylène [War90, Flo93, Kia85]. Le diène non conjugué, qui peut être du norbornène ou du 1,4-hexadiène, est présent en faible quantité (2 à 10 % de la masse du mélange) ; sa nature et sa teneur déterminent la vitesse de vulcanisation du caoutchouc EPDM. Les caractéristiques de mise en œuvre de ce dernier sont fonction de sa masse et sa structure moléculaire qui dépendent du type de diène non conjugué considéré [Dub84, Smi08et Kat08]. La figure (II.5 a et b) représente la structure générale de l'EPDM en considérant le diène comme étant l'Ethylidène Norbornène et le 1,4 hexadiène respectivement.



Soit :

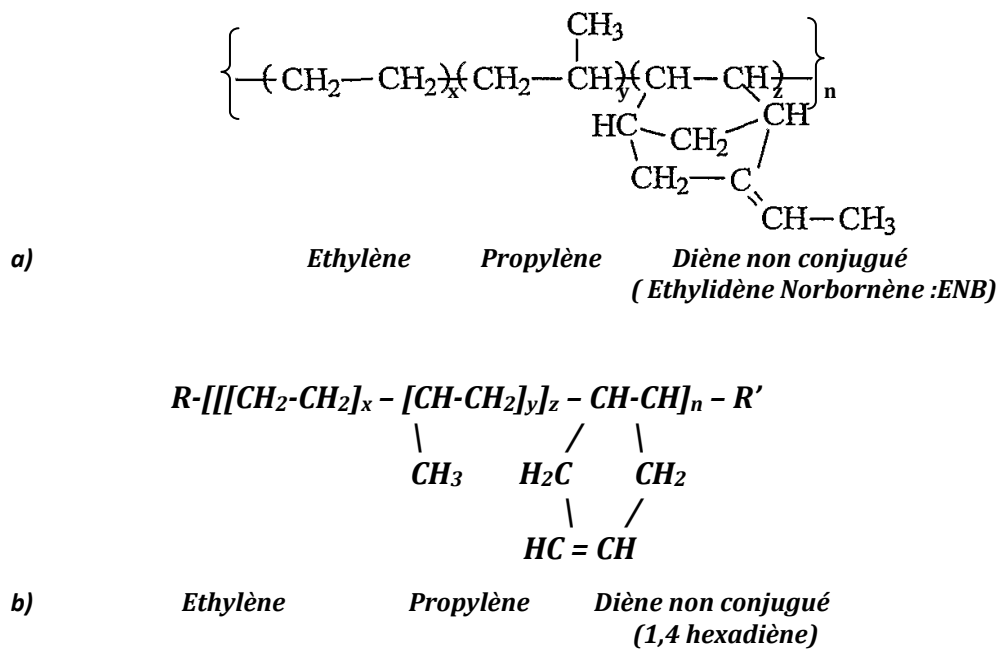


Figure II.5 : Structure générale de l'EPDM en considérant le diène comme étant : (a) l'Ethylidène Norbornène et (b) le 1,4 hexadiène

Parce qu'il contient un nombre restreint de doubles liaisons et présente une structure dépourvue totalement d'insaturation dans sa chaîne principale, l'EPDM jouit d'une bonne résistance au vieillissement, à la chaleur, aux intempéries, à l'ozone, à l'eau, à l'attaque de l'oxygène, et beaucoup d'autres produits chimiques tels que les alcools. Il possède de bonnes propriétés mécaniques et une imperméabilité aux gaz, plus grande que les autres élastomères [Sut06a, Sut06b, Pon80]. Ceci lui a valu une entrée spectaculaire dans le monde industriel et commercial qui remonte au début des années 1960 [Snc08]. Depuis, ce caoutchouc synthétique fait partie des matériaux les plus utilisés, en raison de ses bonnes caractéristiques électriques, thermiques et mécaniques, et qui continuent à être perfectionnées, vu la demande et les exigences du marché.

Aujourd'hui, l'EPDM trouve sa place dans le domaine de l'automobile, de l'isolation électrique, des matériaux de construction, des machines, de l'électroménager et autres applications [Ste08]. Les principaux producteurs et fournisseurs d'EPDM sont Bayer Polymers, Crompton Corp., Exxon-Mobil Chemical Co., DSM Elastomers, Dupont Dow Elastomers, Herdillia, JSR, Kumho Polychem, Mitsui Chemicals, Polimeri Europa, et Sumitomo Chemical Co.

Cependant, l'EPDM trouve ses limites dans le domaine de l'isolation électrique des câbles moyenne et haute tension, à cause de ces mêmes qualités énumérées ci-dessus, puisque la prépondérance des liaisons C-C par rapport aux liaisons C-S ou S-S formées suite à l'opération de vulcanisation, et le nombre très restreint de liaisons doubles C=C, en comparaison avec les autres élastomères, rendent sa dégradation très probable. De plus, son recyclage est très difficile à réaliser, car sa bonne stabilité thermique impose des conditions de travail suffisamment énergiques pour pouvoir réaliser la dévulcanisation, ce qui nécessite l'utilisation de températures supérieures à 200 °C et l'ajout des agents de dévulcanisation [Sut06a, Sut06b].

L'arborescence est l'une des principales raisons de la dégradation à long terme des matériaux polymères, utilisé dans les applications à courant alternatif en haute tension. Le choix du matériau EPDM pour notre étude est motivé avant tout par le souci de mieux comprendre ce phénomène de dégradation qui touche l'isolation à l'EPDM des câbles moyenne et haute tension.

L'intérêt porté à ce matériau est aussi justifié par la couverture de plus de 30 % du réseau électrique algérien par les câbles isolés à l'EPDM, fabriqués par la câblerie de Gué de Constantine d'Alger. Il y a lieu également de redonner à ce matériau la place qu'il mérite dans le domaine de la recherche scientifique, car contrairement à d'autres isolants polymères (PE, XLPE, PP ...) et papier imprégné d'huile qui ont fait l'objet de recherches intenses, seuls peu de travaux ont été dédiés à l'EPDM [Sjo09, Pra07, Sor07, Vla97, Dav03, Bla98, Ass01, Sun04, Sal04, Lam05].

II.3.1 Formulation de l'EPDM

Le mélange "pure gomme" du terpolymère de base, a des propriétés physiques médiocres. Afin d'améliorer ses qualités, on lui ajoute des charges renforçantes, des plastifiants et des agents de vulcanisation. Les différents ingrédients rentrant dans la formulation du mélange sont [War90, Flo93, Kia85, Vah06, Win68, Hou90, Bed82]:

- Les noirs Furnace [Bed82], le silicate d'Alumine Anhydre ou l'Alumine-Trihydraté (ATH) [War90 Flo93, Kia85], le Carbonate de Calcium ou le silicate de calcium utilisés comme charges, afin d'améliorer les propriétés électriques et mécaniques, dont la résistance à la rupture, au déchirement et à la déformation rémanente par compression [Bed82, Ham98, You95]. Le choix du type de charge module le prix de revient du produit.
- L'huile de pétrole est une huile minérale paraffinique, utilisée comme plastifiant afin d'améliorer la résistance mécanique aux basses températures et la stabilité aux températures élevées, en plus de faciliter la mise en œuvre des mélanges et de donner une meilleure souplesse au produit [Pon80, Hou90].
- Le soufre ou le Peroxyde 1-3 bis (Tertio-Butyl-Isopropyl-Benzène) et le Triallyl-Cianurite (TAC) comme agents de reticulations. Cette réaction de réticulation, appelée plus communément "vulcanisation", confère au matériau un comportement élastique, par création de ponts entre les différentes macromolécules. Ceci forme un réseau rendant ces molécules solidaires les unes des autres. L'exercice des forces de rappel entre ces molécules pontées rend réversible une éventuelle déformation du matériau [Win68].
- Le Vinyl-tri 2 (Betamethoxy) Silon, comme agent hydrophyle de pontage entre les charge et élastomère.
- L'oxyde de Zinc et l'acide stéarique, comme activateur de vulcanisation.
- Le Trimenthyl Dihydroquinoline polymérisé, comme antioxydant.
- Le Dioxyde de Plomb, comme charge renfoçante, notamment contre l'humidité.

II.3.2 Mise en œuvre de l'EPDM

La mise en œuvre de l'EPDM s'effectue sur différentes phases, déclenchées automatiquement sous contrôle de la température ou du temps, selon le mode opératoire suivant [Lip84, Cur83, Per95]:

- Le mélange de l'élastomère brut, composé de 35 à 75 % en poids d'éthylène, 25 à 55 % de propylène et de 3 à 10 % de diène et des plastifiants est d'abord effectué à l'aide d'un malaxeur à cylindre chauffé à environ 80 °C par circulation d'eau à l'intérieur, afin de rendre la gomme malléable.
- Un catalyseur à base de Vanadium active la réaction de polymérisation qui se produit en solution dont la viscosité permet le contrôle du degré de polymérisation.
- Le reste des adjuvants tels que : charges, huile, lubrifiant, acide stéarique, oxyde de Zinc, agents protecteurs, agents de cuisson, agents de vulcanisation, sont ensuite incorporés dès que l'élastomère ait atteint un niveau de plasticité suffisant.
- La mise en forme de la pâte est ensuite assurée, par moulage (forme définie), par calandrage (feuille ou assemblage) ou par extrusion (gainage de câble électrique).
- Dans le cas de nos travaux, le mélange, fabriqué par la câblerie de Gué de Constantine d'Alger, est mis en forme de plaques parallépipédiques. Pour ce faire, la pâte est d'abord sortie du malaxeur à cylindre sous forme de lambeau, d'une épaisseur légèrement supérieure à celle désirée sur plaques. Ce dernier est ensuite introduit entre deux plateaux d'une presse chauffante, où s'effectuent simultanément, en 10 mn, la mise en forme et la vulcanisation sous une température de 180 °C et une pression de 50 bars. Les plaques ainsi formées sont carrées, d'environ 20 cm de côté et 5 mm d'épaisseur. Après cette opération les plaques sont découpées en éprouvettes carrées de 25 × 25 × 5 mm³ pour des essais électriques.

II.3.3 Propriétés de l'EPDM

En plus d'être facile à mettre en œuvre, le mélange ainsi obtenues présente des caractéristiques intéressantes qui se résument à [Kar01, Rie90, Str86, Pon80] :

- En raison de sa structure saturée stable, l'EPDM présente une excellente résistance à l'action de la chaleur sèche et humide, à la vapeur, à l'oxydation, à l'ozone, à la lumière et aux intempéries (froid).

- L'EPDM est un élastomère non polaire qui possède une bonne résistivité électrique, ainsi qu'une bonne résistance aux solvants polaires tels que l'eau, les acides, les alcalis, les esters de phosphate et de nombreuses cétones et les alcools.
- Amorphe ou semi cristallin (à faible taux de cristallinité), il offre une excellente flexibilité à basse température (jusqu'à -55 °C) avec des points de transition vitreuse d'environ moins de 60 °C. Il peut être utilisé sur une large plage de température variant entre -60 °C et +150 °C [Kat90].
- La vulcanisation, au soufre ou au peroxyde, lui confère une bonne résistance thermique pouvant atteindre des températures de 130 °C et 160 °C respectivement.
- Il a une excellente résistance à l'abrasion, une bonne résistance aux raditions et au cheminement.
- Il est sensible à l'huile et aux solvants hydrocarbonés (essence) : il gonfle de façon importante dans les huiles aliphatiques, aromatiques et les solvants chlorés [Pon80].
- L'EPDM a un bon comportement au feu : comme tous les élastomères, il a le même comportement dans un incendie ; il brûle facilement et propage la flamme, mais ne produit pas de gouttes enflammées, il ne dégage pas de gaz corrosifs ou toxiques, à l'exception de CO et CO₂ et parfois une faible quantité de SO₂ provenant de certains agents de vulcanisation.
Cependant, grâce à l'adjonction d'une charge minérale, L'EPDM à l'avantage de devenir auto-extinguible. Le mélange ainsi obtenu, qui ne contient pas d'Hydrogènes ni de Chlore, atteint un degré d'auto-extinguibilité supérieur à celui d'un mélange type Néoprène (Polychloroprène).
- L'EPDM est l'élastomère le plus léger, avec une faible densité moyenne de 0,86.
- Il accepte des taux de dilution (charges) élevés, ce qui réduit son prix.

Ces propriétés sont résumées dans les tableaux II.1 et II.2 ci-dessous.

Tableau II.1 : Propriétés physiques de l'EPDM [Nya08, Vah06, Bed82, Cei05, Yaz80]

Densité	0,86
Dureté Shore A * (Duromètre)	30 à 90
Températures limites d'usage	de -60 à 150 °C
Allongement à la rupture	jusqu'à 600 %
Compression Set B	20 à 60 %
Résistance à la traction	7 à 21 MPa
Température de transition vitreuse	~55 °C

(*) Shore A est une échelle qui donne la dureté d'un matériau, elle est graduée de 1 à 100

Tableau II.2 : Propriétés électriques de l'EPDM [Nya08, Vah06, Fal83, Cei05, Pay96, Yaz80]

Pertes diélectriques	tgδ = 1,6.10 ⁻³ à 20 .10 ⁻³ à T° = 20 °C tgδ = 3.10 ⁻³ à 10 ⁻² à T° = 90 °C
Résistivité transversale	R _t = 10 ¹² à 10 ¹⁵ Ω.cm à T° = 20 °C
Résistivité superficielle	R _s = 10 ⁹ à 10 ¹⁰ Ω.cm à T° = 20 °C
Rigidité diélectrique	E _d = 20 à 40 kV/mm à T° = 20 °C
Constante diélectrique	ε _r = 2,5 à 3 à T° = 20 °C ε _r = 3,67 à T° = 90 °C

II. 4 Matériels et techniques de Mesures expérimentales

Pour comprendre l'arborescence, il y a lieu de suivre le processus de vieillissement du matériau, c. a. d. de caractériser les formes de ces microstructures (arborescences), de suivre leur propagation et de déterminer le temps de claquage en fonction des paramètres expérimentaux (électrique, thermique et géométrique). Pour ce faire, nous nous proposons, dans cette étude, de réaliser une analyse physique de l'EPDM, dégradé électriquement par arborescence. Il s'agira de mesurer le facteur de pertes diélectriques, la capacité de ce matériau, ainsi que la longueur de l'arborescence et l'activité des décharges partielles produites dans ses canaux (intensité et tension seuil de leur apparition). Ceci se fait sous l'influence de la contrainte du champ électrique appliqué à l'échantillon d'EPDM (amplitude et durée d'application de la tension, et géométrie des électrodes) et de la température de traitement.

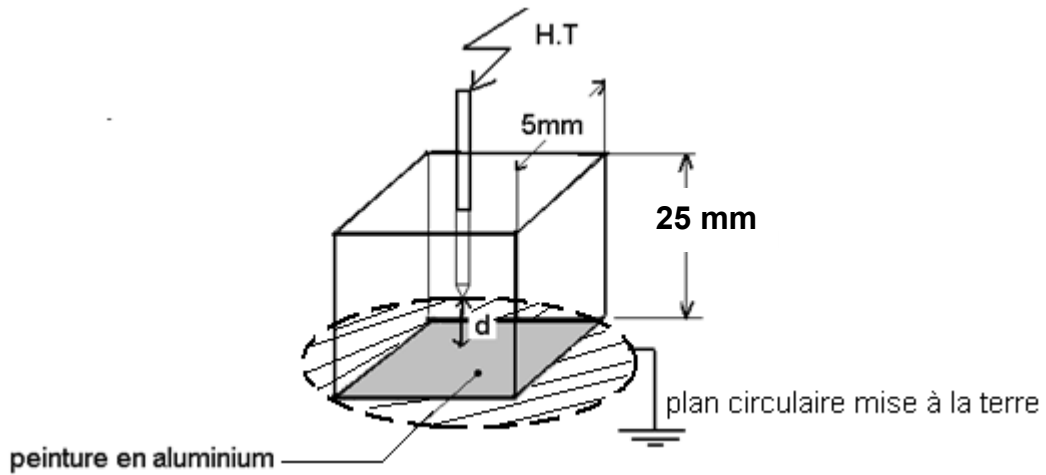
Afin de modéliser l'arborescence et suivre son évolution dans l'EPDM, nous adoptons le modèle de laboratoire qui consiste à réaliser un vieillissement accéléré du matériau et à développer une arborescence électrique à l'extrémité de la pointe de l'électrode haute tension, de rayon de courbure bien défini.

Nos essais électriques ont été menés au laboratoire de haute tension de Génie Electrique de l'Université A. MIRA de Béjaia.

II.4.1 Préparation des éprouvettes

Des éprouvettes d'EPDM de dimension de 25 × 25 × 5 mm³ sont utilisées pour les essais électriques. Elles sont conçues de telle manière que les testes soient réalisés dans une géométrie d'électrodes pointe- plan (figure II.6). Cette configuration est intéressante pour le contrôle des arborescences électriques, dans la mesure où elle offre à la fois la possibilité de générer un champ divergent élevé favorisant l'initiation des arborescences et leur localisation, et de suivre le cours des événements en temps réel.

L'électrode pointe haute tension de rayon de courbure r de 5, 8 ou 10 μm fait face à un plan circulaire de 4,5 cm de diamètre, mis à la terre. Les électrodes sont en acier et distantes de d= 2, 3 ou 4 mm.



d : Distance inter électrode

Figure II.6 : Eprouvette avec système d'électrodes pointe-plan

Les rayons de courbure des aiguilles sont mesurés au moyen d'un microscope optique à caméra, relié à un Data show, et en utilisant l'équation (II.3) et le logiciel " Digimizer".

$$R = \frac{a^2+b^2}{2b} \quad (\text{cm}) \tag{II.3}$$

avec $a = \frac{AB}{2}$ Et $b=CD$

Grâce à une cellule de THOMAS, graduée au dixième de micron (5 μm de côté), posée sous une loupe binoculaire, l'image de l'aiguille posée sur la cellule, est projetée avec un agrandissement G désiré (40 fois) (figure II.7) et le rayon de courbure r (μm) et déduit de son image R (cm).

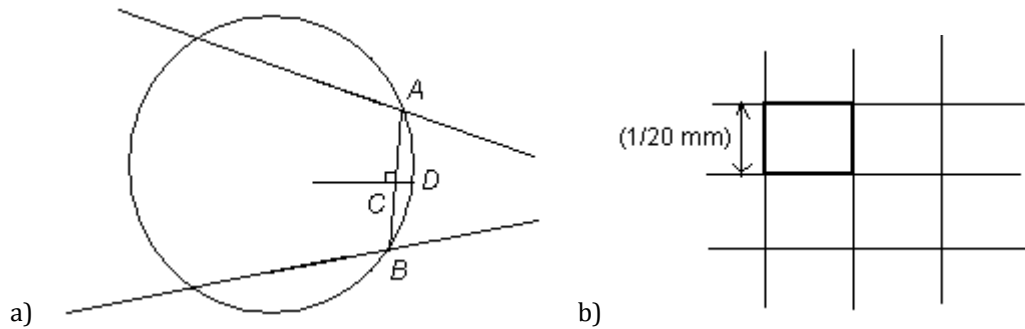


Figure II.7 : Mesure du rayon de courbure de la pointe de l'aiguille : (a) projection de l'image de l'aiguille, (b) cellule de THOMAS

L'électrode pointe est délicatement insérée dans l'échantillon à température modérée ($\sim 60^\circ \text{C}$) par pression mécanique progressive verticale. Les échantillons sont maintenus par une armature rigide, assurant un bon centrage de l'aiguille. L'aiguille marquée est enforcée jusqu'à réaliser une distance inter-électrode égale à la valeur désirée. Les distances inter électrode sont tolérées à $\pm 0,5 \text{ mm}$. Pour assurer une continuité du potentiel entre l'échantillon et l'électrode mise à la terre, nous posons une couche de peinture en aluminium sur le côté de l'échantillon en contact avec l'électrode plane.

L'échantillon est ensuite recuit pendant environ 5 minutes, pour réduire au minimum toute contrainte mécanique accumulée autour de la région de la pointe-plan avant qu'elle ne soit refroidie à la température ambiante.

L'éprouvette pointe-plan est ensuite plongée dans un bain d'huile de silicone, contenue dans la cellule d'essai, pour contrôler la température et prévenir les décharges externes ou les contournements. Cette l'huile possède une très bonne stabilité thermique, une bonnes propriétés diélectriques et une bonne résistance à l'oxydation.

Pour une électrode en forme d'hyperboloïde et pour une distance inter électrode $d > 10 r$, le champ électrique maximum à la pointe de l'aiguille est déterminé par l'équation (II.4) suivante [Mas55].

$$E_{max} = \frac{2U}{r \ln(1 + \frac{4d}{r})} \quad (\text{V/m}) \quad (\text{II.4})$$

avec

- U : Tension appliquée entre électrode (V);
- d : Distance interélectrode (m);
- r : rayon de courbure de l'aiguille (m).

On remarque que le champ maximum varie très fortement avec le rayon de courbure r , qu'avec U ou d . Ce qui nous facilite la simulation de l'arborescence en laboratoire.

II.4.2 Techniques expérimentales-Vieillessement électrique

Afin de suivre l'évolution de l'arborescence électrique au cours de sa phase de propagation, des essais de dégradation électrique de l'EPDM sont réalisés sur des éprouvettes de dimension $25 \times 25 \times 5 \text{ mm}^3$.

Les échantillons d'EPDM sont vieillis électriquement, pendant des durées t_E variables, pouvant s'étendre jusqu'au claquage, sous paliers de tension alternative (50 Hz) de 5, 10, 15 et 20 kV, appliqués à l'électrode pointe. La source de tension est un transformateur 100 kV - 50 Hz et la tension est appliquée avec une rampe de vitesse de 2 kV/s. L'arborescence électrique est développée à l'extrémité de la pointe de l'électrode haute tension de rayon de courbure r de 5, 8 ou 10 μm , pour des distances inter électrodes d , de 2, 3 ou 4 mm. Toutes les expériences sont réalisées à température ambiante ($\sim 20^\circ \text{C}$).

Ces essais de vieillissement électrique sont également réalisés sur des échantillons d'EPDM ayant subit, au préalable, un traitement thermique à une température $T^\circ = 100^\circ \text{C}$, pendant des durées t_T de 0, 40, 60 et 100 heures.

L'effet du vieillissement électrique et du traitement thermique est mis en évidence par la mesure de la longueur de l'arborescence (ϱ), la tension seuil d'apparition des décharges partielles (U_s), la quantité de décharge partielle (Q), le courant de décharge I_d , le facteur de dissipation ($\text{tg}\delta$) et la capacité (C_x) du matériau.

Le vieillissement électrique de l'EPDM et la mesure de la quantité de décharges partielles (Q), ainsi que la tension seuil de leur apparition sont assurés par le dispositif expérimental schématisé sur la figure (II.8).

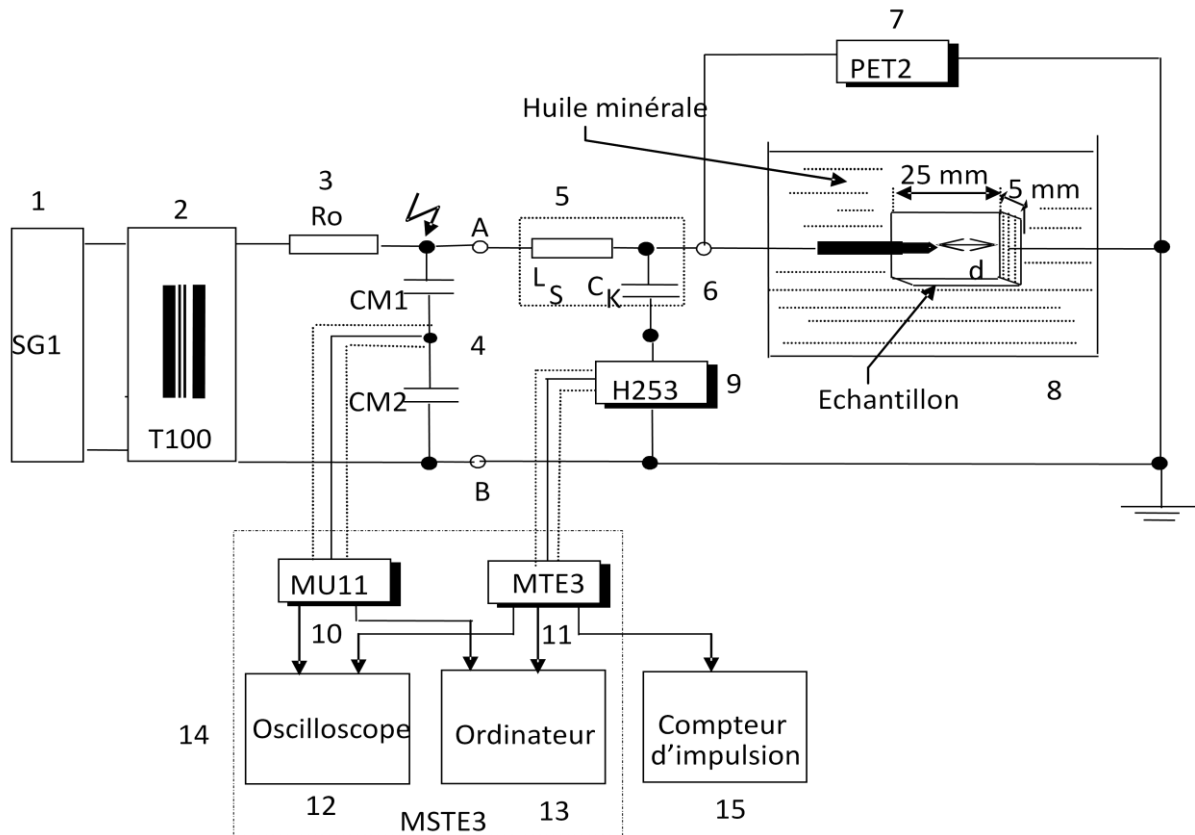


Figure II.8 : Schéma du dispositif expérimental de mesure de la quantité de charge apparente

Il comporte les éléments suivants :

- 1 L'unité de contrôle SG1 qui est une source de basse tension alternative (50 Hz) variable alimentant le primaire du transformateur 2,
- 2 Le transformateur HT T100 qui peut délivrer au secondaire une tension allant de 0 à 100 kV pour des circuits à courant alternatif (50 Hz) et de 0 à 135 kV pour des circuits à courant continu, avec une rampe de vitesse de 2 kV/s.
- 3 La résistance d'amortissement du courant ($R_0 = 100 \text{ k}\Omega$).
- 4 Le diviseur capacitif constitué d'une capacité haute tension $C_{M1} = 0,1 \text{ nF}$ et d'une capacité basse tension $C_{M2} = 41,4 \text{ nF}$, permettant la mesure de la tension délivrée par le secondaire du transformateur 2, au moyen d'un voltmètre de crête 10.
- 5 L'inductance de blocage $L_s = 40 \text{ mH}$, permettant de réduire les perturbations provenant de la source d'alimentation,
- 6 Le condensateur haute tension de couplage $C_k = 0,6 \text{ nF}$, exempté de décharges jusqu'aux plus hautes tensions d'essais, facilite le passage des signaux hautes fréquences,
- 7 Le calibrateur externe PET2 qui délivre quatre valeurs de charges apparentes: 5 pC, 25 pC, 50 pC et 250 pC, permet l'étalonnage de l'unité de mesure 11,
- 8 L'objet d'essai formé de l'éprouvette en EPDM trompé dans un bain d'huile silicone,

9 L'impédance de mesure (H253), est une impédance quadripôle qui, en combinaison avec l'objet d'essai et le condensateur de liaison C_k , détermine la durée et la forme des impulsions mesurées. Elle est munie d'un filtre LC qui empêche les courants alternatifs de fréquence de service de parvenir à l'instrument de mesure et ceci par mise à la terre de celui-ci, et d'un transformateur guide d'onde qui garantit la séparation galvanique de l'entrée et de la sortie de l'impédance de mesure.

10 Le voltmètre de crête AC/DC MU11, monté sur la branche BT du diviseur de tension 4, permet la mesure de la tension HT de vieillissement, ainsi que la tension seuil d'apparition des DP,

11 L'unité de mesure des P.D (MTE3) : Les décharges partielles de l'objet d'essai provoquent des transferts de charges dans le circuit donnant lieu à des impulsions de courant dans l'impédance de mesure. Les impulsions de tension qui en résultent sont ensuite mises en forme, amplifiées et rendues perceptibles dans l'instrument MTE3 qui amplifie les impulsions de décharge partielle en bandes larges et exécute ensuite une intégration électronique vers la grandeur caractéristique « charge apparente q ». Grâce à des circuits électroniques spéciaux, une réduction des signaux perturbateurs est assurée.

12 L'oscilloscope de visionnage et de mesure des impulsions de DP,

13 L'ordinateur /table traçante de traitement de données,

14 Le système de mesure des D.P. MSTE3 englobe le MTE3, le MU11 et l'ordinateur /table traçante,

15 Le compteur d'impulsion.

Un dispositif de protection contre les surtensions pouvant surgir lors de la rupture diélectrique de l'éprouvette, est mis en place.

Avant vieillissement électrique, le facteur de pertes $\text{tg } \delta$, la capacité C_x et la tension seuil d'apparition des décharges partielles U_s des échantillons vierges et traités thermiquement sont mesurés. L'étalonnage du circuit de mesure (instrument interne et oscilloscopique) est assuré au moyen du calibrateur externe PET 2, à tension d'alimentation U nulle.

Lors du vieillissement électrique à U , r , d , et t_E donnés, la quantité de charges apparente Q et cumulée $\sum Q$ sont mesurées, à l'aide du système MSTE3, à des temps réguliers, durant le vieillissement du matériau.

Après vieillissement électrique, l'éprouvette est mise hors tension pendant 12 heures avant de mesurer la nouvelle tension seuil d'apparition des décharges partielles, correspondant au temps de vieillissement t_E . Une tension très inférieure à la valeur seuil est appliquée à l'objet d'essai et est élevée progressivement jusqu'à ce que des décharges mesurables de l'ordre de 0,1 pC apparaissent, correspondant à U_s . La tension est augmentée de 10 % U_s , puis réduite jusqu'à extinction totale des décharges partielles. Cette opération est répétée cinq (05) fois, sans couper la tension d'alimentation HT, et la tension seuil U_s est alors déterminée sur la base d'une valeur moyenne calculée.

Les valeurs de $\text{tg}\delta$ et de C_x sont de nouveau déterminées pour l'échantillon dégradé à U , d , r et t_E , moyennant un pont de Schering à transformateur différentiel.

La longueur l des arborescences, à ces mêmes conditions d'essais (U , d , r et t_E), est également mesurée, sa forme déterminée et photographiée grâce au microscope électronique à balayage (MEB type quanta 200 - voir § IV) avec un facteur d'agrandissement de 5000. Les observations au microscope sont effectuées sur de minces films d'EPDM découpés avec un ultra microtome Leitz Wetzlar permettant d'obtenir des épaisseurs de coupe de 1 à 25 μm . Les longueurs sont tolérées à $\pm 0,5 \cdot 10^{-7}$ m.

Pour une meilleure netteté d'image et pour plus de précision des résultats de mesure des diamètres des canaux d'arborescence, nous avons réalisé la fracture des échantillons avec de l'azote liquide. Ceci consiste à plonger l'échantillon dans un bain d'azote liquide refroidi à -175 °C pendant environ une minute, avant d'effectuer la fracture.

Chaque essai est réalisé sur 5 échantillons d'EPDM identiques, en assurant du mieux possible une meilleure reproductibilité, pour les mêmes conditions.

Ces mêmes essais sont réalisés sur des échantillons d'EPDM traités thermiquement à une température $T = 100$ °C pendant 0, 40, 60 et 100 heures. Les essais électriques sont réalisés sur ces échantillons après une relaxation thermique de 24 heures.

Au préalable et Conformément au théorème de A. Liapounov [Pis80], nous avons vérifié, par la méthode graphique, que nos mesures effectuées (20 essais par point) suivent une distribution normale (voir annexe 5).

II.4.3 Dispositifs de mesures électriques

II.4.3.1 Les cellules de mesure des décharges partielles [Dt]

La méthode électrique de mesure des décharges partielles (DP) est basée sur la séparation entre les impulsions de courant de DP engendrées dans un circuit de mesure et tout autre courant de déplacement à la fréquence du réseau ou courants de bruit à haute fréquence. D'autre part, l'intégration des impulsions de courant de DP est indispensable à la quantification de la charge apparente. La séparation et l'intégration sont réalisées par des techniques de filtrage. Les fréquences de coupure inférieures et supérieures, et les largeurs des bandes passantes des filtres, judicieusement choisies, sont des paramètres déterminants dans la précision de la méthode de détection. La charge apparente est définie d'après la norme CEI 60270 comme étant la charge d'une impulsion de DP qui, si elle est injectée en un temps très court entre les bornes de l'objet d'essai spécifié, donne la même lecture sur le dispositif de mesure que l'impulsion de DP elle-même. Il est à noter que la charge apparente n'est pas égale à la valeur de la charge mise en jeu à l'endroit où la décharge se produit, valeur qui ne peut être mesurée directement. L'unité MSTE3 est utilisée, dans ce cas, pour la détection et la mesure de la quantité de charge apparente. La figure (II.9) montre une photo de cette unité (annexe 0 figure 1).



Figure II.9 : Photo de l'unité MSTE 3 de mesure des décharges partielles

II.4.3.1.1 Impédance de mesure H 253

L'impédance de mesure H253 sert à découpler le signal de décharge partielle du circuit de haute tension, lequel est conduit vers l'appareil MTE 3 par un câble de mesure.

L'impédance de mesure se compose essentiellement d'un filtre LC qui mène les courants alternatifs de fréquence de travail, sans danger vers la terre ainsi que d'un transformateur guide d'onde. Il est garanti qu'en cours de rupture électriques d'éprouvette sur l'impédance de mesure et sur le circuit d'entrée de l'appareil MTE 3, il n'y ait aucune sollicitation de tension. La figure (II.10) montre une photo de la face avant de l'impédance de mesure H253.

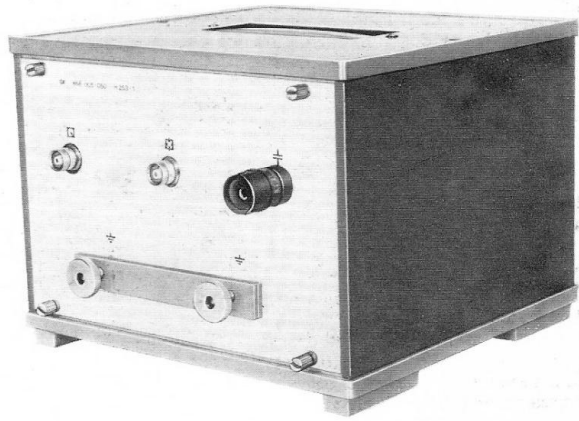


Figure II.10 : Photo de la face avant de l'impédance de mesure H253

II.4.3.1.2 Le calibrateur externe PET 2 [Dt]

Le calibrateur externe PET 2 sert, en liaison avec le détecteur de décharges partielles, à la recherche du comportement de transmission et de la sensibilité de mesure du circuit de mesure de décharges partielles. Des impulsions rectangulaires avec une fréquence de 100 Hz, produites au niveau d'un multivibrateur instable, aboutissent grâce à des condensateurs de couplage, aux douilles de sortie (poste 1 à 4) du calibrateur externe (voir annexe 1). En outre, il est prévu une sortie directe (poste 5) pour la production de décharges partielles quelconques. La charge apparente transmise sur l'éprouvette est égale à :

$$q = \Delta U(C_k \cdot C_p) / (C_k + C_p) \tag{II.5}$$

Où q est la charge apparente en (pC), ΔU est l'amplitude négative de la tension mesurée par l'oscilloscope à la sortie directe, C_k est la capacité de couplage et C_p est la capacité de l'éprouvette.

La figure (II.11 a et b) montre une photo de la face avant du calibrateur externe PET 2.

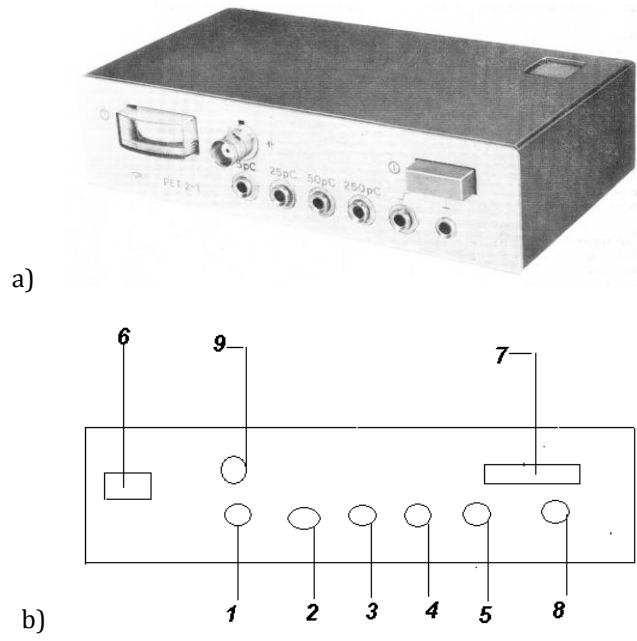


Figure II.11 : Photo de la face avant du calibrateur externe PET 2

1 à 4 sont les douilles de sorties de charge apparente de 5, 25, 50 et 250 pC respectivement ; 5 est la douille de sortie directe ; 6 est l'indicateur de tension de batterie ; 7 est l'interrupteur (marche - arrêt) ; 8 est la douille de masse ; et 9 est la douille batterie.

II.4.3.1.3 Détecteur de décharge partielle MTE 3 [Dt]

Le système de mesure de décharges partielles MTE 3 permet l'enregistrement et le traitement global des impulsions de DP. L'alimentation électrique des appareils de mesure est réalisée par l'intermédiaire du transformateur d'isolement incorporé (220 V, 1000 VA). Le système de mesure doit être relié directement à la prise de terre du circuit de haute tension.

L'appareil MTE 3 amplifie les impulsions de DP en bande large, et exécute ensuite une intégration électronique vers la grandeur caractéristique "charge apparente" grâce à des circuits électroniques spéciaux. Il se produit à ce moment une réduction des signaux perturbateurs. La charge cumulative est formée en tant qu'intégrale de la grandeur "charge apparente" et permet de déduire les grandeurs caractéristique tels que l'énergie de décharge, le courant moyen de décharge et la fréquence de décharge (voir annexe 2). L'activité de l'ensemble des différents groupes de construction passe par l'amplificateur/intégrateur (H232), l'étage d'évaluation (H234), le calibrateur interne (H231), ainsi que l'approvisionnement en courant (H 235) et la partie réseau (H237). Pour un bon choix du mode de service, Les éléments d'actionnement doivent être réglés soigneusement pour saisir de manière appropriée les grandeurs mesurables souhaitées (voir annexe 3). La figure (II.12) montre une photo des vues de face et arrière du MTE3. L'évolution du signal électrique dans les différents étages est illustrée sur la figure (II.13).

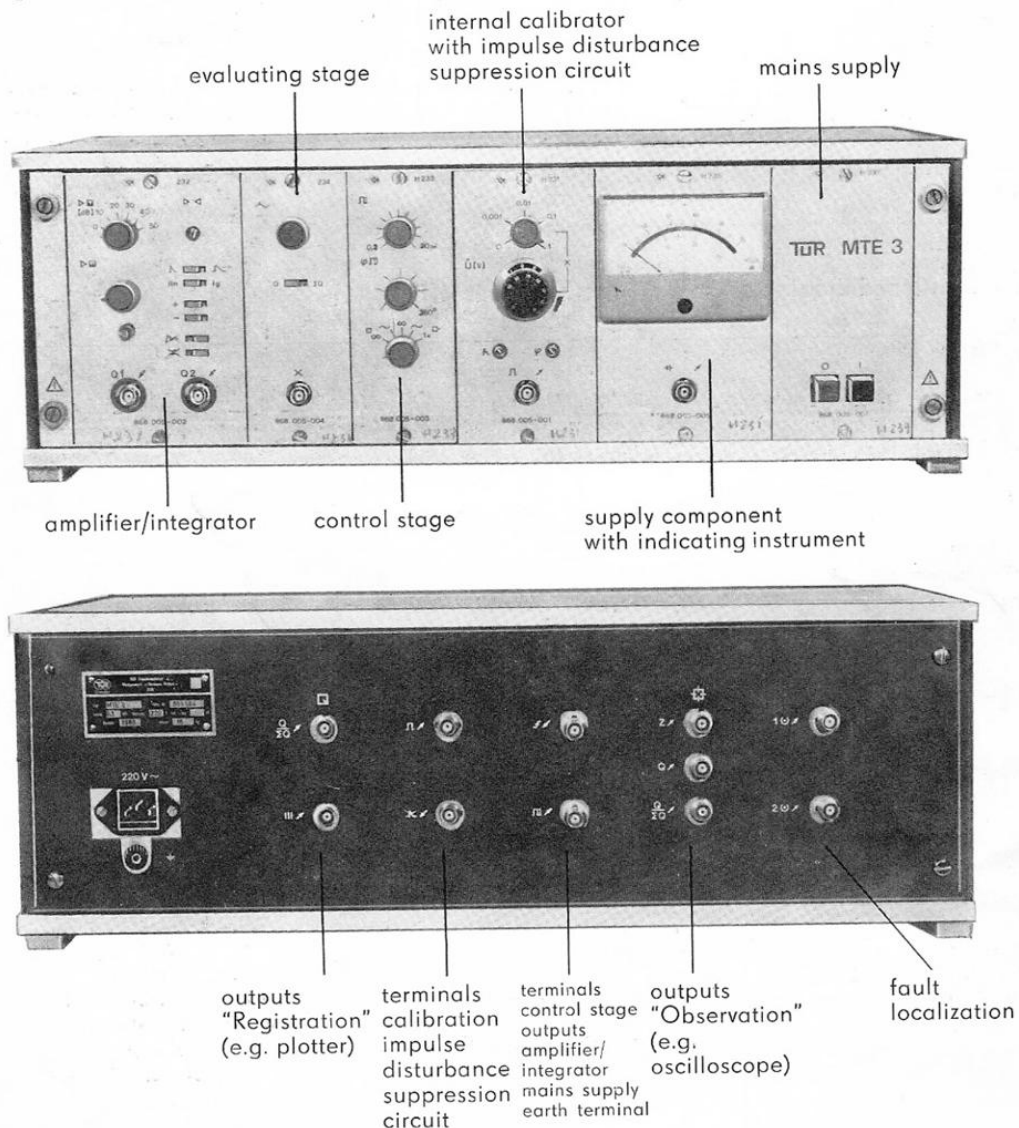


Figure II.12 : Photo des vues de face et arrière du MTE3

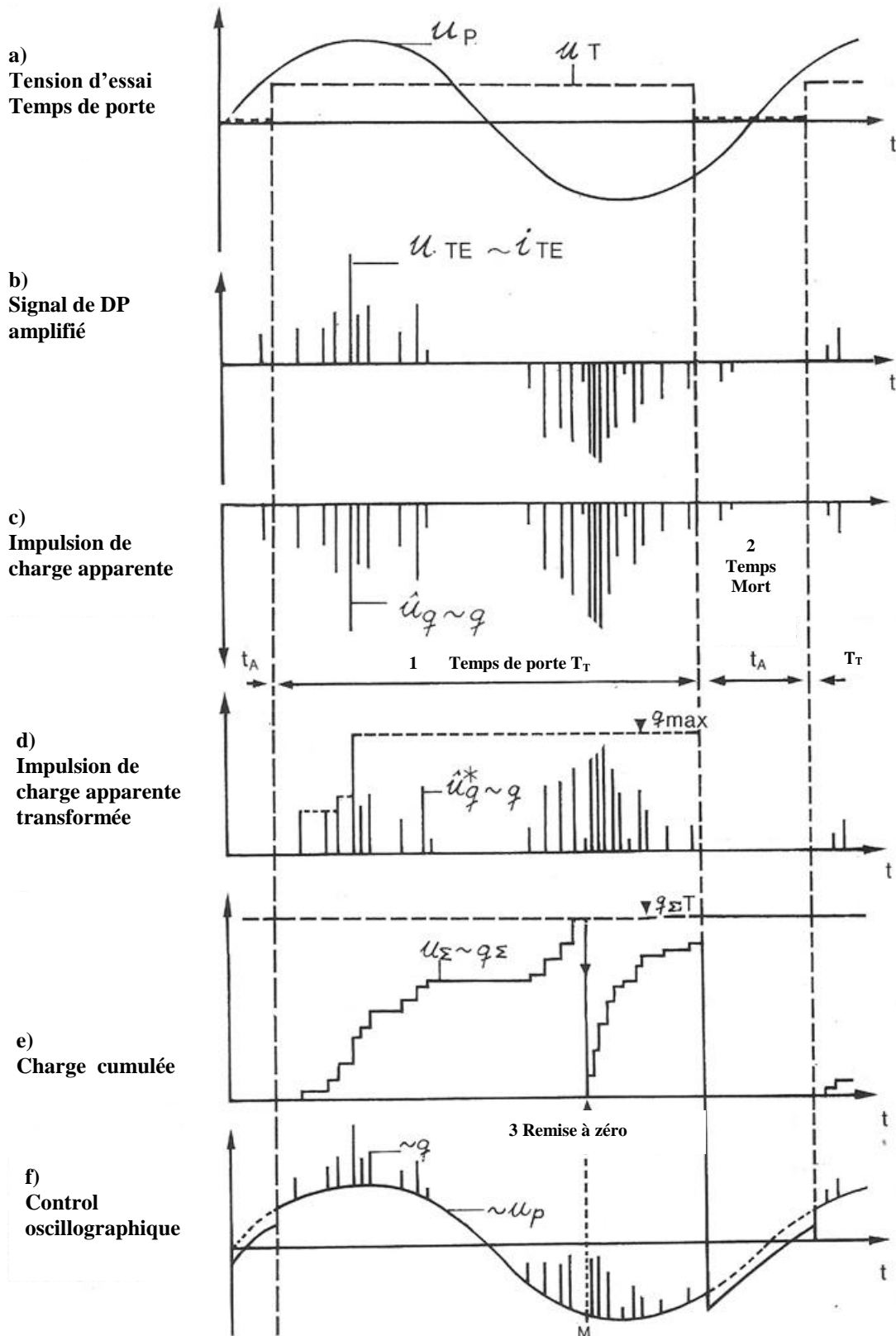


Figure II.13 : Signal de sortie et quantité de décharges partielles mesurée avec le MTE3

II.4.3.2 La cellule de mesure des pertes diélectriques "pont de Schering" [Fal 83, Bly79, Kre92, Agu82, Kuf00, Agu87, Kar78]

Les diélectriques réels ont la propriété de se polariser sous l'effet d'un champ électrique. Cette propriété est évaluée par la constante diélectrique du matériau isolant, qui indique la proportion dans laquelle le champ principal se trouve affaibli par la polarisation. De ce fait, il apparaît une composante de courant en phase avec la tension appliquée (courant de perte) donnant lieu à des pertes d'énergie liées à la polarisation. Pour déterminer les propriétés diélectriques d'un isolant, on utilise la méthode de compensation qui consiste à utiliser un pont de Schering et qui permet de déterminer la capacité C_x , la permittivité relative ϵ_r et les pertes diélectriques $tg\delta$ d'un matériau isolant solide d'épaisseur a' et de section S .

➤ **Le pont de Schering à transformateur différentiel [DtP]**

Dans notre cas, les propriétés diélectriques de l'EPDM sont déterminées au moyen d'un pont de Schering à transformateur différentiel, dont le schéma de principe est illustré sur la figure (II.14).

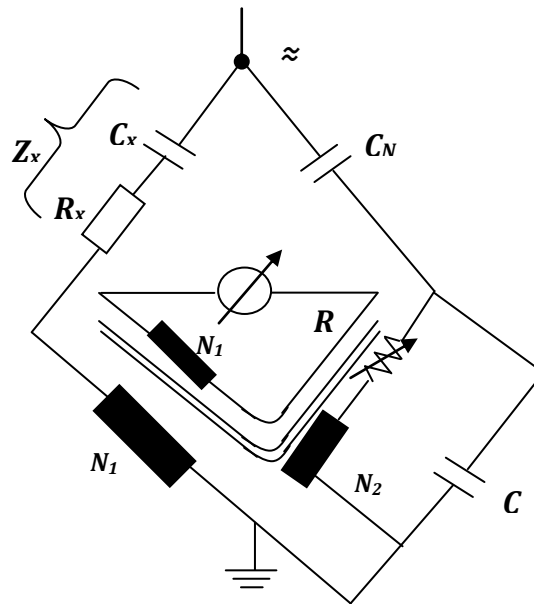


Fig. II.14 : Schéma de principe du pont de Schering à transformateur différentiel

L'impédance Z_x de l'objet d'essai et la capacité étalon à faibles pertes C_N sont placés dans la branche H.T. La branche basse tension est constituée des deux bobinages primaires N_1 et N_2 du transformateur et du bobinage secondaire N_1 du transformateur connecté à l'indicateur zéro.

➤ **Impédance de branche**

L'impédance de l'objet d'essais Z_x est modélisée par un circuit $R_x C_x$ série telle que :

$$Z_x = R_x + \frac{1}{j\omega C_x} \tag{II.6}$$

Dans ce cas, le facteur de perte $tg\delta$ est égal à :

$$tg\delta = \omega R_x C_x \tag{II.7}$$

$$\text{D'où } Z_x = \frac{1}{j\omega C_x} (1 + jt g\delta) \tag{II.8}$$

$$Z_N = \frac{1}{j\omega C_N} \tag{II.9}$$

$$\text{Le pont est en équilibre si } I_G = 0 \text{ et donc } C_x = \frac{N_1}{N_2} \cdot C_N \tag{II.10}$$

Le nombre de spire de N_1 et fixé à 4 positions de sorte que le rapport à choisir soit de 0.1 ,1 ,10 ou 100. Le bobinage N_2 donne des positions de réglage variables.

Pour déterminer $tg\delta$, des résistances et des capacités variables sont ajoutées au pont. Le facteur de perte est donné par :

$$tg\delta = w . C . R \tag{II.11}$$

Le réglage de C et R donne la valeur de $tg\delta$ à 50 ou 60 Hz ou à fréquences variables. Trois positions donnent $w.C=0.1, 1$ ou 10 . R permet l'ajustage fin.

Un exemple est illustré sur la figure (II.15) : $tg\delta = 47,5 . 10^{-4}$

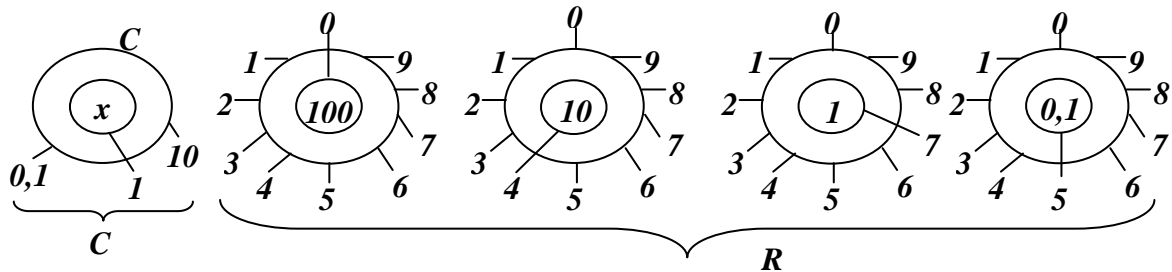


Figure II.15 : exemple de réglage du pont de Schering à transformateur différentiel

➤ Détermination de la constante diélectrique ϵ_r

$$C_x = \epsilon_r C_0 \implies \epsilon_r = \frac{C_x}{C_0} \tag{II.12}$$

$$\text{avec } C_0 = \epsilon_0 \cdot \frac{S}{a'} \tag{II.13}$$

$$\text{D'où : } \epsilon_r = \frac{N_1}{N_2} \cdot C_N \cdot \frac{a'}{\epsilon_0 S} \tag{II.14}$$

Le pont de Schering à transformateur différentiel utilisé est constitué de (figure 16) :

- Un pont de mesure (type 2809) de C_x et de $tg\delta$.
- Un indicateur de zéro (type 5516).
- Un condensateur étalon (type 3320, 1000 pF).
- Une cellule de mesure pour les isolants solides (type 2914).
- Un transformateur d'isolation LTS002.

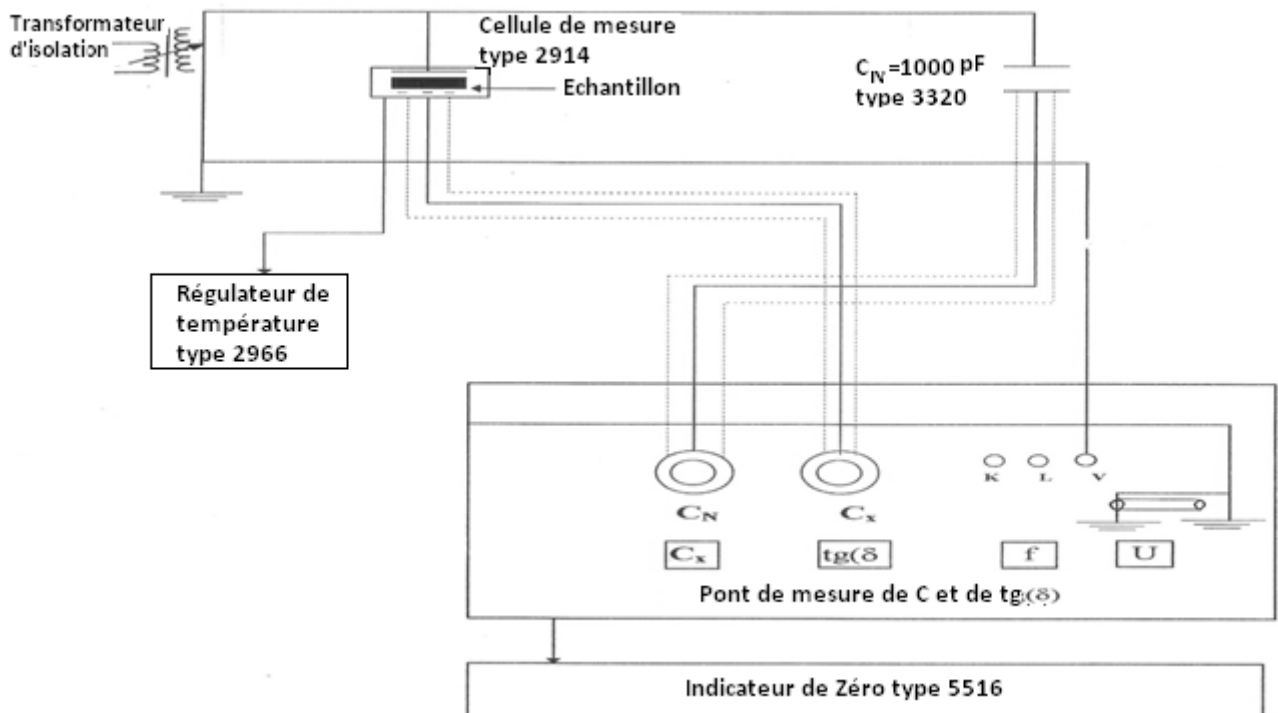


Figure II.16 : Circuit électrique de mesure de C_x et $tg\delta$ avec le pont de Schering à transformateur différentiel

➤ Description et principe de mesure

Le pont de mesure (figure II.17) fonctionne en conjugaison avec un comparateur de courant. Les enroulements primaires N_1 et N_2 constituent les branches inférieures du pont, respectivement du côté C_x et du côté C_N , et servent à l'équilibrage grossier de C_x .

L'enroulement auxiliaire N_{24} sert à l'équilibrage de $\tan\delta$ et l'enroulement N_{25} sert à l'équilibrage fin de C_x .

Les enroulements N_1 de même N_2 , N_{24} et N_{25} sont tous sur le même noyau, mais sont enroulés dans des sens différents.

L'indicateur de zéro de type 5516 est relié à l'enroulement N_1 . Lorsque les flux magnétiques dans les deux branches sont égaux, ils s'annulent (valeur minimale sur l'indicateur de zéro), le pont est équilibré.

Le transformateur de courant de la branche C_N engendre une tension analogue au courant parcourant cette branche. Cette tension assure la génération du courant d'équilibrage précis de C_x et d'équilibrage de $\tan\delta$.

A l'état d'équilibre, le flux magnétique du côté C_x est égal à celui du côté C_N , ceci étant, on a, pour l'égalité des composantes imaginaires, la condition d'équilibre :

$$C_x \cdot N_2 = C_N \cdot (N_1 + k \cdot \alpha - N_{25}) \tag{II.15}$$

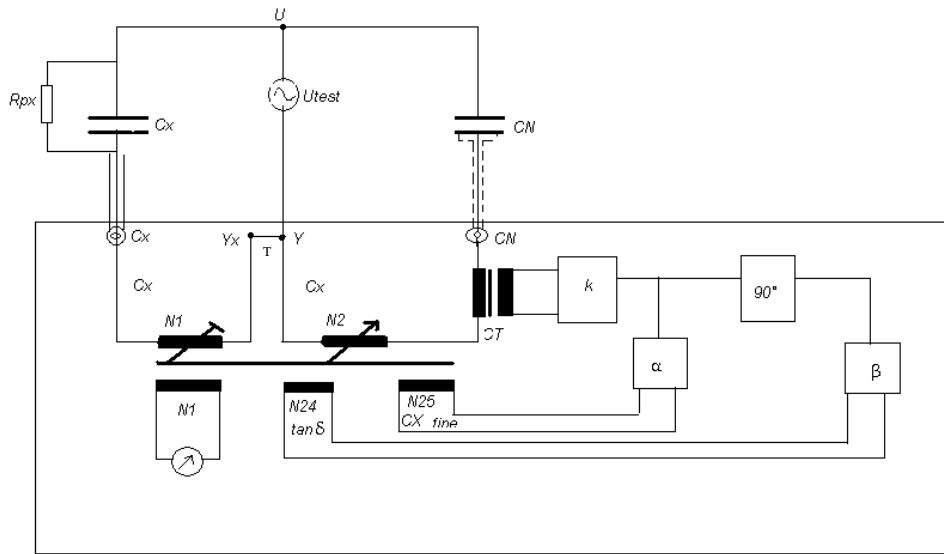


Figure II.17 : Pont de Schering à transformateur différentiel

K est le facteur de conversion, α est le potentiomètre de réglage fin de C_x , β est le réglage de $\tan\delta$ (gamme grossier, fin), T est le comparateur de courant, CT est le transformateur de courant, C_x est l'objet à l'essai (capacité), R_{px} est la perte de l'objet à l'essai et C_N est la capacité étalon.

II.5 Conclusion

Les différentes techniques de mesures entreprises ont données lieu à des observations comparatives de l'influence que pourrait avoir la contrainte électrique sur la dégradation de l'EPDM en général et sur le phénomène d'arborescence électrique en particulier. Les différents résultats obtenus seront exposés dans le chapitre III.

CHAPITRE III

RESULATS DES ESSAIS ELECTRIQUES

Dans ce chapitre, seront présentés les résultats des essais électriques menés sur l'EPDM dégradé sous différentes contraintes de champ électrique. Pour suivre l'évolution de l'arborescence électrique, nous procéderons à la détermination de sa cinétique de propagation, la mesure de l'activité des décharges partielles produites dans ces canaux, les tensions seuil d'apparition des décharges partielles, ainsi que les grandeurs diélectriques $\text{tg}\delta$ et C_x , associées.

III.1 Introduction

L'arborescence est l'une des principales raisons de la dégradation à long terme des matériaux polymères utilisés dans les applications à courant alternatif en haute tension, en particulier. Des efforts continus ont été déployés ces quatre dernières décennies pour la caractériser et comprendre ses mécanismes. Malgré le nombre important d'investigations menées, de nombreux points restent sans réponse en raison de la complexité du phénomène et des divers facteurs qui peuvent affecter son initiation et sa croissance.

Dans les câbles électriques, les décharges partielles (DP), qui sont à l'origine de l'initiation et de la propagation de l'arborescence, proviennent des défauts existant dans le matériau d'isolation, telles que les microcavités. Elles se produisent lorsque la tension aux bornes du défaut dépasse un certain seuil d'initiation. Leur intensité dépend à la fois du niveau de tension et de la taille du défaut, ce qui fait de la décharge partielle un paramètre important pour le diagnostic des câbles de transport de l'énergie électrique.

Quand une décharge partielle se produit, le champ est en grande partie neutralisé par une redistribution des charges. Cette redistribution induit des impulsions de charges qui se propagent dans les conducteurs vers les deux extrémités du câble, ce qui permet de mesurer à ces niveaux, les décharges partielles [Kre89]. Comme la relation entre l'intensité de la décharge partielle et la charge induite dans les conducteurs dépend de la position de la DP dans le diélectrique [Abd99, Rob91], il n'est alors possible de mesurer que ce que l'on appelle la charge apparente et non la charge réelle de la DP.

Dans cette partie, seront présentés les résultats des essais accélérés de dégradation électriques de l'EPDM, où une arborescence électrique est initiée à l'extrémité de l'électrode pointe mise sous haute tension, faisant face à un plan mis à la terre. La propagation de l'arborescence est suivie dans le temps, par la mesure de sa longueur, l'activité des décharges partielles produites dans ses canaux, la tension seuil d'apparition de ces décharges, le facteur de pertes diélectriques et la capacité du matériau. L'évolution de l'arborescence et des grandeurs électriques mesurées sous l'effet de différentes contraintes de champ électrique appliquées à différents paliers constants de tension pour différents rayons de courbure de l'électrode active et différentes distances inter électrodes, seront présentées.

III.2 Résultats des essais électriques

III.2.1 Cinétique de l'arborescence électrique

L'observation au microscope électronique à balayage (MEB) des lamelles d'EPDM dégradées a révélé trois formes distinctes d'arborescences : buisson, buisson-branche et branche (voir §IV) ; elle a permis de mesurer leurs longueurs ℓ relatives pour différentes conditions d'essais : niveau de tension appliqué U , distance inter électrodes d , rayon de courbure de l'électrode pointe r , temps de vieillissement électrique t_E et de traitement thermique t_T des échantillons. Les figures (III. 1 à 3) illustrent la cinétique de propagation des arborescences sous les conditions dument citées.

Les arborescences évoluent en trois étapes: l'initiation, la propagation et le claquage. Pour une géométrie d'électrodes donnée (d et r fixés), leur initiation peut avoir lieu à des niveaux de tension très faibles (environ 5 kV). Elles deviennent visibles après plusieurs heures pour des tensions $U < 10$ kV ou en quelques secondes pour des tensions $U > 20$ kV. Les temps de claquage décroissent quand le niveau de tension augmente (figure III.1).

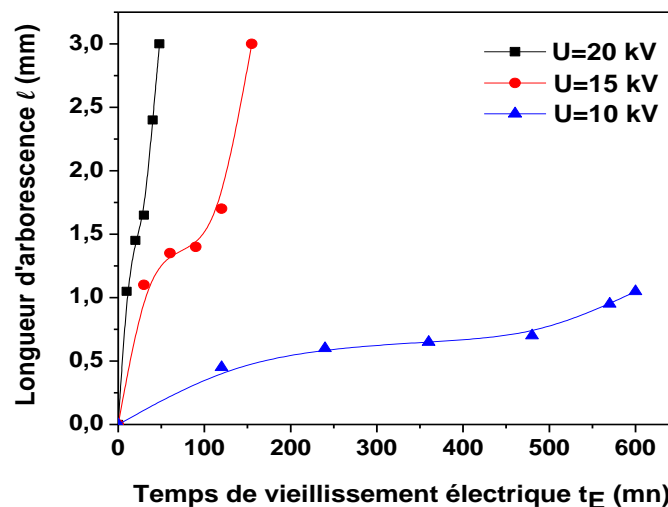


Figure III.1 : cinétique de propagation de l'arborescence en fonction du niveau de tension pour $d = 3$ mm et $r = 8$ μ m à $t_T = 0$ h

La géométrie des électrodes influe sur le temps d'initiation et de propagation de l'arborescence. L'adoption des électrodes avec des pointes très aiguës donne pour les mêmes valeurs de tension d'essai, des temps beaucoup plus courts de déclenchement et d'évolution des arborescences en comparaison avec des aiguilles à grand rayon de courbure (figure III.2). Et plus la distance inter électrode est petite, plus le temps de claquage est court (figure III. 3).

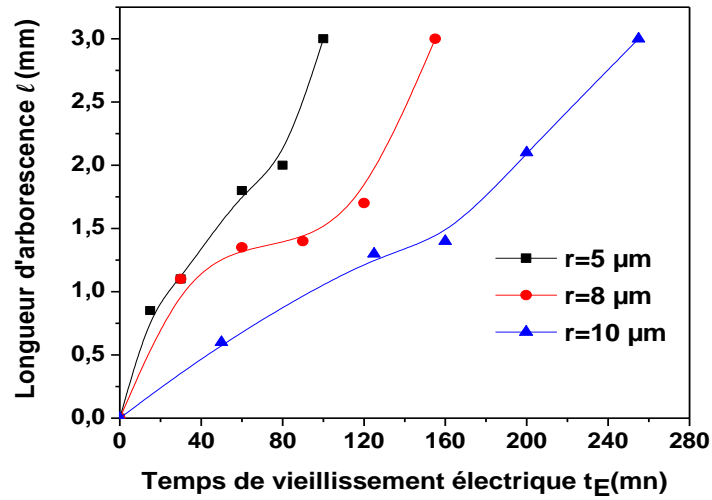


Figure III.2 : Cinétique de propagation de l'arborescence en fonction du rayon de courbure pour $U= 15 \text{ kV}$ et $d=3 \text{ mm}$ à $t_T=0 \text{ h}$

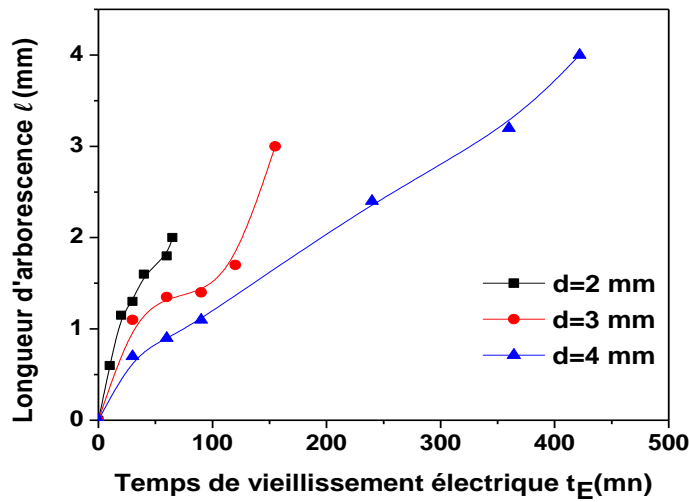


Figure III.3 : cinétique de propagation de l'arborescence en fonction de la distance inter électrode pour $U= 15 \text{ kV}$ et $r= 8 \mu\text{m}$ à $t_T=0 \text{ h}$

Il ressort de ces résultats, que l'évolution de l'arborescence est accélérée par l'intensification du champ électrique (figures III.4) ; il en résulte des temps de rupture plus courts (figure III.5).

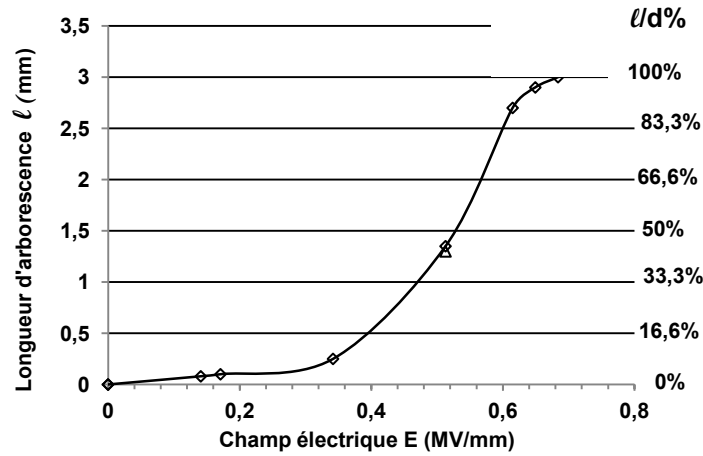


Figure III.4 : Longueur de l'arborescence en fonction de la valeur du champ électrique pour d=3 mm à t_E=40 mn et t_T=0h

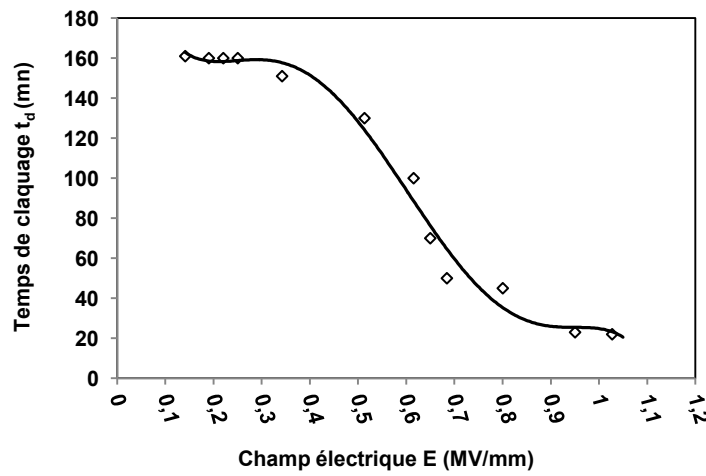


Figure III.5 : Temps de claquage en fonction du champ électrique appliqué à t_T=0 h

III.2.2 Tension seuil d'apparition des décharges partielles

A chaque forme d'arborescence correspond une allure distincte de l'évolution, dans le temps, de la tension seuil d'apparition des décharges partielles. Les formes branche, buisson et buisson-branche sont respectivement caractérisées par une, deux et trois phases d'évolutions (figure III.6).

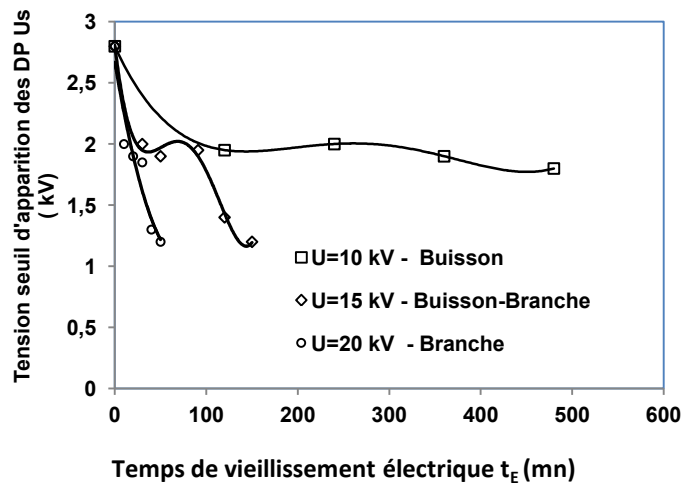


Figure III.6 : Tension seuil d'apparition des décharges partielles en fonction du temps de vieillissement électrique du matériau pour différents niveaux de tension appliqués avec d= 3 mm et r=8 μm à t_T=0 h

La tension seuil d'apparition des décharges partielles dépend fortement du champ électrique appliqué au matériau (effet combiné du rayon de courbure de la pointe, de la distance inter électrodes et de la tension appliquée). Plus le champ électrique est divergent et intense, plus faible sera la tension seuil d'apparition des décharges partielles (figure III.7). Ainsi, nous pouvons corrélérer cette dernière avec l'évolution du défaut ; ainsi la tension seuil d'apparition des décharges partielles diminue lorsque la longueur de l'arborescence augmente (figure III.8).

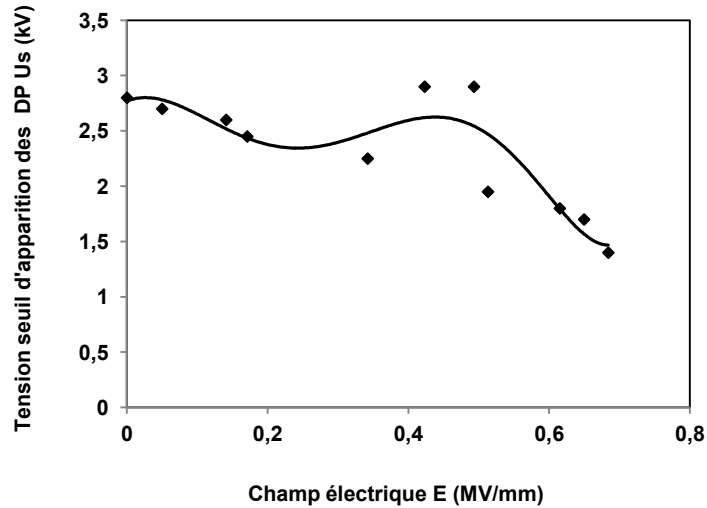


Figure III.7 : Tension seuil d'apparition des décharges partielles en fonction du niveau du champ électrique appliqué à $t_E=40$ mn et $t_T=0$ h

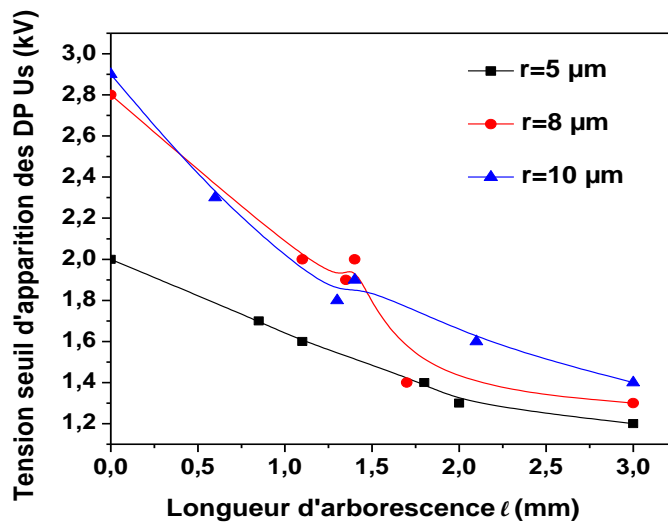


Figure III.8 : Tension seuil d'apparition des décharges partielles en fonction de la longueur d'arborescence pour $U=15$ kV et $d=3$ mm à $t_T=0$ h

III.2.3 Quantité de décharge partielle-Courant de décharge

Tout comme la tension seuil d'apparition des décharges partielles U_s , la quantité de charge apparente Q et le courant de décharge I_d calculé par l'équation (III.1), évoluent dépendamment de la taille du défaut et de sa forme.

$$I_d = \sum Q \cdot f \tag{III.1}$$

$$\sum Q = 20 \cdot Q \tag{III.2}$$

Où $\sum Q$ est la charge cumulative (pC) (voir annexe 2) et f est la fréquence de la tension de vieillissement (Hz)

A chaque forme d'arborescence correspond une allure distincte des courbes d'évolution dans le temps de la quantité de charge apparente Q , respectivement du courant de décharge I_d , (figure III.9 et III.10 respectivement). A fort champ ($U= 20$ kV) une variation temporelle, quasi-linéaire de Q (respectivement I_d) caractérise l'arborescence filamenteuse (branche). Dans le cas de la forme buisson, qui évolue à faible champ ($U= 5$ et 10 kV), la croissance de Q et I_d reste faibles et lentes avec une tendance à la saturation. Alors qu'à champ modéré ($U=15$ kV), des arborescences buisson-branche sont développées et Q et I_d croissent sur deux phases distinctes, liées par un coude d'inflexion de pentes, marquant l'extinction de charges et traduisant la transition de la forme buisson à la forme branche donnant ainsi lieu à la forme buisson-branche (figure III.9). Les décharges partielles (charge apparente) s'intensifient avec l'augmentation de la contrainte de champ appliqué, et corrélativement avec la longueur de l'arborescence (figure III.11).

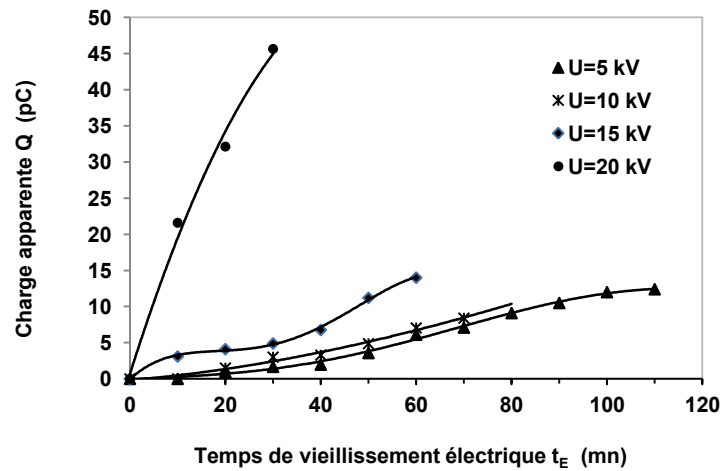


Figure III.9 : Charge apparente en fonction du temps de vieillissement électrique sous différents paliers de tension pour $r=8 \mu\text{m}$ et $d=3$ mm à $t_T=0$ h

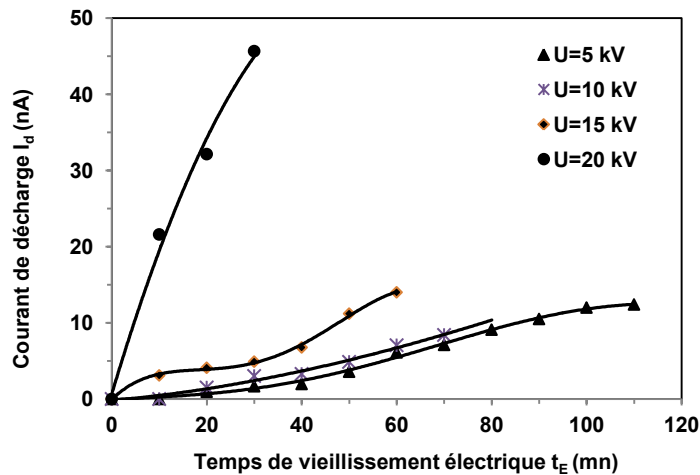


Figure III.10 : Courant de décharge en fonction du temps de vieillissement électrique sous différents paliers de tension pour $r=8 \mu\text{m}$ et $d= 3$ mm à $t_T=0$ h

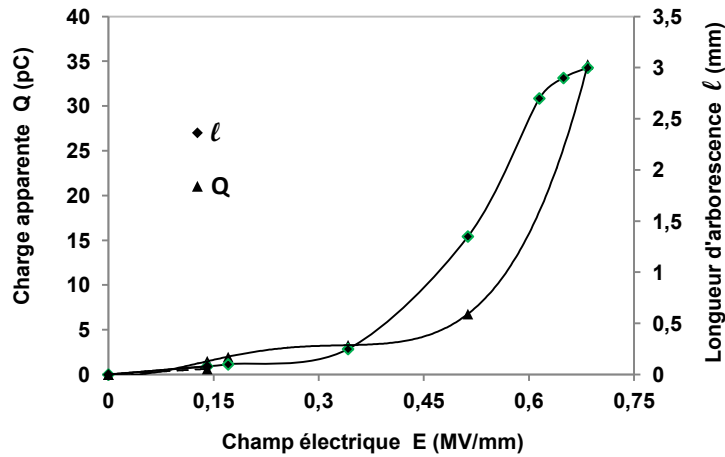


Figure III.11 : Quantité de charge apparente et longueur d'arborescence en fonction du champ électrique appliqué

III.2.4 Facteur de pertes

Le facteur de dissipation ($tg\delta$) diminue, dans un premier temps, atteint un minimum, puis augmente avec le temps de vieillissement électrique (Figure III.12). Cette diminution traduit une légère amélioration des caractéristiques diélectriques du matériau au début du vieillissement électrique, ainsi que pour des faibles champs électriques appliqués au matériau (figure III.13). Cette phase correspond à une stagnation de la longueur du défaut, qui est à ses débuts. Au-delà de ce minimum, l'augmentation de ce facteur est plus importante avec l'intensification de la contrainte du champ électrique appliqué à l'EPDM, conduisant à une progression accélérée de l'arborescence, rendant le claquage éminent.

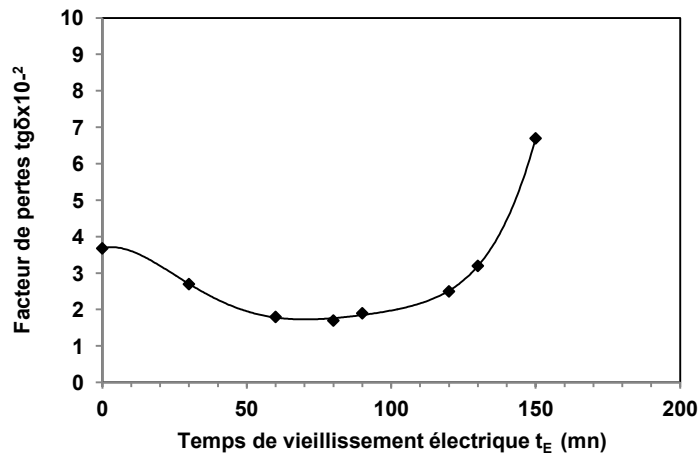


Figure III.12 : Facteur de dissipation en fonction du temps de vieillissement électrique pour $U=15$ kV, $d=3$ mm et $r=8 \mu m$ et à $t_T=0$ h

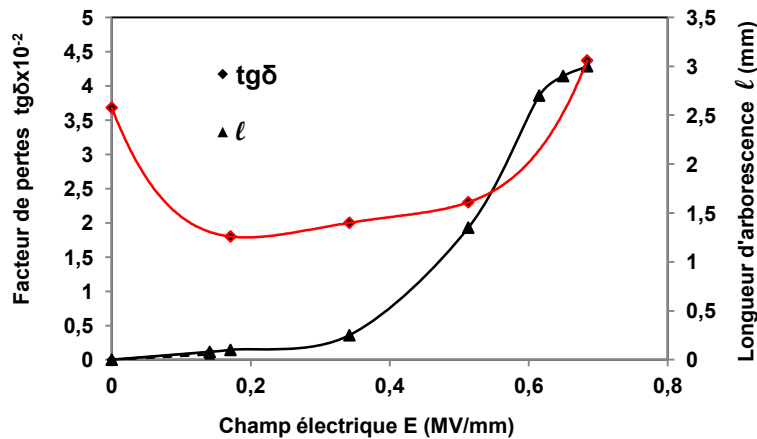


Figure III.13 : Facteur de pertes et longueur d'arborescence en fonction du niveau du champ électrique appliqué à l'échantillon d'épaisseur $d=3$ mm à $t_T=0$ h

III.2.5 Capacité du matériau

Aux premiers temps de vieillissement électrique du matériau, correspondant à l'amélioration de son facteur de pertes et à la stagnation de l'évolution du défaut, la capacité (C_x) de l'EPDM reste quasi- constante. Le rebondissement du facteur de pertes, après que le minimum soit atteint, affaiblit sa capacité qui diminue considérablement avec l'augmentation du temps de vieillissement électrique (figure III.14). Tout comme le facteur de pertes, l'intensification de la contrainte du champ électrique appliquée au matériau, accentue cette dégradation, qui se traduit par une altération des propriétés isolantes du matériau, synonyme d'une progression considérable du défaut (figure III.15).

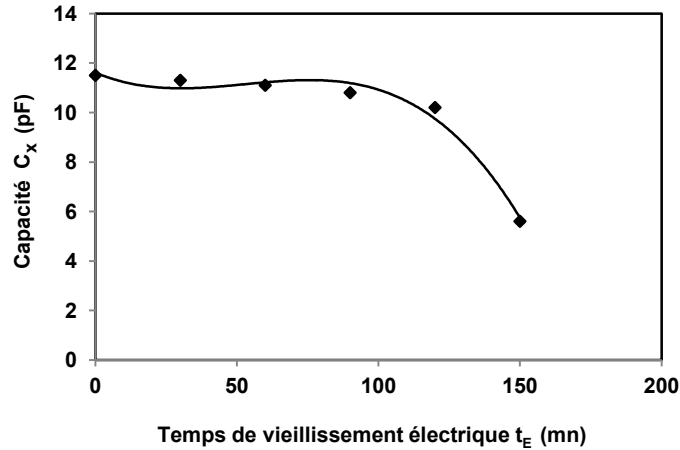


Figure III.14 : Capacité du matériau en fonction du temps de vieillissement électrique pour $U=15$ kV, $d=3$ mm et $r=8\mu\text{m}$ et à $t_T=0$ h

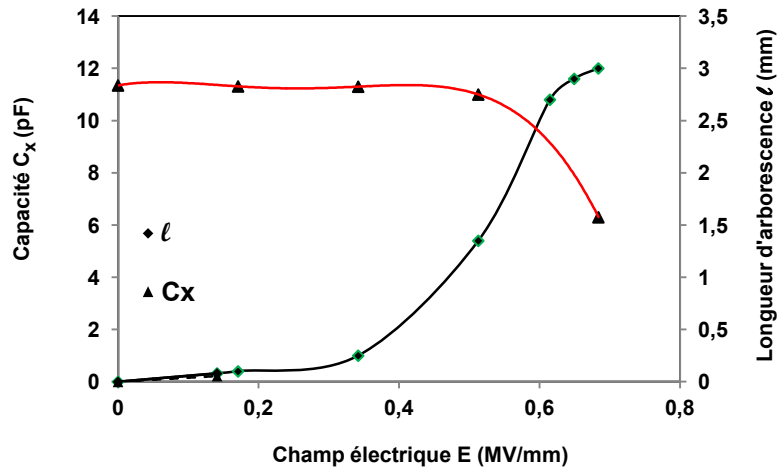


Figure III.15 : Capacité du matériau et longueur d'arborescence en fonction du niveau de champ électrique appliqué à l'échantillon d'épaisseur $d=3$ mm à $t_T=0$ h

III.2.6 Effet du traitement thermique

Le traitement thermique subi par les échantillons d'EPDM pendant des courtes durées (≤ 100 h), à une température $T^\circ=100$ °C, a conduit à un changement du comportement électrique de ce matériau.

Nous avons constaté expérimentalement, qu'un temps de traitement thermique de 40 heures n'a pas donné de différences notables, entre les résultats de mesures des grandeurs électriques avec $t_T=40$ h et sans traitement ($t_T=0$ h). Néanmoins, il est à noter que pour des temps de traitement thermique supérieurs à cette durée, une amélioration des caractéristiques électriques de l'EPDM est observée. Cette amélioration est plus marquée avec un thermo-traitement d'une durée de 100 heures, relativement à un thermo-traitement d'une durée de 60 heures. Cette constatation est relevée sur toutes les grandeurs physiques mesurées : longueur de l'arborescence, tension seuil d'apparition des décharges partielles, facteur de dissipation et capacité du matériau (Figure III.16 à 19 respectivement).

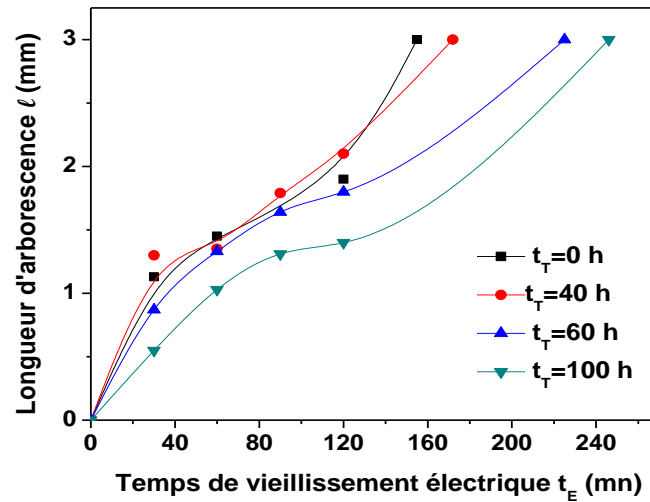


Figure III.16 : Cinétique de propagation de l'arborescence en fonction de la durée du thermo-traitement à $T^{\circ}=100\text{ }^{\circ}\text{C}$ pour $U= 15\text{ kV}$, $d=3\text{ mm}$ et $r= 8\text{ }\mu\text{m}$

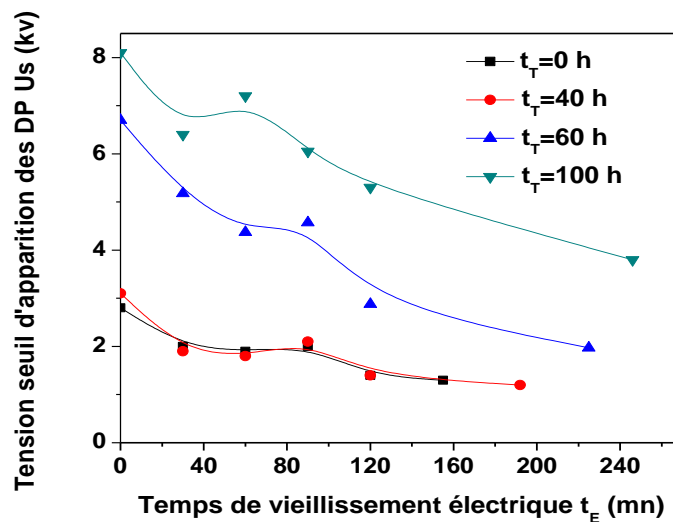


Figure III.17 : Tension seuil d'apparition des décharges partielles en fonction de la durée du thermo-traitement à $T^{\circ}=100\text{ }^{\circ}\text{C}$ pour $U= 15\text{ kV}$, $d=3\text{ mm}$ et $r= 8\text{ }\mu\text{m}$

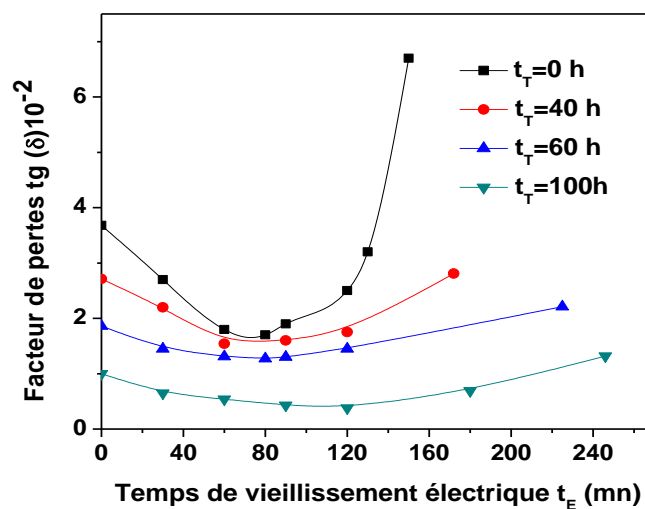


Figure III.18 : Facteur de pertes en fonction de la durée du thermo-traitement à $T^{\circ}=100\text{ }^{\circ}\text{C}$ pour $U= 15\text{ kV}$, $d=3\text{ mm}$ et $r= 8\text{ }\mu\text{m}$

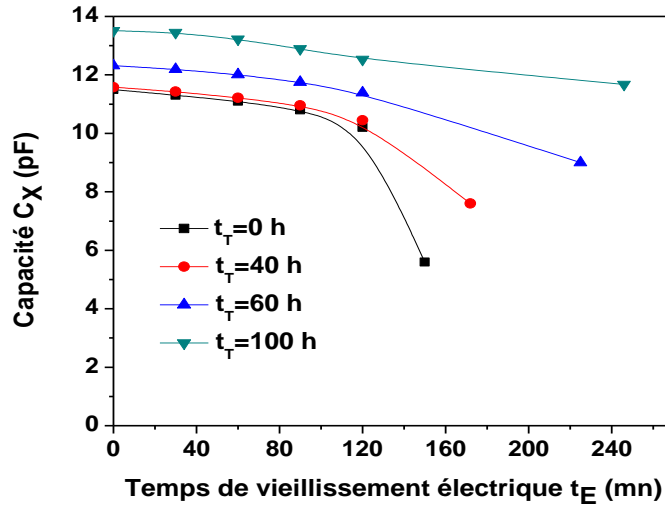
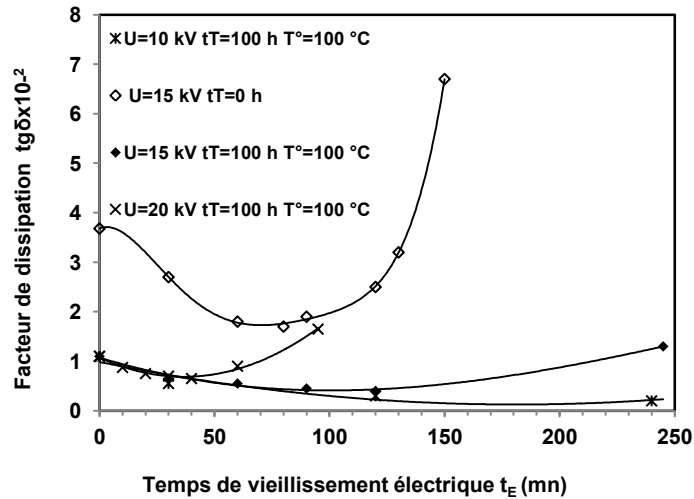


Figure III.19 : Capacité en fonction de la durée du thermo-traitement à $T^\circ=100^\circ\text{C}$ pour $U=15\text{ kV}$, $d=3\text{ mm}$ et $r=8\ \mu\text{m}$

Le thermo-traitement de courte durée ($t_T = 100\text{ h}$ à $T^\circ = 100^\circ\text{C}$) des échantillons d'EPDM a permis de réduire considérablement le facteur de dissipation, aussi bien dans le temps, qu'avec l'intensification de la contrainte du champ électrique appliquée à l'échantillon d'EPDM (figure III.20 a et b respectivement), relativement au cas sans traitement. Cela est synonyme d'une amélioration des caractéristiques diélectriques du polymère EPDM, qui se traduit à la fois par une capacité de l'isolant (Figure III.21 a et b) et une tension seuil d'apparition des décharges partielles (figure III.22 a et b) supérieures. Par conséquent, la quantité de décharges partielles diminue (figure III.23), d'où une cinétique de propagation de l'arborescence ralentie (figure III.24 a et b), ce qui retarde considérablement le temps de claquage à faible champ électrique appliqué. Toutefois, les écarts des temps de claquage se resserrent entre le cas traité et non traité thermiquement, à mesure que le champ électrique appliqué devienne intense (figure III.25).



a)

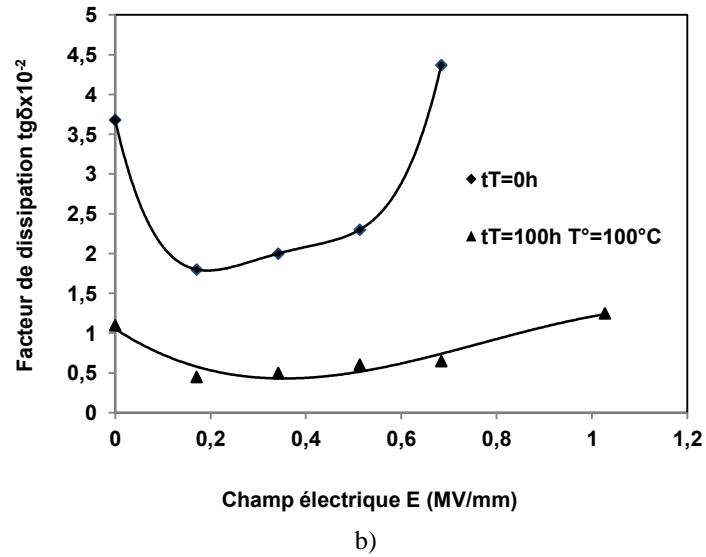


Figure III.20: Effet du thermo-traitement sur le facteur de dissipation: évolution en fonction du temps de vieillissement électrique pour $d=3$ mm et $r=8$ μ m (a) et de la contrainte du champ électrique appliquée, à $t_E=40$ mn (b)

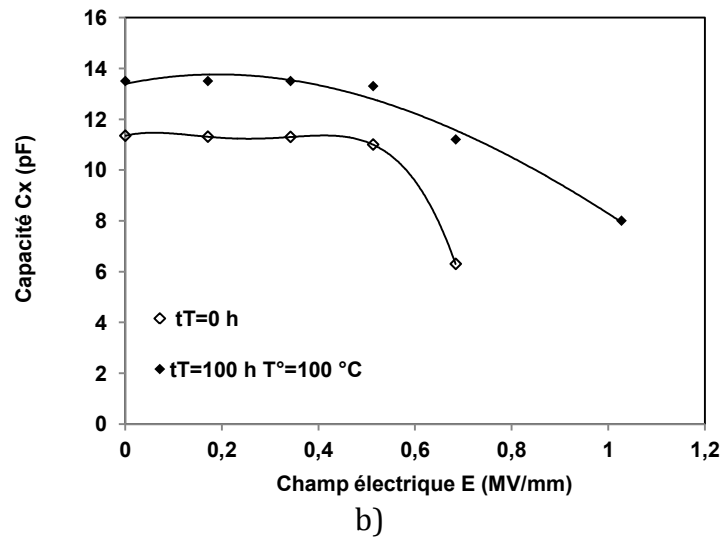
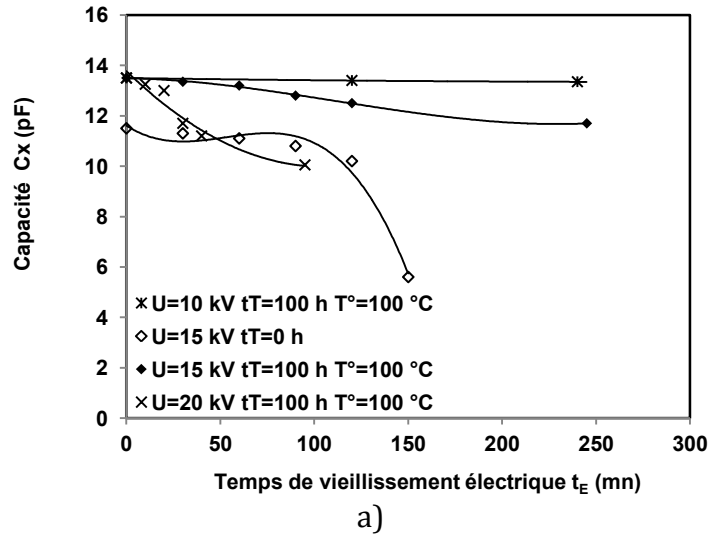
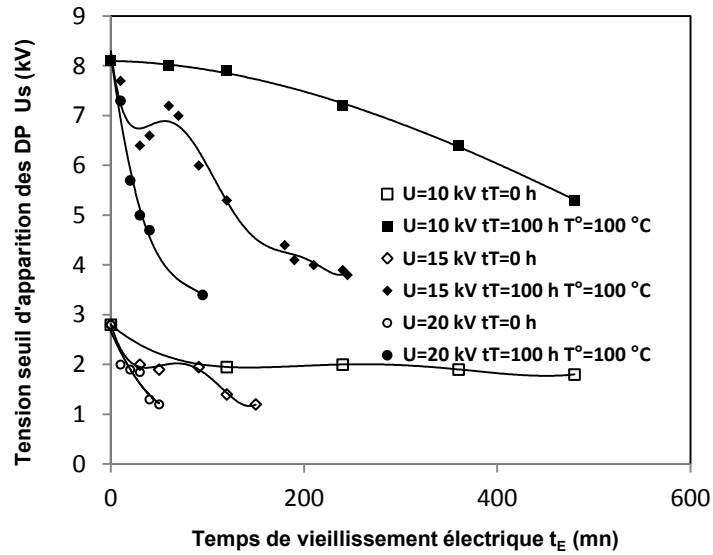
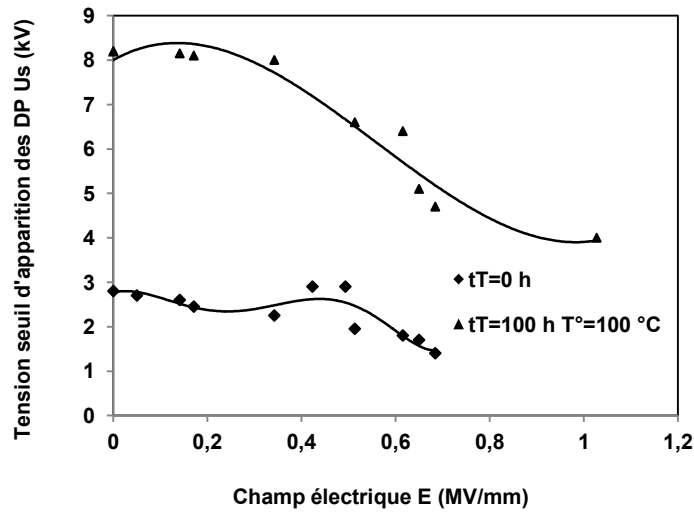


Figure III.21 : Effet du thermo-traitement sur la capacité : évolution en fonction du temps de vieillissement électrique pour $d=3$ mm et $r=8$ μ m (a) et de la contrainte du champ électrique appliquée, à $t_E=40$ mn (b)



a)



b)

Figure III.22 : Effet du thermo-traitement sur la tension seuil d'apparition des DP : évolution en fonction du temps de vieillissement électrique pour $d=3$ mm et $r=8$ μ m (a) et de la contrainte du champ électrique appliquée, à $t_E=40$ mn (b)

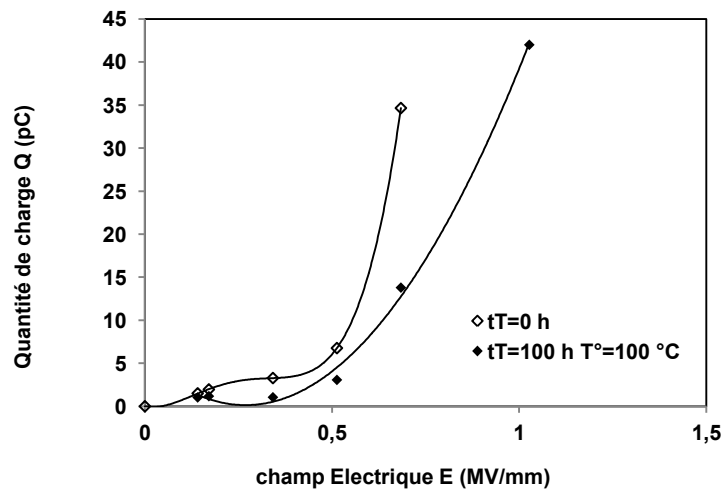
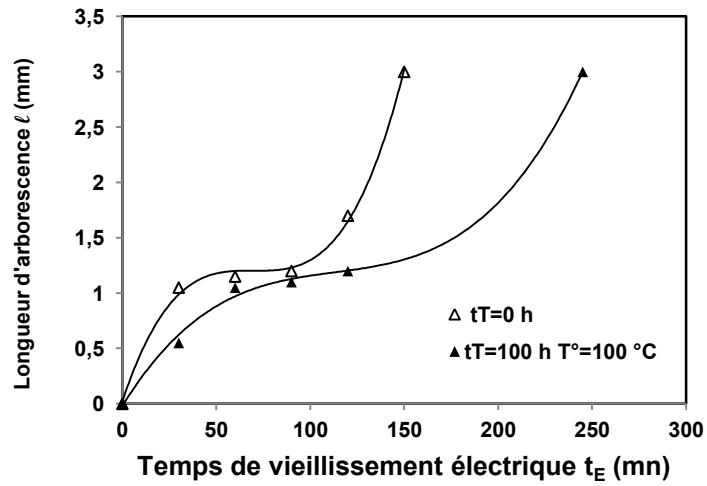
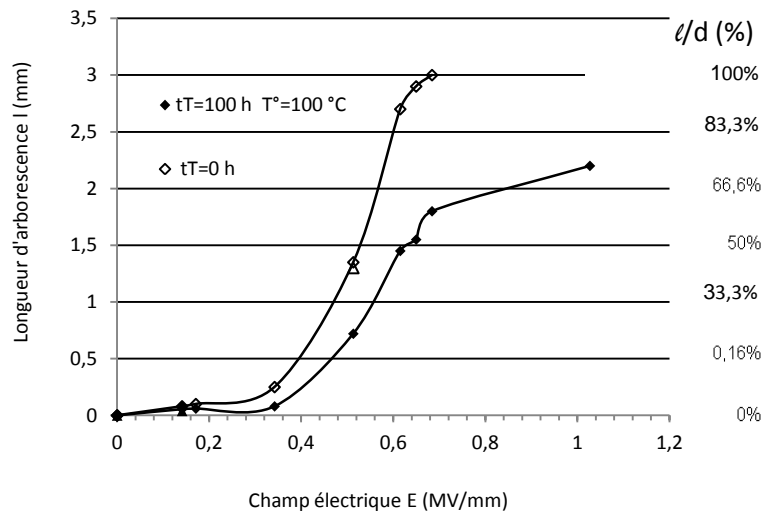


Figure III.23 : Effet du thermo-traitement sur la quantité de charge : évolution en fonction de la contrainte du champ électrique appliquée, à $t_E=40$ mn



a)



b)

Figure III.24 : Effet du thermo-traitement sur la longueur d'arborescence : évolution en fonction du temps de vieillissement électrique pour $d=3$ mm et $r=8$ μ m (a) et de la contrainte du champ électrique appliquée, à $t_E=40$ mn (b)

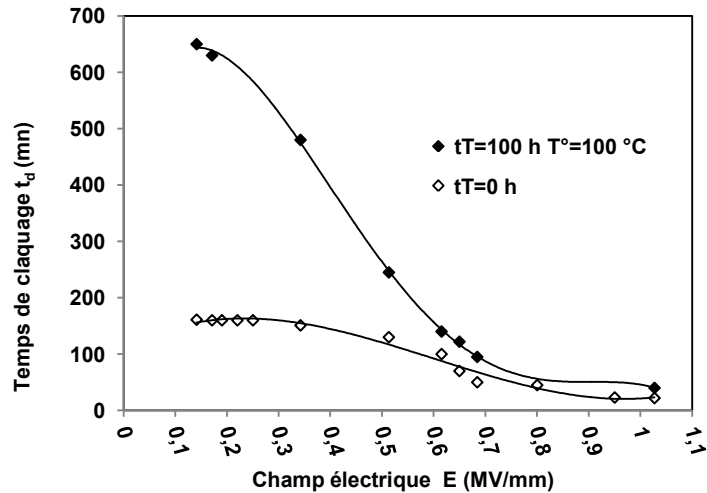


Figure III.25 : Effet du thermo-traitement sur le temps de claquage : évolution en fonction de la contrainte du champ électrique appliquée, à $t_E=40$ mn

L'évolution de l'ensemble des caractéristiques physiques étudiées permettent de mettre en évidence une corrélation étroite entre la dégradation du matériau qui est directement liée à la longueur de l'arborescence, et la quantité de charge générée, respectivement du courant de décharge correspondant, de la tension seuil d'apparition des décharges partielles, du facteur de perte et de la capacité du matériau comme le montrent les figures (III.26 à 29).

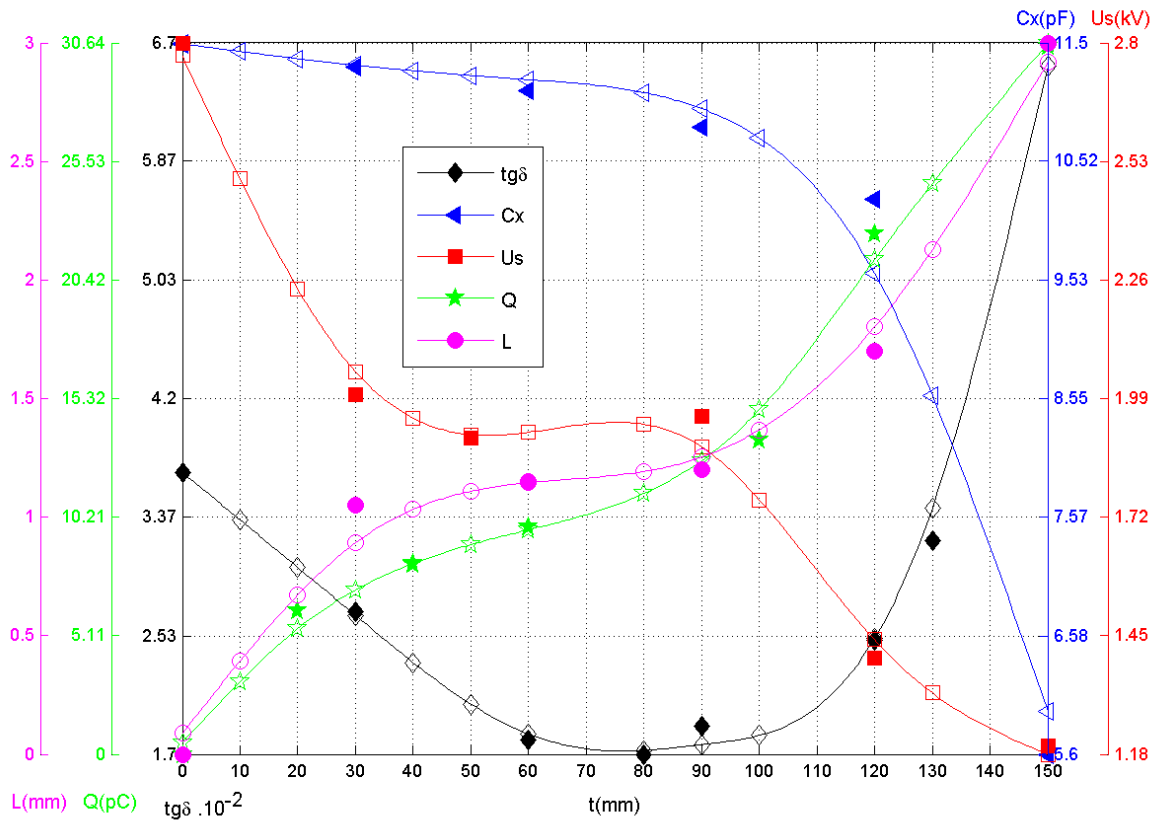


Figure III.26 : Corrélation des grandeurs physiques mesurées en fonction du temps de vieillissement électrique pour $U=15\text{ kV}$, $d=3\text{ mm}$, $r=8\text{ }\mu\text{m}$ à $t_{\tau}=0\text{ h}$

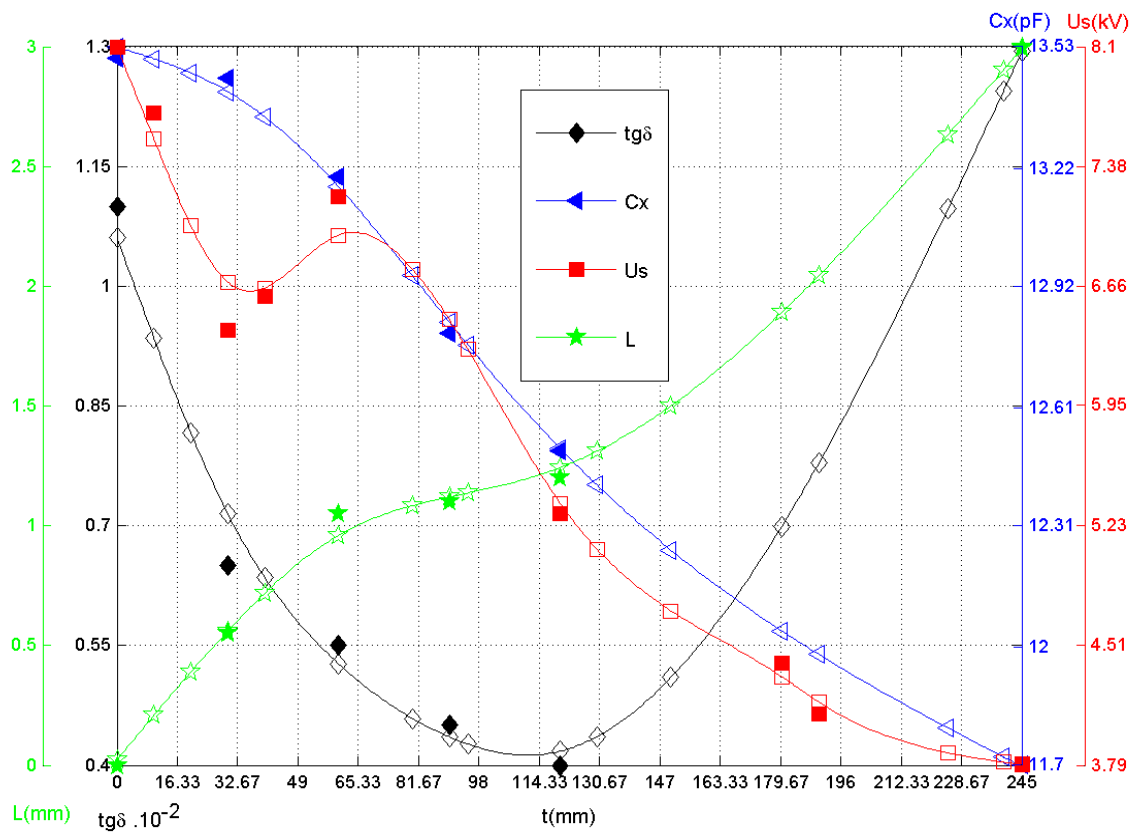


Figure III.27 : Corrélation des grandeurs physiques mesurées en fonction du temps de vieillissement électrique pour $U=15\text{ kV}$, $d=3\text{ mm}$, $r=8\text{ }\mu\text{m}$ à $t_{\tau}=100\text{ h}$

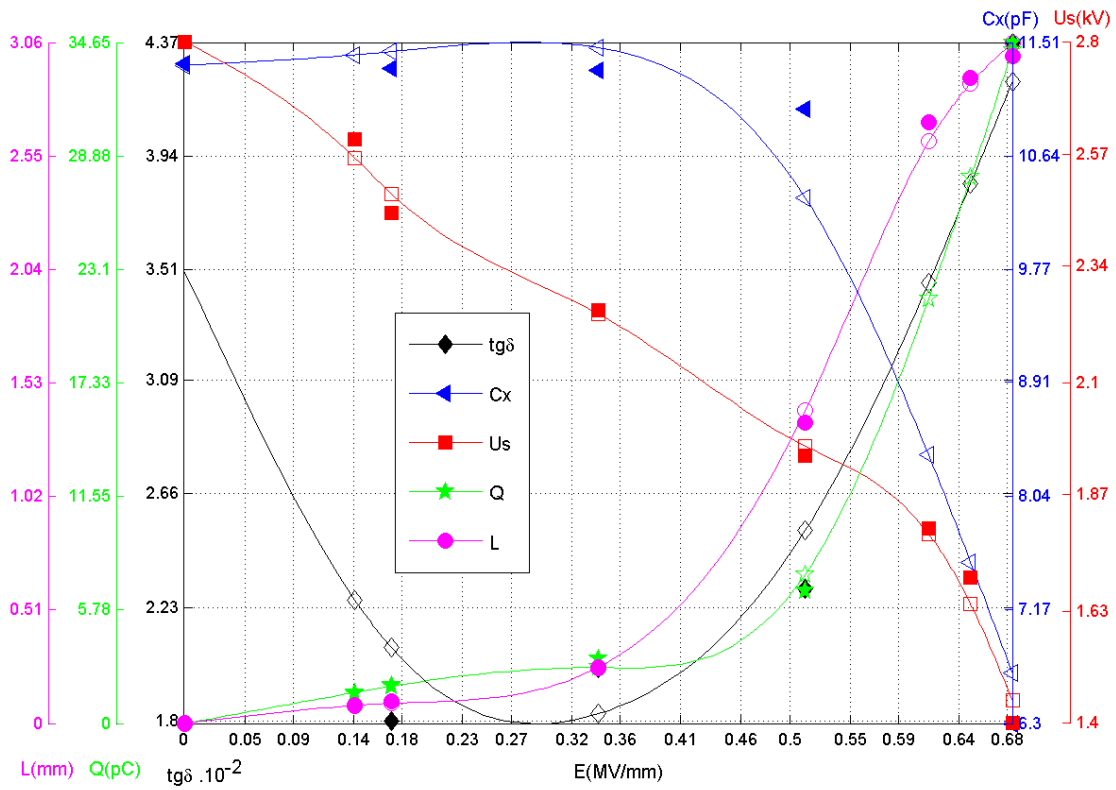


Figure III.28 : Corrélation des grandeurs physiques mesurées en fonction de la contrainte de champ appliquée à $t_E=40$ mn et $t_T=0$ h

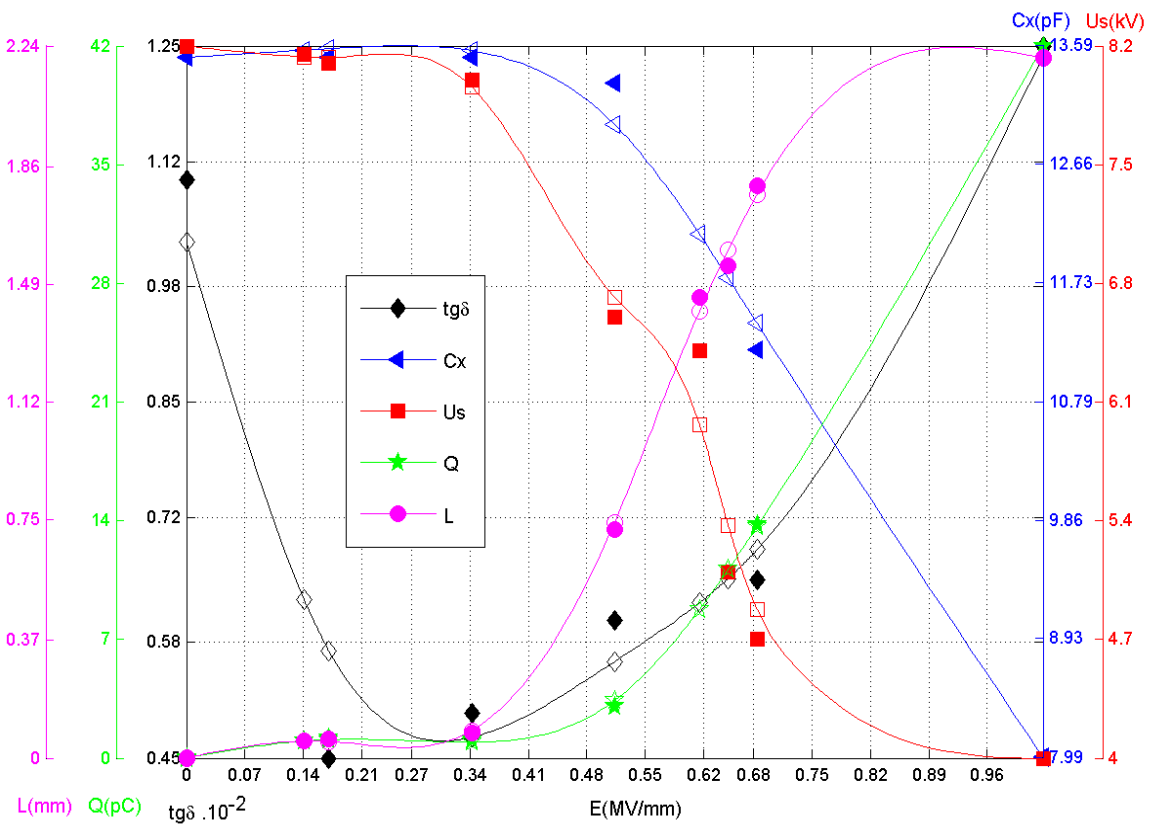


Figure III.29 : Corrélation des grandeurs physiques mesurées en fonction de la contrainte de champ appliquée à $t_E=40$ mn et $t_T=100$ h

III.3 Conclusion

Il ressort des résultats des essais électriques exposés dans ce chapitre, que la dégradation de l'EPDM par l'arborescence électrique est gouvernée par la valeur de la contrainte du champ électrique qui lui est appliqué. Toutefois, l'exposition du matériau à un thermo-traitement pendant une courte durée de 100 heures, à une température $T^{\circ}=100$ °C, améliore les caractéristiques diélectriques de ce matériau.

Nous avons constaté expérimentalement que plus la valeur du champ électrique appliqué est élevée et le temps de vieillissement électrique est long, plus le facteur de dissipation est important, impliquant une réduction de la capacité de l'isolant et de la tension seuil d'apparition des décharges partielles. Par conséquent, les décharges partielles s'intensifient, d'où une progression rapide de l'arborescence, ce qui écourte le temps de claquage de l'isolation en EPDM.

Il ressort également de cette étude qu'il existe une corrélation étroite entre la dégradation du matériau, la longueur de l'arborescence, la quantité de charge générée, (respectivement du courant de décharge correspondant), la tension seuil d'apparition des décharges partielles, le facteur de perte et la capacité du matériau. Cette corrélation nous permet à tout moment de connaître le stade d'évolution du défaut, connaissant la quantité de l'une des grandeurs électriques mesurées ; soit Q , U_s , $tg\delta$ et C_x , ce qui reviendrait à faire une appréciation sur l'état de l'isolation.

L'amélioration des performances électriques de l'EPDM, suite au traitement thermique, comme la dégradation de ses caractéristiques diélectriques, suite à l'évolution du défaut (arborescence), sous champ électrique, traduit une modification de sa structure moléculaire. Et pour comprendre le comportement à cette échelle de ce matériau, nous consacrerons le chapitre IV à la présentation des différentes techniques d'analyses chimiques, permettant d'atteindre cet objectif.

CHAPITRE IV

TECHNIQUES DES ANALYSES CHIMIQUES

A la suite de la caractérisation physique du matériau EPDM, qui a fait l'objet des chapitres II et III, nous consacrons le présent chapitre à la présentation des différentes techniques d'analyses chimiques utilisées et à l'interprétation des spectres/résultats avec des échantillons d'EPDM sain, traité thermiquement et dégradé électriquement.

IV.1 Introduction

Les résultats des essais de vieillissement électrique de l'EPDM ont révélé une nette dégradation des caractéristiques électriques de ce matériau. Néanmoins, un traitement thermique de courte durée, à une température de 100 °C, a considérablement amélioré ces dernières. Ce comportement électrique pourrait être directement lié à une modification structurale à l'échelle moléculaire du polymère.

L'évolution des grandeurs moléculaires liée aux modifications chimiques induites par le vieillissement du polymère peut être accessible par divers moyens d'analyse habituels, telles que l'hydrophobicité [Vla97, Row07b], la caractérisation structurale et de surface par l'analyse spectroscopique infra rouge à transformée de Fourier (FTIRA) [Vla97, Bla98, Bir99], la microscopie électronique à balayage (MEB), la spectroscopie calorimétrique différentielle (DSC), la spectroscopie RMN [Ass01], l'ablation laser [Sor07et Pin06], l'analyse de l'image [Sor07, Tok04], etc... Néanmoins, dans les cas qui nous intéressent, les techniques qui apparaissent comme l'outil le plus simple à mettre en œuvre, sont utilisées et décrites dans ce chapitre [Dar07, Sko97, Fae04].

Il s'agit, dans ce qui suit, de suivre le comportement à l'échelle moléculaire de ce polymère, par une série d'analyses chimiques (MEB, FTIR, ATG/ATD et DRX), afin de le caractériser et de voir l'effet de la dégradation électrique et du traitement thermique sur la microstructure de ce matériau. Nos analyses chimiques sont réalisées au laboratoire de Génie des Procédés de l'université A.MIRA de Béjaia.

IV.2 Les techniques d'analyses chimiques

IV.2.1 La microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une analyse qui permet de voir clairement les modifications opérées dans la structure du matériau, ceci, d'une part, par une analyse de surface permettant la prise de photos des arborescences avec un agrandissement de 5000 fois, et la détermination des éléments chimiques existants dans le mélange qui constitue l'échantillon ainsi que leurs taux, par la microanalyse, d'autre part. L'appareil utilisé est le quanta 200, qui se compose principalement de la colonne et de l'écran cathodique, représentés à gauche et à droite, respectivement, du schéma de base du MEB donné en figure (IV.1).

➤ Principe de base

Un faisceau très fin d'électrons, monocinétique, balaie la surface d'un échantillon où se produisent des interactions détectées par un capteur qui contrôle la brillance d'un oscilloscope cathodique, dont le balayage est synchronisé avec celui du faisceau d'électrons ; on peut ainsi comparer le MEB à un système de télévision en circuit fermé.

Le contrôle de la densité du faisceau d'électrons est assuré par réglage de la divergence d'une lentille "condenseur". Le faisceau lumineux balaye la surface de l'échantillon en se déplaçant suivant des lignes xx' qui se décalent parallèlement à elles mêmes selon la direction y .

Le faisceau d'électrons est focalisé exactement sur la surface de l'échantillon avec une résolution maximale (capacité à séparer deux points) et une grande correction des aberrations, en particulier l'astigmatisme.

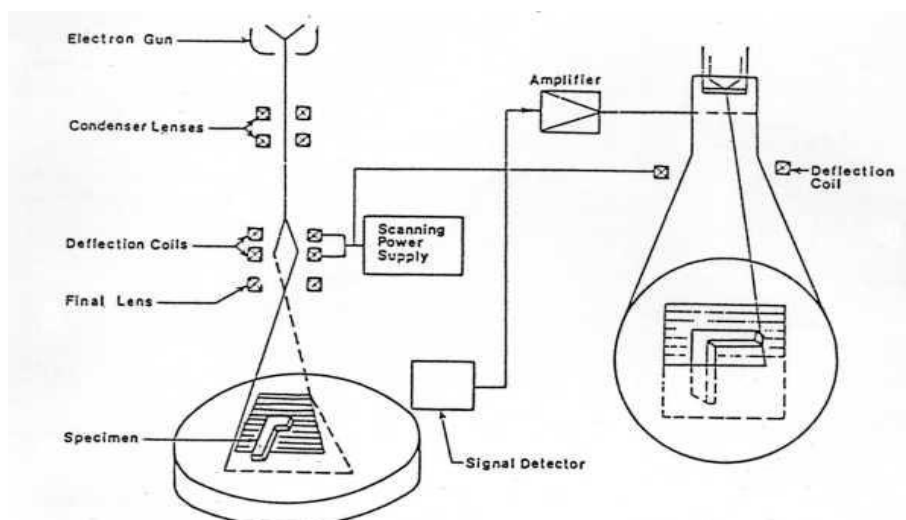


Figure IV.1 : Schéma de base du MEB

➤ **préparation des échantillons**

Les observations au microscope sont entreprises sur de minces films d'EPDM découpés avec l'ultra microtome Leitz Wetzlar. Les fragments de l'échantillon découpés à l'endroit de la dégradation (arborescence) sont analysés (figure IV.2 a et b). La longueur l des arborescences est alors mesurée, sa forme déterminée et photographiée, avec un facteur d'agrandissement de 5000. Les longueurs sont tolérées à $\pm 0,5 \cdot 10^{-7}$ m.

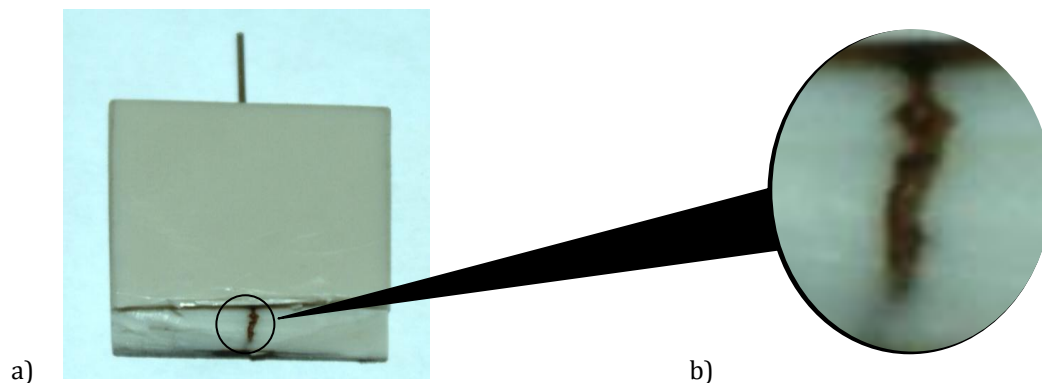


Figure IV.2 : Photos de l'échantillon d'EPDM dégradé (a) et Zone dégradée (arborescence) (b)

Pour une meilleure netteté d'image et pour plus de précision des résultats de mesure des diamètres des canaux d'arborescence, nous avons réalisé la fracture des échantillons avec de l'azote liquide. Ceci consiste à plonger l'échantillon dans un bain d'azote liquide refroidi à -175 °C pendant environ une minute, avant d'effectuer la fracture. La figure (IV.3) montre une photo de l'ensemble du dispositif MEB.

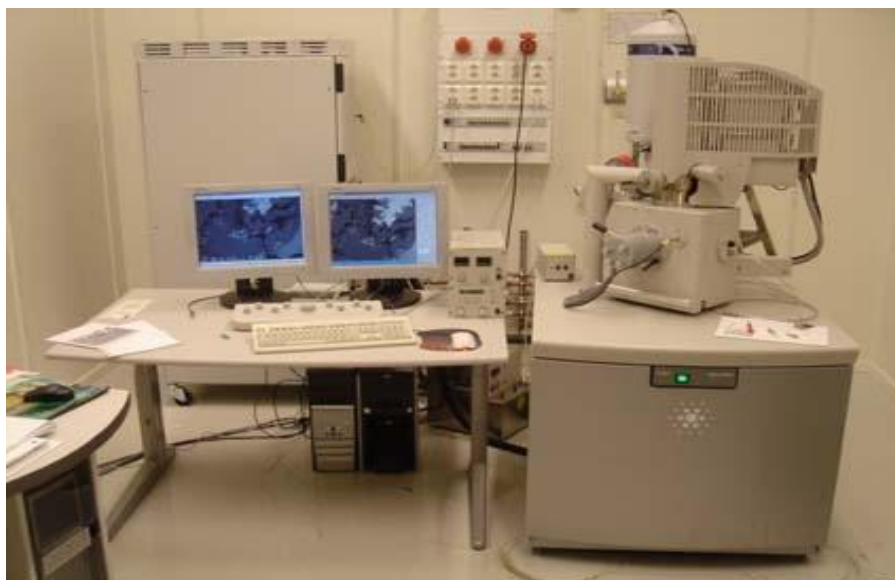
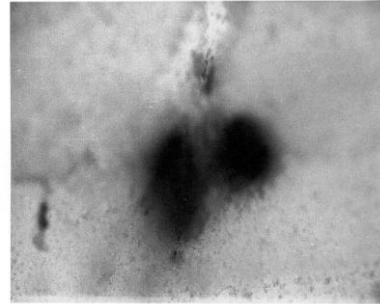
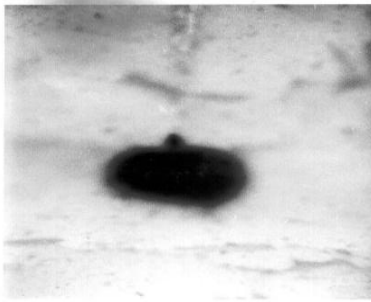


Figure IV.3 : Photo d'ensemble du Microscope Electronique à Balayage (MEB)

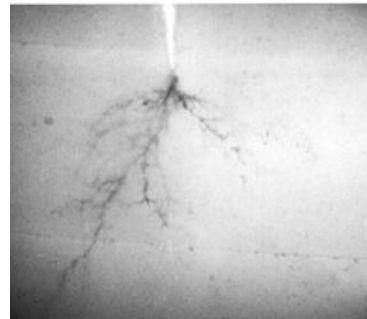
➤ **L'analyse de surface**

L'analyse de la morphologie, effectuée au moyen du microscope électronique à balayage (MEB) a révélée trois formes distinctes d'arborescences initiées à l'extrémité de l'électrode pointe et dépendant étroitement de la valeur de la contrainte du champ électrique appliquée au matériau ; soient les formes buisson (ou buisson multiples), buisson-branche et branche illustrées sur les figures IV.4 a, b et c, respectivement.

L'arborescence se propage de l'aiguille vers le plan opposé relié à la masse, suivant la direction du champ électrique, donc dans le plan de la direction de la contrainte de pression électrostatique qui représente l'ultime faiblesse mécanique provoquant l'augmentation de la vitesse de propagation des canaux d'arborescence.



a) arborescence en buisson



b) arborescence en Buisson- branche

c) arborescence en branche

Figure IV.4 : Formes d'arborescences observées à $U= 10$ kV (a), 15 kV (b) et 20 kV (c), respectivement avec $d= 3$ mm et $r= 8$ μ m

Ces observations ont également montré que L'initiation de l'arborescence est caractérisée par la formation d'une arborescence à branche unique. Le claquage est provoqué par la remontée d'un filament de l'électrode reliée à la terre vers l'électrode haute tension appelé "canal de retour" (figure IV.5). Le filament prend naissance à partir d'un micro-canal pontant l'isolation, puis se propage indépendamment du canal qui lui a donné naissance. La perforation a lieu lorsque, sous l'action des décharges partielles qui s'allument entre l'électrode mise à la terre et l'extrémité du canal de retour, le diamètre du filament aura grossi et son extrémité aura progressé jusqu'à interagir avec les canaux proches de l'électrode haute tension (Figure IV. 6). Ces observations confirment la thèse que malgré l'existence de nombreux filaments ayant atteint l'électrode reliée à la terre, le claquage n'aura pas forcément lieu si le diamètre des canaux pontant l'isolation est faible.



Figure IV.5 : Canal de retour

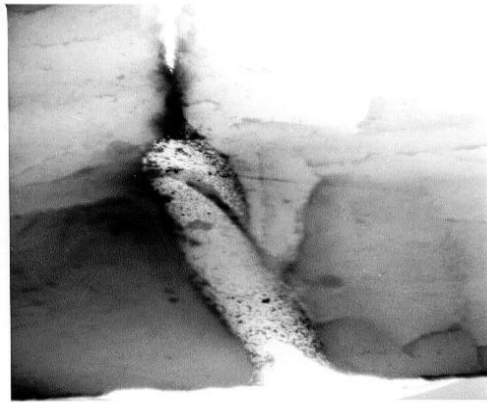


Figure IV.6 : Canal de claquage

Le diamètre du canal principal de claquage est de l'ordre de quelques centaines de micromètre ≈ 392 à $430 \mu\text{m}$ (figure IV.7). Le canal est d'autant plus large que la contrainte de champ appliquée est moins intense et l'arborescence plus dense.

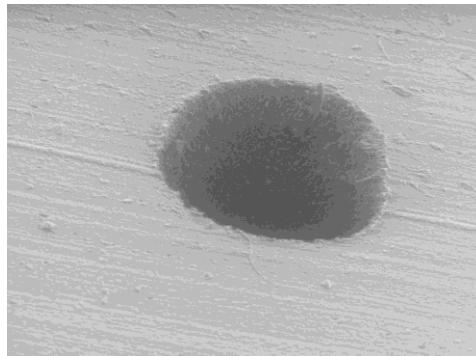
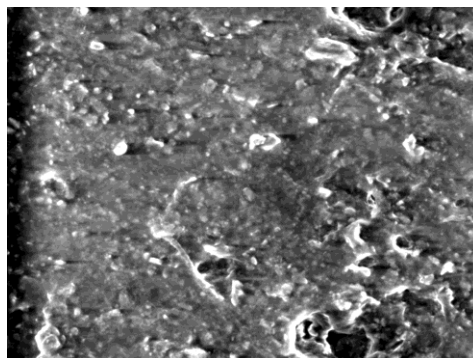
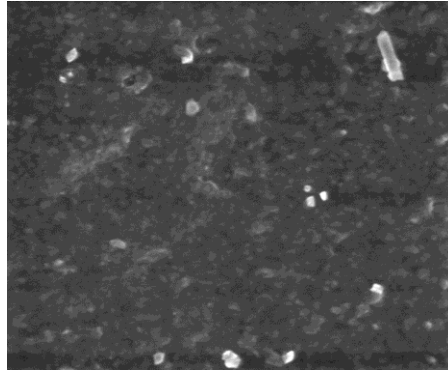


Figure IV.7 : Section transversale du canal d'arborescence développé dans l'échantillon d'EPDM dégradé à faible champ ($R=10 \mu\text{m}$, $d=3 \text{ mm}$ et $U=5 \text{ kV}$)

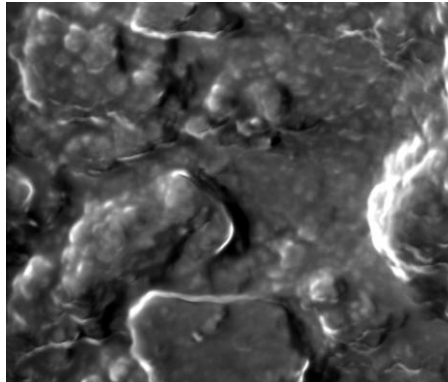
La surface interne des canaux d'arborescences est de couleur noirâtre et présente un aspect spongieux, accentués à mesure que la contrainte du champ électrique devient importante (figure IV.8. a, c et d). Le traitement thermique à une température $T= 100 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant un temps $t_r= 100$ heures améliore l'état de surface de l'échantillon d'EPDM, en lui conférant une texture plus régulière relativement à l'état sain (figure IV.8.b)



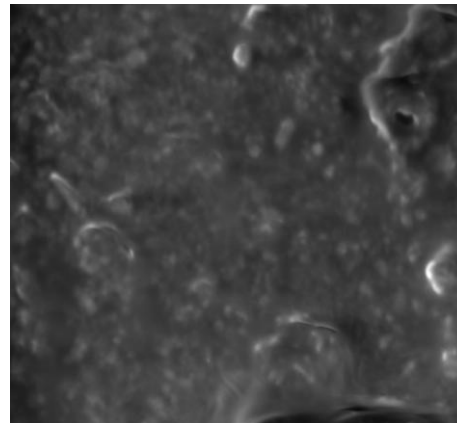
a) Etat de surface de l'échantillon d'EPDM Sain



b) Etat de surface de l'échantillon d'EPDM traité thermiquement à $T=100\text{ °C}$ pendant $t_T=100$ heures



c) Échantillon d'EPDM vieilli à faible champ ($d=3\text{ mm}$, $R=10\text{ }\mu\text{m}$ et $U=5\text{ kV}$)



d) Échantillon d'EPDM vieilli à fort champ ($d=3\text{ mm}$, $R=5\text{ }\mu\text{m}$ et $U=20\text{ kV}$)

Figure IV.8 : Images microscopiques de l'état de surface : (a) de l'échantillon d'EPDM sain, (b) traité thermiquement à $T=100\text{ °C}$ pendant $t_T=100$ heures et de l'intérieur du canal d'arborescence développé dans l'échantillon d'EPDM dégradés, (c) faible champ et (d) fort champ

Ces formes et diamètres dépendent fortement de la valeur du champ électrique à la pointe de l'électrode haute tension. Plus la contrainte de champ est intense, plus le canal est étroit et l'arborescence est moins touffue. Ainsi, l'arborescence se conforme à un buisson, un buisson-branche ou un filament, et celle-ci acquiert, de plus en plus, une grande facilité à pénétrer l'isolation d'où résulte des temps de rupture plus court (§III figure III.5).

Les valeurs du champ électrique maximum calculées en utilisant l'approximation hyperboloïdale et $d > 10\text{ r}$ donnée par l'expression de Mason [Mas55] (voir §II équation (II.4)) peuvent être corrélées avec les formes des arborescences initiées correspondantes, ce qui permet de faire la classification établie dans le tableau (IV.1).

Tableau IV. 1 : Corrélation entre formes, diamètres des canaux d'arborescences et valeurs maximales du champ électrique

Valeurs maximales du champ électrique	Formes d'arborescences	Diamètres des canaux de claquage (μm)
$E_{\text{max}} < 0,342 \text{ MV/mm}$	Buisson	435,12
$0.423 \text{ MV/mm} \leq E_{\text{max}} \leq 0,513 \text{ MV/mm}$	Buisson-branche	415,57
$E_{\text{max}} > 0,543 \text{ MV/mm}$	Branche	391,99

➤ La microanalyse

La microanalyse a permis de recenser les éléments chimiques constituant le matériau étudié et de déterminer leurs taux en (%) dans le mélange. Les figures IV.9, IV.10, IV.11 et IV.12 et les tableaux IV.2, IV.3, IV.4 et IV.5 correspondant, illustrent les résultats de la microanalyse. Une nette diminution des taux de carbone est enregistrée dans les mélanges des échantillons dégradés à faible et fort champ électrique, par rapport aux taux enregistré sur l'échantillon sain de référence.

Ceci laisserait supposer la rupture des liaisons C-C entre les groupements éthylène, propylène et diène, synonyme d'une scission de la chaîne moléculaire, ce qui pourrait expliquer la formation des canaux d'arborescence et la progression du défaut.

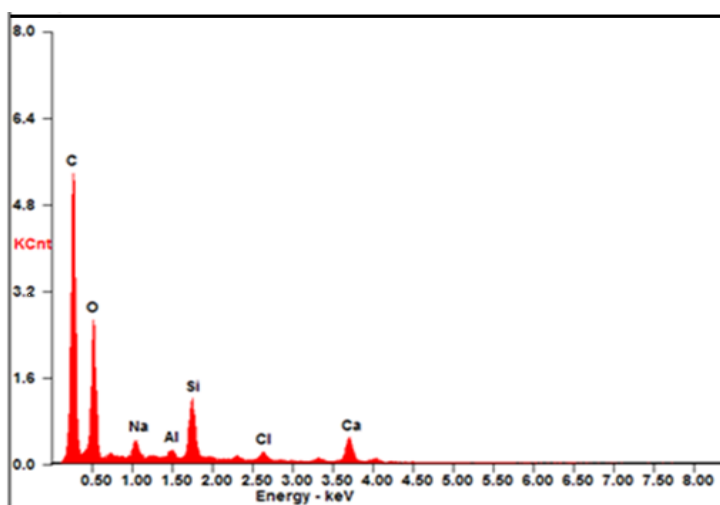
Ces résultats viennent renforcer les observations au microscope électronique à balayage, révélant un dépôt important de carbone sur la surface interne des canaux suite à l'occurrence des décharges partielles à l'intérieur de ces canaux.

De même, l'augmentation du taux d'oxygène, dans le mélange d'EPDM vieilli à faible champ, par rapport aux taux de référence (mélange sain), laisse supposer la formation des groupements carbonyles C=O, synonyme d'une oxydation du matériau. Alors qu'un vieillissement du matériau à fort champ, laisse apparaître une diminution du taux d'oxygène, dans le mélange d'EPDM, par rapport aux taux de référence (mélange sain), ce qui laisse supposer le détachement des groupements O-H, donc la libération de l'hydrogène et par là, la formation du gaz H_2 occlus dans les canaux d'arborescence.

La variation des taux des autres éléments du mélange d'EPDM, par rapport aux taux de référence (mélanges sains), justifie la perte de certains groupements liés aux adjuvants (plastifiants, lubrifiants).

La microanalyse n'a pas donné de résultats permettant d'expliquer l'amélioration des caractéristiques électriques du matériau, puisque le taux de carbone dans le mélange traité thermiquement est resté quasi constant relativement à l'état sain, quant à la diminution du taux d'oxygène dans ce cas, elle peut être liée à la perte de plastifiant.

La scission des chaînes C-C, la formation des groupements C=O et le détachement des groupements O-H pourraient être vérifiés par une analyse infra-rouge, ce qui fera l'objet de la partie suivante.

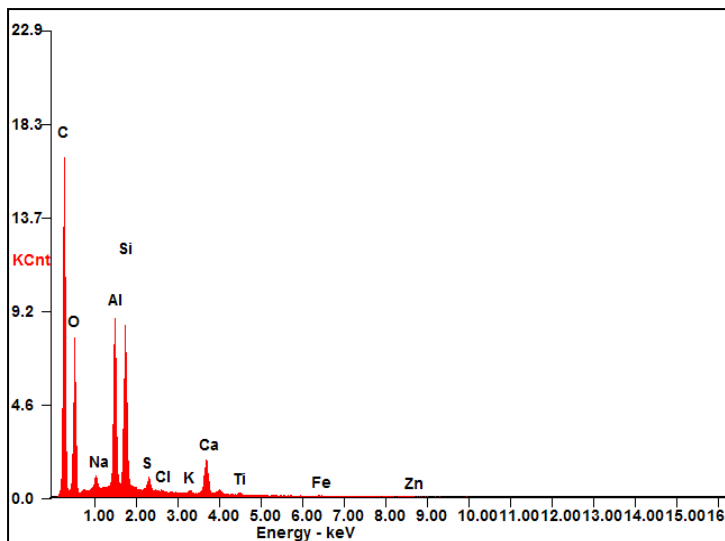


Spectre de la microanalyse

élément	Wt %
C	60,88
O	25,91
Al	00,64
Si	05,05
Cl	01,13
Ca	04,83

Tableau IV.2 : Taux des éléments chimiques dans le mélange d'EPDM sain

Figure IV.9 : Microanalyse de l'échantillon d'EPDM sain

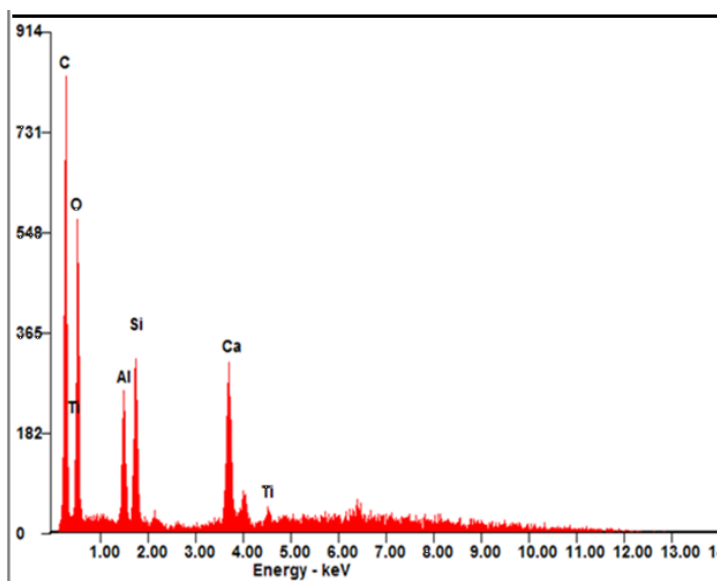


Elément	Wt %
<i>C</i>	60,53
<i>O</i>	20,46
<i>Na</i>	00,60
<i>Al</i>	06,68
<i>Si</i>	07,08
<i>S</i>	00,67
<i>Cl</i>	00,05
<i>K</i>	00,14
<i>Ca</i>	03,08
<i>Ti</i>	00,24
<i>Fe</i>	00,08
<i>Zn</i>	00,39

Spectre de la microanalyse

Tableau IV.3 : Taux des éléments chimiques dans le mélange d'EPDM traité thermiquement

Figure IV.10 : Microanalyse de l'échantillon d'EPDM traité thermiquement à $t_T=100$ h et $T^{\circ}=100$ °C

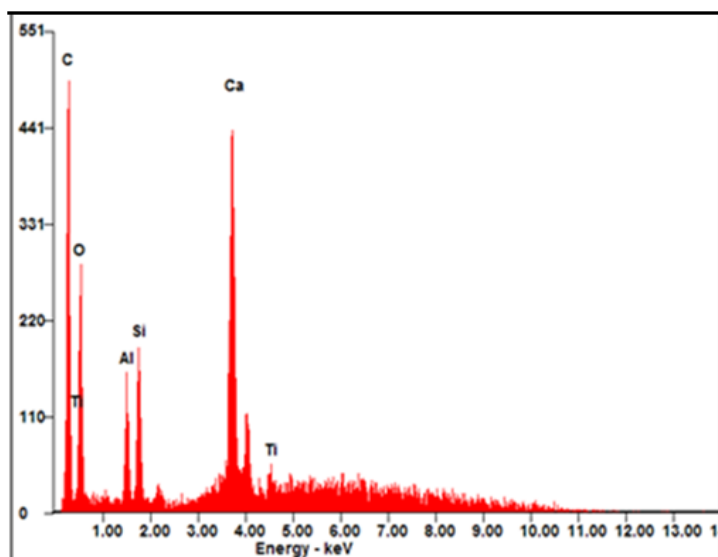


Elément	Wt %
<i>C</i>	44,49
<i>O</i>	27,15
<i>Al</i>	04,66
<i>Si</i>	06,55
<i>Ca</i>	15,04
<i>Ti</i>	02,11

Spectre de la microanalyse

Tableau IV. 4 : Taux des éléments chimiques dans le mélange d'EPDM vieilli à faible champ

Figure IV.11 : Microanalyse de l'échantillon d'EPDM vieilli à faible champ ($d=3$ mm, $R=10$ μ m et $U=5$ kV)



Elément	Wt %
C	36,78
O	22,39
Al	03,53
Si	04,60
Ca	29,41
Ti	03,29

Spectre de la microanalyse

Tableau IV.5 : Taux des éléments chimiques dans le mélange d'EPDM vieilli à fort champ

Figure IV.12 : Microanalyse de l'échantillon d'EPDM vieilli à fort champ (d=3 mm, R=5 µm et U=20 kV)

Le tableau (IV.6) résume les résultats de la microanalyse.

Tableau IV.6 : Taux des éléments chimiques dans le mélange d'EPDM sain, traité thermiquement, et vieilli électriquement à (d=3 mm, R=10 µm et U=5 kV) et (d = 3 mm, r = 5 µm and U = 20 kV)

Eléments	Taux des éléments chimiques dans le mélange d'EPDM (%)			
	Sain	Traité thermiquement	Vieilli	
			A faible champ	A fort champ
C	60,88	60,53	44,49	36,78
O	25,91	20,46	27,15	22,39
Si	05,05	07,08	06,55	04,60
Cl	01,13	00,05	/	/
Ca	04,83	03,08	15,04	29,41

IV.2.2 La spectroscopie Infra-Rouge (FTIR)

La spectroscopie Infra rouge à Transformée de Fourier (ou FTIR : Fourier Transformed InfraRed spectroscopy) permet via la détection des vibrations dites « fréquences de groupe », caractéristiques de la présence d'un groupement chimique dans la molécule étudiée, d'effectuer l'analyse des fonctions chimiques présentes dans le matériau. Elle est basée sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé [Sko97, Fae04].

Cette analyse est réalisée par un spectroscope infrarouge à transformée de Fourier de type IRAffinity-1 accompagné du logiciel de traitement de données IRsolution, offrant une gamme spectrale de 7800 à 350 cm⁻¹ et une résolution maximale de 0,5 cm⁻¹. Il est constitué de quatre éléments fondamentaux : la source infrarouge, un interféromètre, un détecteur et l'électronique de calcul (figure IV.13)

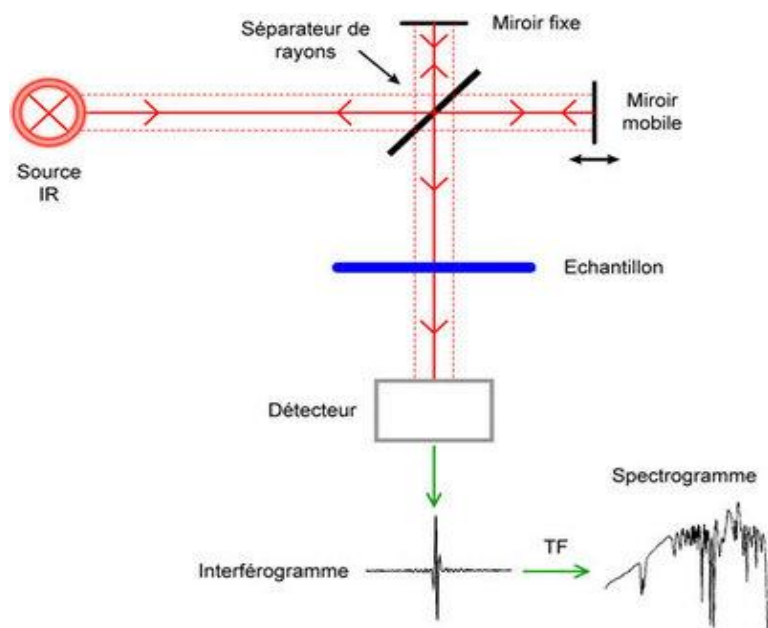


Figure IV.13 : Schéma de principe de l'analyse par spectroscopie d'absorption infrarouge

➤ Principe de base

La source ETC (Electronically Temperature Controlled) émet dans le centre infrarouge, et la totalité du rayonnement est envoyé vers l'interféromètre. L'intensité du rayonnement de la source est divisée en deux : 50 % retournent à la source et 50 % (deux fois 25 %) sont recombinés de manière cohérente et envoyés vers l'échantillon. L'intensité des interférences créées par le séparateur de rayons est enregistrée par le détecteur (en fonction de la différence de marche induite par le déplacement du miroir mobile (c.à.d. en fonction du temps) pour constituer un interférogramme. La transformée de Fourier de cet interférogramme permet d'obtenir un graphe dans l'espace des fréquences qui est directement exploitable.

➤ Préparation des échantillons

Les échantillons d'EPDM sain, traité thermiquement ou vieilli électriquement sont broyés et quelques milligrammes (0,003 g) de la poudre obtenue sont mélangés à une poudre de KBr (bromure de potassium) pour supprimer les effets de diffusion des gros cristaux. Ce mélange poudreux est ensuite comprimé dans une presse pendant sept minutes afin de fournir une pastille translucide au travers de laquelle un faisceau du spectromètre peut passer. A noter que dans le cas des échantillons vieillis, seule la zone dégradée est prélevée de l'échantillon pour la préparation des pastilles.

L'échantillon est soumis à un rayonnement électromagnétique dans la gamme de longueur d'onde du centre infrarouge ($2,5 \mu\text{m} < \lambda < 50 \mu\text{m}$). Le champ électrique induit par l'onde électromagnétique peut interagir avec un moment dipolaire d'une entité moléculaire présente dans le matériau. Lorsque la fréquence du champ coïncide avec la fréquence de vibration d'un mode propre de la molécule, l'interaction créée engendre la vibration de certaines liaisons et l'absorption de l'énergie de l'onde excitatrice correspondante.

La fréquence à laquelle est absorbé le rayonnement dépend de la nature des liaisons, de la masse des atomes concernés et de l'environnement proche du groupement considéré.

Par convention, les spectres infrarouges obtenus expérimentalement ne sont pas indexés en longueur d'onde λ ou en fréquence f mais en nombre d'onde ν exprimé par :

$$\nu (\text{cm}^{-1}) = \frac{10^4}{\lambda (\mu\text{m})} \quad (\text{IV.1})$$

$$f (\text{Hz}) = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{F}{m}} \quad \text{ou} \quad \nu (\text{cm}^{-1}) = \frac{1}{2.10^2 \pi \cdot c} \sqrt{\frac{F}{m}} \quad (\text{IV.2})$$

Où F est la constante de force, m est la masse réduite, c est la célérité des radiations électromagnétiques dans le vide. Les mesures sont réalisées en transmission totale avec une incidence normale dans une gamme de nombres d'onde de 4000 à 400 cm^{-1} avec une résolution de 4 cm^{-1} et 120 balayages par spectre.

➤ Les spectres d'analyses FTIR

Le spectre de variation de l'absorbance A (unité arbitraire de la quantité de lumière réfléchie par le matériau), en fonction de la fréquence de bombardement du matériau par le rayonnement infrarouge, a mis en évidence la présence de différents groupements chimiques et les types de liaisons existant dans l'EPDM, caractérisés par un ou plusieurs pics apparaissant sur une plage de fréquence (ou du nombre d'onde ν (cm^{-1})) bien spécifique. Ces spectres infrarouge sont déterminés pour six échantillons, dont quatre ont été vieillis sous l'effet du champ électrique de différentes intensités (U et r variables à $d=3$ mm), le cinquième a subi un thermo- traitement de courte durée (à $t_T=100$ heures et $T^\circ=100$ °C) et le sixième échantillon sain, fait office de référence.

En fonction de l'énergie disponible, définie par l'intensité du champ électrique appliqué au matériau, des liaisons chimiques sont établies ou rompues.

A champ électrique appliqué faible à modéré, des vibrations sont enregistrées sur la bande 3100 à 3400 cm^{-1} , liées à la rupture des liaisons C-H des groupements éthylènes (figure IV.14). Ceci explique le renforcement des doubles liaisons C=C et C=O des carbonyles qui se manifestent par les vibrations enregistrées sur les bandes 1600 à 1680 cm^{-1} (figure IV.15), et 1700 à 1800 cm^{-1} (figure IV.16), respectivement. Ce comportement est accentué par le traitement thermique de courte durée à une température $T=100$ °C subi par l'échantillon.

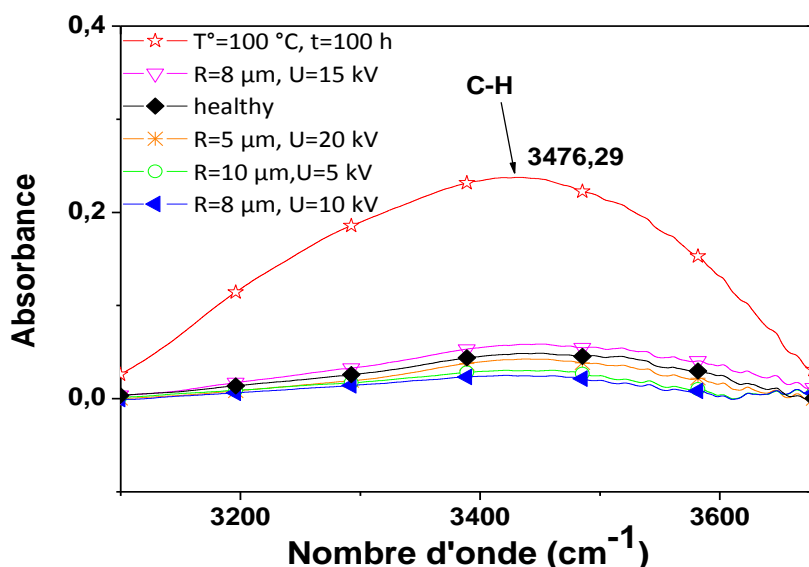


Figure IV.14 : Zone spécifique au groupement C-H des échantillons d'EPDM d'épaisseur $d=3$ mm

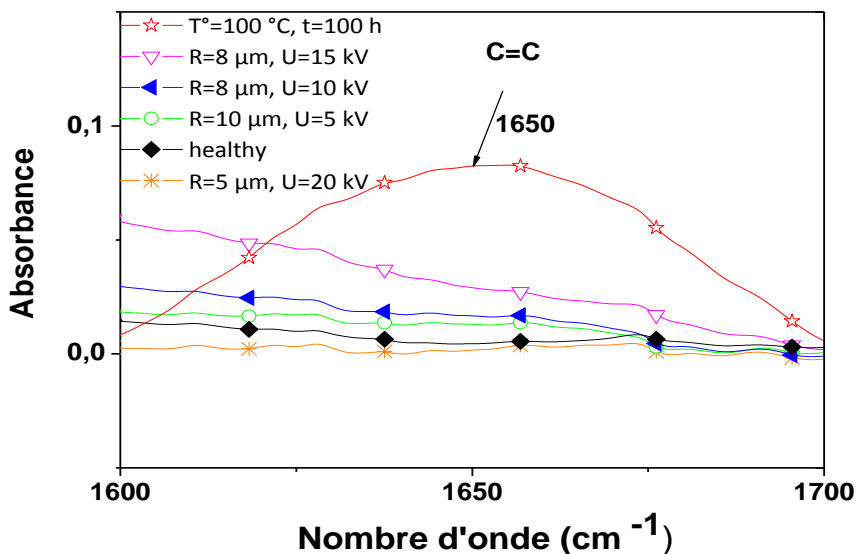


Figure IV.15 : Zone de vibration des doubles liaisons C=C des échantillons d'EPDM

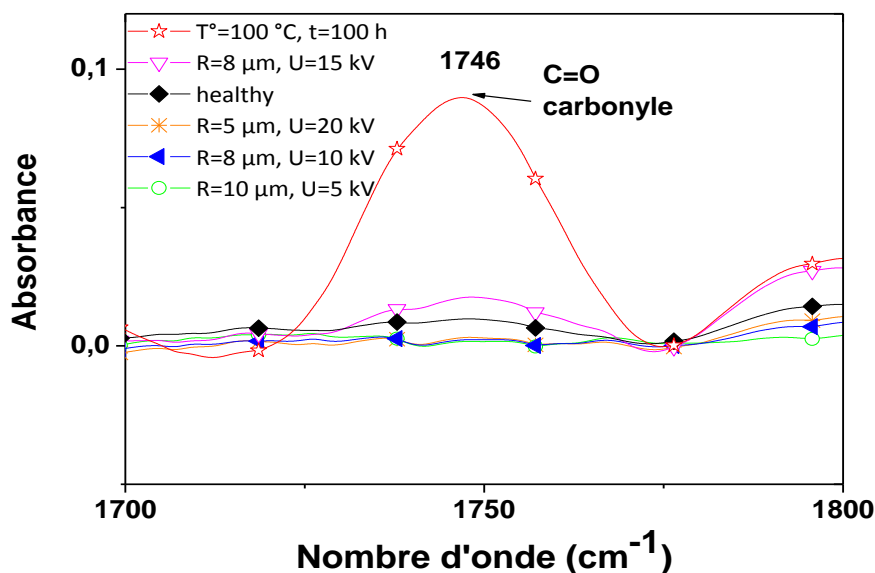


Figure IV.16 : Zone de vibration des liaisons C=O spécifiques des carbonyles des échantillons d'EPDM

Alors qu'à champ électrique fort à modéré, synonyme d'une grande quantité d'énergie disponible, des liaisons C-H sont renforcées et des groupements libres CH₃ des méthyles sont formés (voir figures IV.17 et IV.18 relatives aux intervalles 1300 à 1550 cm⁻¹ et 1000 à 1300 cm⁻¹ respectivement, liés à la formation de ce types de liaisons).

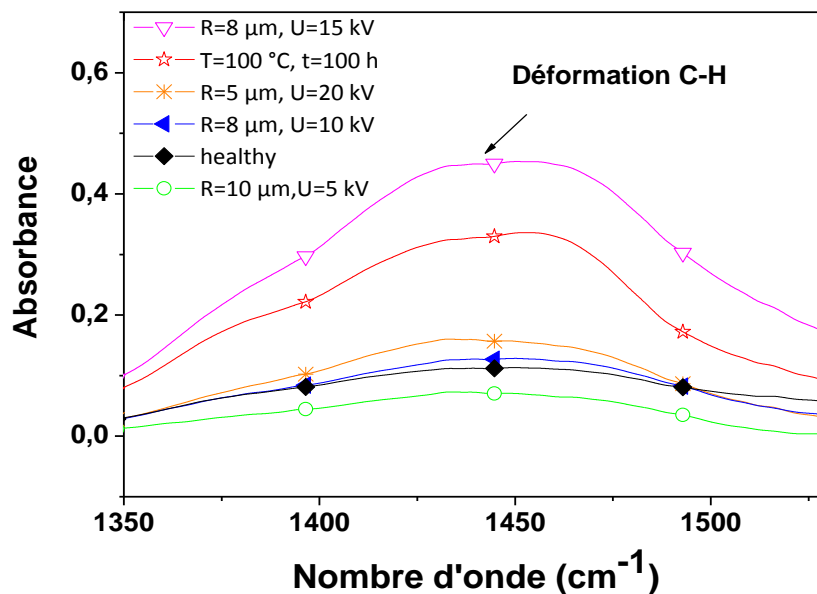


Figure IV.17 : Zone de vibration de la liaison C-H des échantillons d'EPDM d'épaisseur d=3 mm

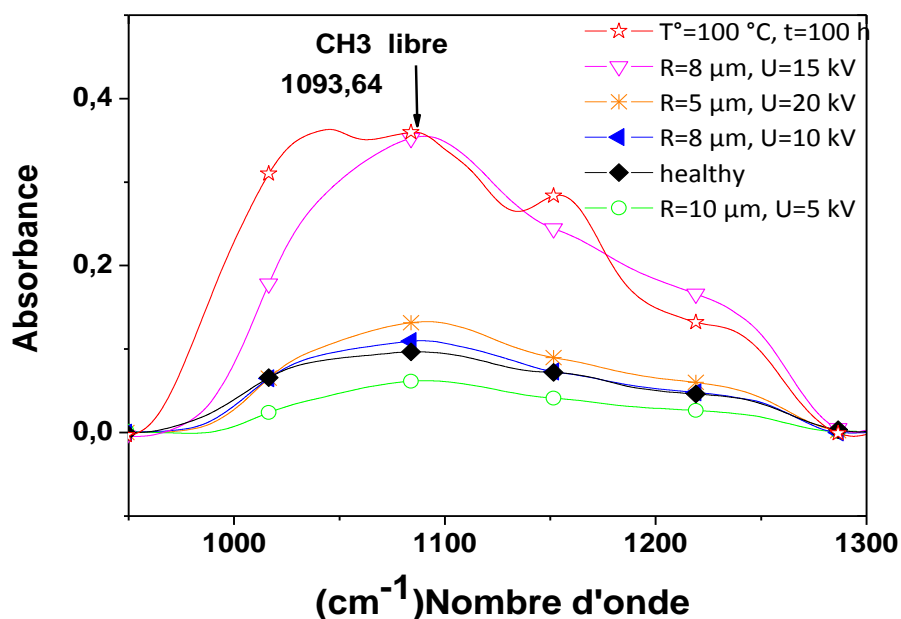


Figure IV.18 : Zone de vibration de CH₃ libre spécifique des méthyles des échantillons d'EPDM d'épaisseur d=3 mm

Les pics parus sur la plage 2840 cm⁻¹ à 3000 cm⁻¹ correspondent à la vibration des groupements O-H (figure IV.19). Ce résultat vient renforcer l'hypothèse émise, suite à la diminution du taux d'oxygène dans le mélange de l'EPDM vieilli à fort champ, révélée par la microanalyse MEB, et qui serait remise à un détachement de ce type de groupement,

A faible fréquence $\nu \leq 800$ cm⁻¹, nous retrouvons les pics relatifs à la vibration des groupements (CH₂)_n spécifiques des éthyles (figure IV.20).

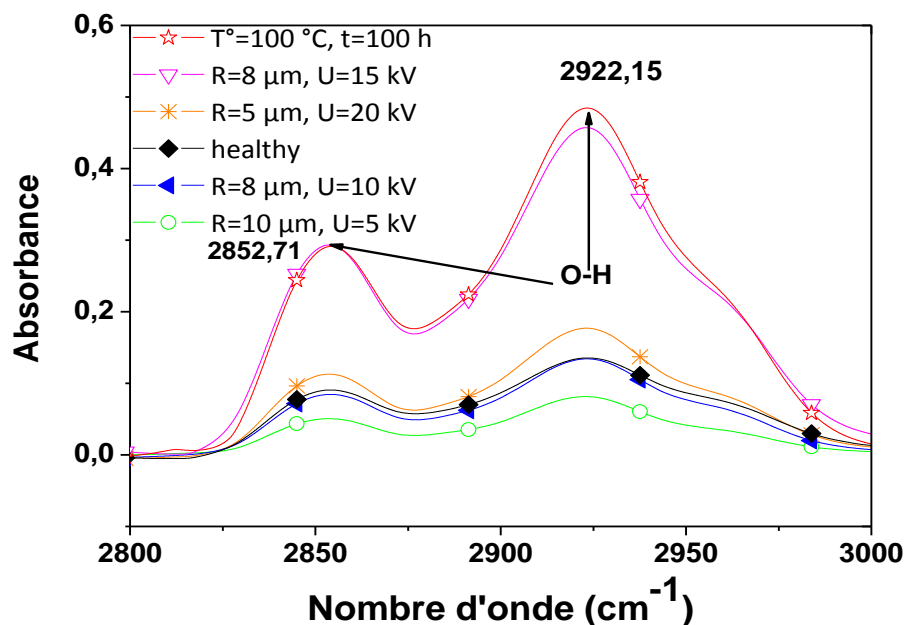


Figure IV.19 : Zone de vibration de la liaison O-H des échantillons d'EPDM d'épaisseur d=3 mm

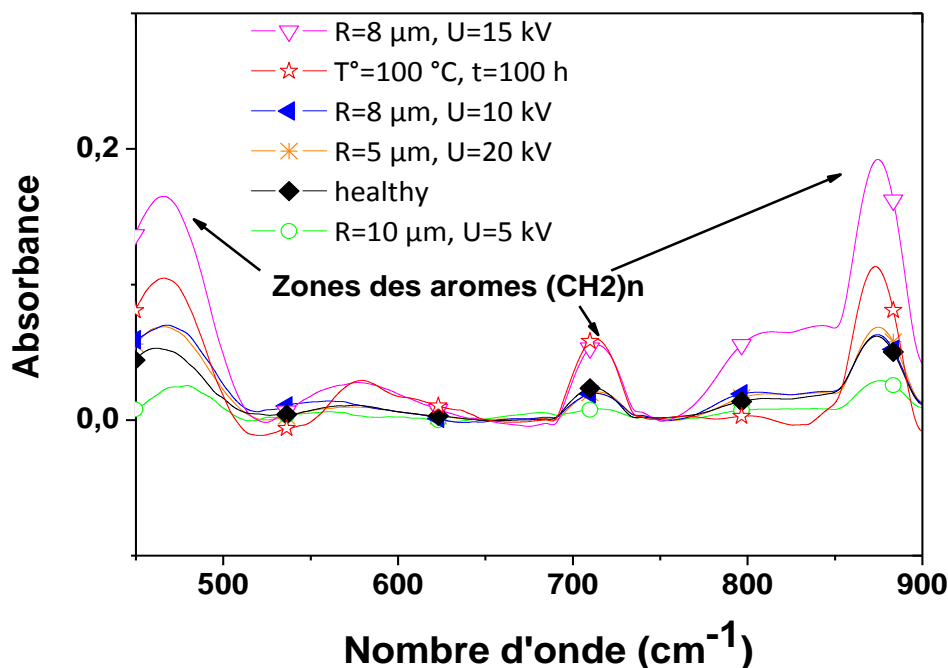


Figure IV.20 : Zone de vibration de $(CH_2)_n$ spécifique des éthyles des échantillons d'EPDM d'épaisseur $d=3$ mm

La méthode développée par WEI [Lov61], qui consiste à calculer le rapport des intensités d'absorbance A de la bande caractéristique de la vibration d'un groupement méthyle isolé 1087 cm^{-1} (figure IV.18) et celle spécifique aux unités éthylènes 873 cm^{-1} (figure IV.20) donnée par l'équation (IV.3), nous a permis de déterminer le taux de propylène dans l'échantillon d'EPDM dégradé relatif à celui de l'échantillon sain de référence.

$$\text{Log}_{10} \left(\frac{A_{1087}}{A_{873}} \right) = A_{1087} \cdot C - A_{873} \tag{IV.3}$$

Avec C le pourcentage molaire en unité propylène dans l'élastomère.

Le résultat de calcul (figure IV.21) a révélé une forte diminution du taux de propylène dans la composition du matériau dégradé, relativement à l'échantillon sain de référence, dans le cas d'un vieillissement à fort champ électrique. Toutefois une augmentation de ce taux est enregistrée à très faible champ électrique, correspondant à l'amélioration des propriétés électriques du matériau; soient : $\text{tg}\delta$, C_x , U_s et Q .

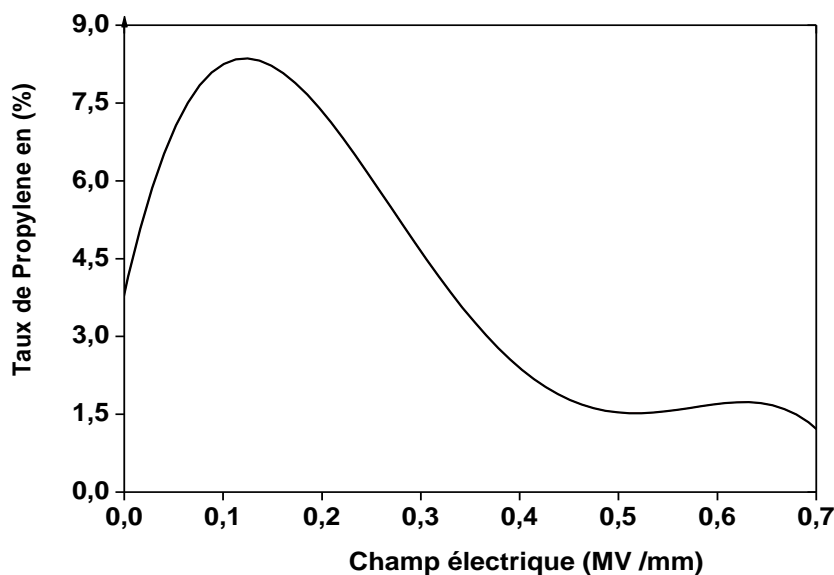


Figure IV.21 : Taux de propylène dans les échantillons d'EPDM vieillis par rapport à l'état sain en fonction du champ électrique appliqué

II.2.3 Les analyses thermogravimétriques et thermique différentielle (ATG/ATD)

L'analyse thermogravimétrique (ATG) consiste en la mesure de la variation de masse d'un échantillon en fonction de la température, et par l'analyse thermique différentielle (ATD), on étudie la différence de température entre un échantillon en cours d'étude et un échantillon de référence [Sko97, Fae04].

Les analyses ATG/ATD permettent de déterminer les températures de dégradation thermique (la température initiale de décomposition (T_i), la température de dégradation maximale (T_m) et la température finale de décomposition (T_f)) des échantillons d'EPDM, ce qui permettra de voir l'impact de la température sur la stabilité thermique du matériau étudié.

Ces analyses thermiques sont réalisées sous atmosphère contrôlée inerte et dans une gamme de température allant de 20 à 1600 °C programmée à 90 °C/mn.

➤ Principes de base

L'appareil de mesure se compose essentiellement d'une enceinte étanche permettant de contrôler l'atmosphère de l'échantillon, d'un four permettant de gérer la température, d'un module de pesée (microbalance), d'un thermocouple pour mesurer la température et d'un ordinateur permettant de contrôler l'ensemble et d'enregistrer les données.

La figure ci-dessous (figure IV.22) illustre l'appareil de type Setaram TG-DTA 92B, et ses différents organes principaux, utilisé pour l'analyse thermique des échantillons d'EPDM.

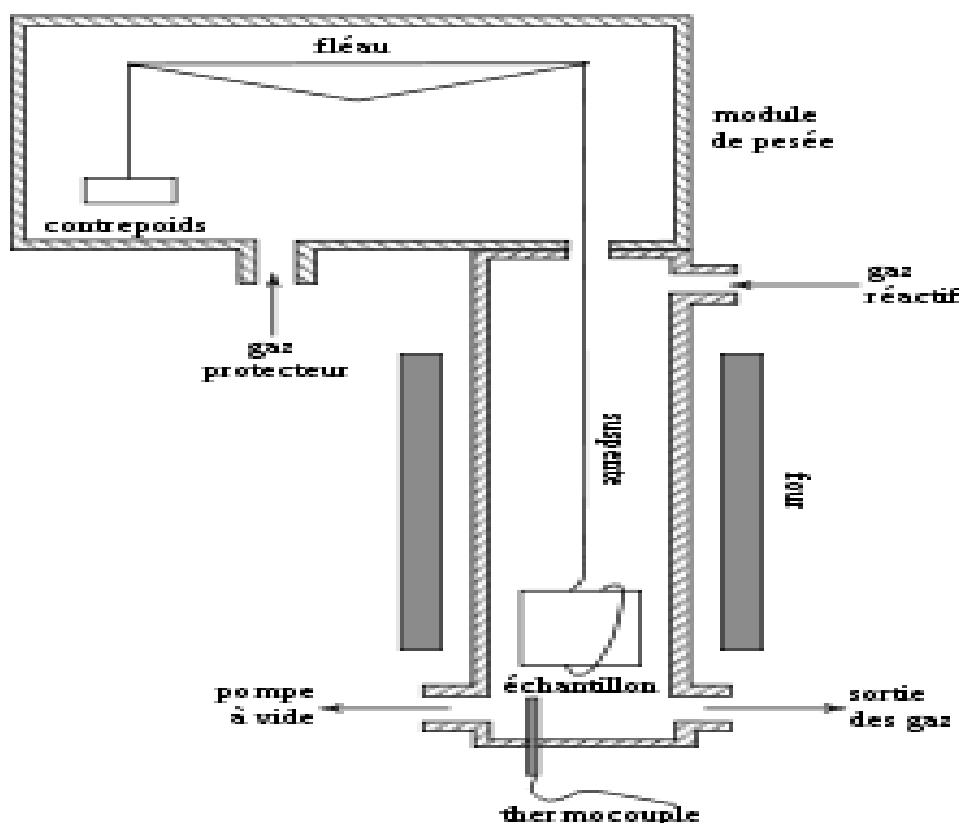


Figure IV.22 : Représentation schématique de l'appareil type Setaram TG-DTA 92B de l'ATG/ATD

L'enregistrement des variations de la masse (ATG) consiste à maintenir le fléau de la balance en position horizontale et à mesurer la force nécessaire à cela. L'équilibre entre l'ensemble suspente-échantillon et le contrepoids est assuré par un électroaimant. Le courant nécessaire pour le maintien de l'équilibre est traduit en mesure de masse.

Dans le cas de l'ATD, deux échantillons subissent un programme de température préalablement fixés, les signaux positifs correspondent à une transformation avec libération d'énergie « de chaleur » : réaction

exothermique. Les signaux négatifs signifient une consommation d'énergie : réaction endothermique. La différence de température T° entre l'échantillon étudié et l'échantillon de référence est amplifiée et enregistrée en fonction du temps ou de la température.

Ces deux analyses ATG et ATD sont réalisées suivant les caractéristiques techniques données ci-dessous :

- gamme de température : 20 à 1600 °C ;
- programmation de température : 0,01 à 99,99 °C/mn ;
- atmosphères contrôlées, inertes ou réactives ;
- portée de la balance: 20 g ;
- gamme de la balance : 0,1 à 400 mg ;



Figure IV.23 : Photo d'ensemble de l'appareillage de l'ATG/ATD

➤ Les thermo-grammes de l'ATG/ATD

Le thermo-gramme de l'ATD (figure IV.24), donnant les variations de la vitesse de dégradation thermique du matériau, en terme de pourcentage de perte de masse, montre que la dégradation thermique de l'EPDM commence à la température $T_i=211,5$ °C.

Le thermo-gramme de l'ATG (figure IV.25) montre une bonne tenue thermique de l'EPDM (sain et dégradé), s'étendant jusqu'à une température de traitement $T_t= 310$ °C. Au delà de cette valeur, on enregistre une chute brutale de cette propriété jusqu'à une température de dégradation maximale $T_m = 411,5$ °C, qui se traduit par une perte de masse importante. Il s'en suit alors un ralentissement de la perte de masse, traduit par un changement de pente de la stabilité thermique, qui continue jusqu'à la rupture thermique du matériau, qui se produit au voisinage de sa température de fusion $T_f= 459,5$ °C.

Le vieillissement électrique n'affecte les propriétés thermiques de l'EPDM qu'à une température élevée de 405 °C auquel cas, on observe une différence de perte de masse d'environ 3 %. Cette différence, qui avantage le matériau dégradé électriquement, peut être remise à la formation des doubles liaisons C=C révélées par l'analyse infrarouge, conférant aux matériaux dégradés une plus grande résistance thermique sur cette plage de température, relativement au matériau sain.

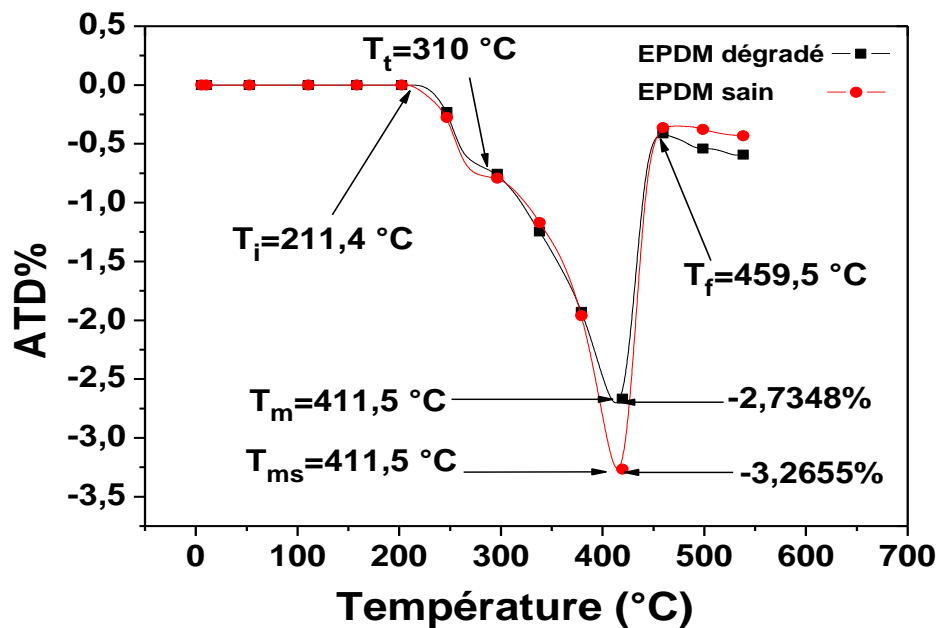


Figure IV.24 : Thermo-gramme de la variation de la vitesse de dégradation thermique de l'EPDM, en termes de pourcentage de perte de masse (ATD %) en fonction de la température de traitement T (°C) pour les échantillons d'EPDM sain et dégradé

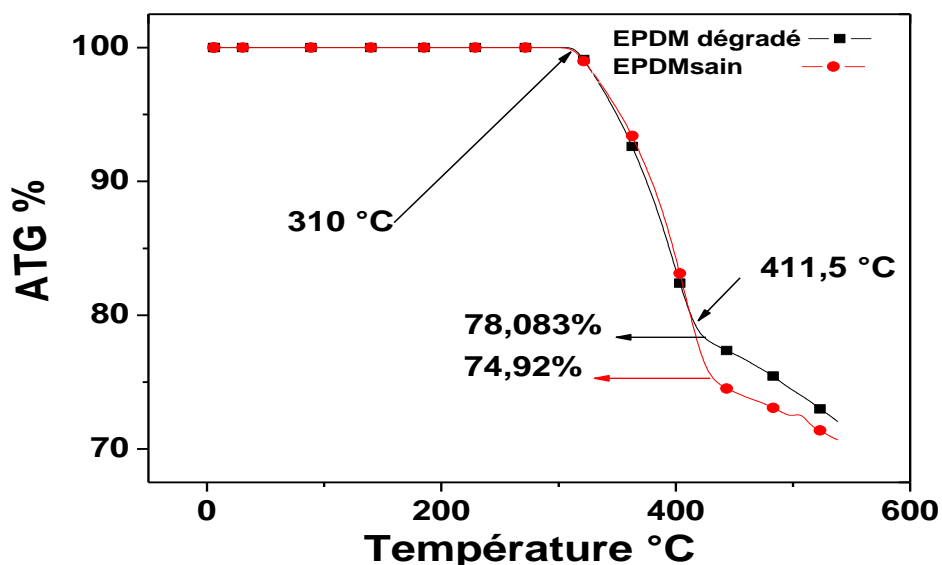


Figure IV.25 : Thermo-grammes de la variation du Taux de perte de masse (ATG %) en fonction de la température de traitement T (°C) des échantillons d'EPDM sain et dégradé

IV.2.4 La diffraction des rayons X (DRX)

La diffractométrie des rayons X est une méthode d'analyse utilisée pour identifier les phases cristallisées présentes dans un matériau, sa nature et sa structure, par comparaison automatisée avec un fichier de références [Dar07, Sko97 Fae04]. C'est une méthode d'analyse de phases non destructive, qui permet de distinguer les produits amorphes, des produits cristallisés. Elle permet également d'étudier les conditions de formation de phases, leur évolution en fonction de la température ou de l'atmosphère, donc de connaître le comportement d'un matériau dans les conditions d'utilisation telles que la température, le balayage gazeux, etc.

Cette analyse est réalisée par un Goniomètre type X'Pert Panalytical à système vertical MPD, utilisant un logiciel de dépouillement de données "X'Pert Highscore".

➤ Principe de base

Les films ou poudre du matériau, placé sur une plate forme ou "Spener", sont exposés à un faisceau de rayons X dont l'intensité est mesurée au moyen d'un détecteur rotatif directionnel (figure IV.26).

La diffraction des rayons X consiste à appliquer un rayonnement de la longueur d'onde ($0.1 < \lambda < 10$ nm) sur l'échantillon orienté. La pénétration de ce rayonnement dans le cristal, se traduit par l'absorption d'une partie de l'énergie et excitation des atomes: Les rayons X, comme toutes les ondes électromagnétiques, provoquent un déplacement du nuage électronique par rapport au noyau dans les atomes; ces oscillations induites provoquent une réémission d'ondes électromagnétiques de même fréquence ; ce phénomène est appelé diffusion Rayleigh.

La longueur d'onde des rayons X étant de l'ordre de grandeur des distances interatomiques (quelques angströms), les interférences des rayons diffusés vont être alternativement constructives ou destructives. Selon la direction de l'espace, on va donc avoir un flux important de photons X, ou au contraire un flux très faible ; selon les directions, ces variations forment le phénomène de diffraction X. Les radiations émises par des plans atomiques qui sont en phase, vont engendrer un faisceau cohérent qui pourra être détecté [Sko97, Fae04].

On utilise un rayonnement électromagnétique en cuivre, dont la longueur d'onde est $\lambda_{K\alpha 1} = 1,542 \text{ \AA}$. La condition pour que les radiations soient en phase s'exprime par la loi de Bragg :

$$n \cdot \lambda = 2d' \cdot h \cdot k \cdot l' \cdot \sin\theta \quad (\text{IV.4})$$

Où n est un nombre entier correspondant à l'ordre de la diffraction, λ est la longueur d'onde du rayonnement utilisé (\AA), d' est la distance entre les plans réticulaires d'une même famille désignée conventionnellement par les indices de Miller h, k, α, l' (\AA) et θ est l'angle de diffraction ($^\circ$) [Dar07, Sko97 Fae04].

Les positions des raies de diffraction dépendent des dimensions de la cellule élémentaire, tandis que les intensités des raies dépendent du type d'atomes et de leur arrangement dans le cristal. Par conséquent, les distances réticulaires $d'(hkl')$ et les intensités des raies (hkl') correspondantes permettent d'identifier chaque substance ou phase du mélange.

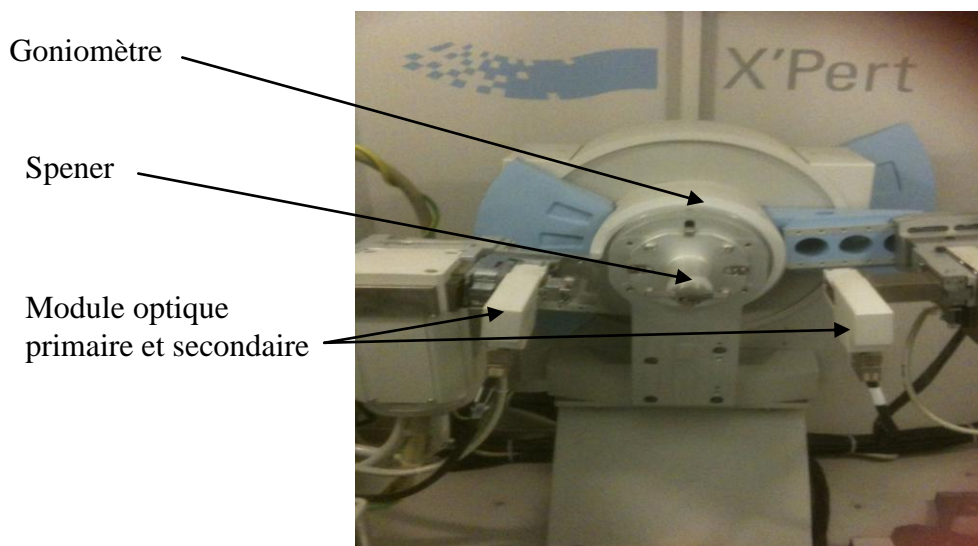


Figure IV.26 : Photo du Goniomètre type X'Pert panalytical à système vertical MPD

➤ Spectres d'analyses DRX

Les diagrammes de Diffraction des Rayons X aux grands angles 2θ allant de 2 à 80° , de l'EPDM vierge, vieilli sous contrainte de champ électrique à $U = 10 \text{ kV}$, $r = 5 \text{ \mu m}$ et $d=3 \text{ mm}$, et traité thermiquement pendant un temps $t_T=100$ heures sous une contrainte de température $T^\circ= 100^\circ\text{C}$, ont été déterminés (figure IV.27). Les spectres montrent la coexistence d'une phase amorphe et d'une phase cristalline confirmant l'aspect semi-cristallin de l'EPDM.

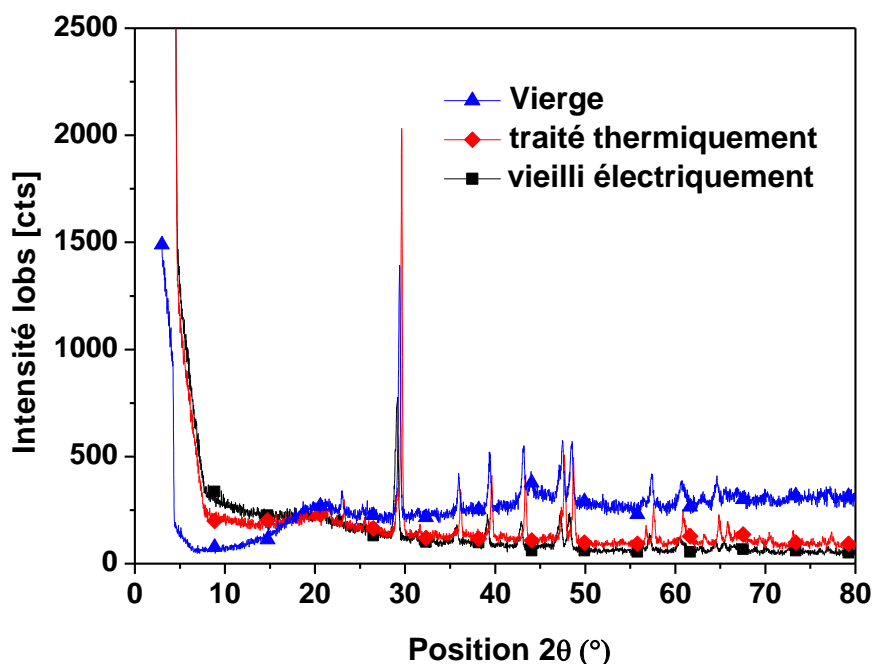


Figure IV.27 : Spectres de l'analyse DRX des échantillons d'EPDM vierge, vieilli électriquement et traité thermiquement

En termes de nombre de pics, les spectres DRX des trois échantillons d'EPDM (vierge, vieilli électriquement et traité thermiquement) sont quasi-identiques. Nous retrouvons, sur chacun des spectres, un pic de diffraction principal correspondant à une position 2θ , une distance basale (D_b) et une intensité (Lob) respectives, témoignant de la présence d'une phase cristalline importante dans ces plans. Cependant, sur le plan intensité, position et largeur des pics mesurée à mi-amplitude, une différence notable est relevée entre ces derniers. Le tableau (IV.7) résume les caractéristiques relatives à chacun des pics principaux des trois spectres.

Tableau IV.7 : Caractéristiques des pics principaux des spectres DRX des échantillons d'EPDM

Echantillons	Position $2\theta(^{\circ})$	Intensité Lobs (cts)	Distance basale $D_b (^{\circ})$	Largeur du pic à mi-amplitude ($^{\circ}$)	Décalage $\Delta 2\theta (^{\circ})$
vierge	29,38	1377	3,0382	0,308	0
Traité thermiquement	29,62	2006	3,0427	0,186	0,236 A droite
Vieilli électriquement	29,195	768	3,0564	0,443	0,192 A gauche

Par référence à la position angulaire $2\theta=29,38$ du pic principal relatif à l'échantillon d'EPDM vierge, les décalages angulaires du pic principal relatif à l'échantillon vieilli de $\Delta 2\theta=0,192^{\circ}$ vers les petits angles, et du pic principal relatif à l'échantillon traité thermiquement de $\Delta 2\theta=0,236^{\circ}$ vers les grands angles, témoignent d'une déformation de la structure du matériau. De même, les variations des intensités et des largeurs des pics traduisent une différence des taux de cristallinité des trois cas d'échantillons analysés. Le pic relatif à l'état traité thermiquement du matériau est plus étroit et plus intense, par rapport au pic de référence relatif à l'état vierge du matériau. Le contraire caractérise le pic relatif à l'état vieilli qui est plus large et moins intense (figure IV.28). L'analyse d'image par tomographie, montre clairement cette déformation qui est illustrée sur la Figure (IV.29). Ces constats peuvent s'expliquer après détermination des taux de cristallinités des trois différents échantillons analysés, dressés dans le tableau (IV.8) ci-dessous.

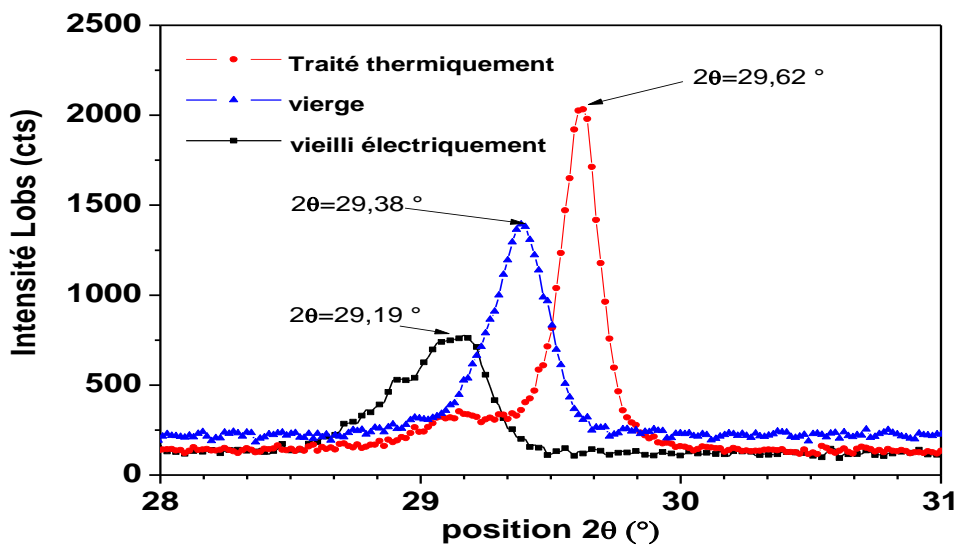


Figure IV.28 : Représentation des pics principaux des spectres d’analyse DRX des échantillons d’EPDM vierge, vieilli électriquement et traité thermiquement

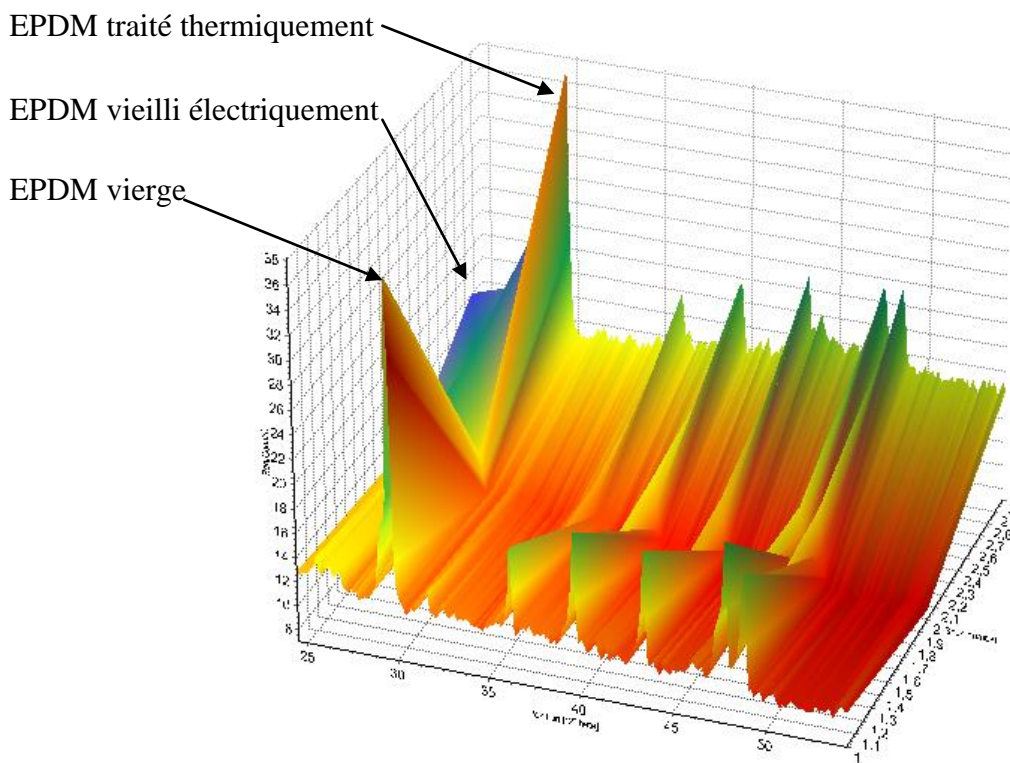


Figure IV.29 : Tomographie des spectres d’analyse DRX des échantillons d’EPDM vierge, vieilli électriquement et traité thermiquement

La fraction massique d’unités structurales présentes dans la zone cristalline des polymères semi cristallin définit le taux de cristallinité χ_c donné par l’équation (IV.5), telle que :

$$\chi_c = \frac{\rho - \rho_a}{\rho_c - \rho_a} \tag{IV.5}$$

Avec :

ρ : masse volumique du polymère en kg/m^3

ρ_a : masse volumique de la phase amorphe en kg/m^3

ρ_c : masse volumique de la phase cristalline en kg/m^3

Le tableau (IV.8) résume les taux de cristallinité des trois différents échantillons analysés, calculés selon l'équation (IV.5), moyennant le logiciel "X'Pert Highscore".

Tableau IV.8 : Taux de cristallinité des différents échantillons analysés d'EPDM

Echantillon d'EPDM	χ_c (%)
Vierge	42,95
Traité thermiquement	61,89
Vieilli électriquement	37,85

Le comportement de l'EPDM sous une contrainte de champ électrique appliqué ou sous une contrainte thermique de courte durée à $T^\circ=100$ °C, trouve aussi son explication dans les résultats obtenus dans le tableau (IV.8). Ces derniers montrent que le vieillissement électrique de l'EPDM induit une perte en taux de cristallinité, qui se produit au profit de la phase amorphe, alors qu'un traitement thermique de courte durée (100 h) à une température $T^\circ=100$ °C renforce la phase cristalline au détriment de la phase amorphe qui est une zone du matériau électriquement faible.

IV.3 Conclusion

Les analyses chimiques réalisées (FTIR, MEB, ATG/ATD et DRX) ont révélées des changements dans la structure moléculaire de l'EPDM, qui peuvent être corrélés aux résultats obtenus par l'étude électrique présentée dans le chapitre précédent.

Selon l'intensité de la contrainte de champ électrique appliquée, le vieillissement accéléré de l'EPDM a pour effet de diminuer le pourcentage atomique de carbone, par la rupture des liaisons C-C et C-H, en faveur de la formation des groupements C=O, et du détachement du groupement O-H, attribués à l'oxydation de ce matériau, qui sont un signe de son vieillissement. Aussi, la formation de nouvelles liaisons chimiques C=C et groupement CH_3 traduit une réaction de scissions de chaînes moléculaires, impliquant une déformation de la structure moléculaire et une fragilisation du matériau par le renforcement de la phase amorphe, qui est une zone électriquement faible ; ce qui pourrait expliquer la formation des canaux d'arborescences et leurs formes, origine de la dégradation des propriétés électrique du matériau. Aussi, le traitement thermique de courte durée à une température $T=100$ °C auquel a été soumis l'échantillon, a permis de renforcer les doubles liaisons C=C et la phase cristalline du matériau, expliquant l'amélioration de ses performances électriques.

Une corrélation peut ainsi être établie entre les comportements électrique et chimique du matériau. Elle relie la variation des grandeurs électriques (Q , U_g , $\text{tg}\delta$ et C_x) aux modifications morphologiques du matériau et traduit la dégradation ou l'amélioration des performances électriques de ce dernier. Ceci sera discuté plus amplement dans le chapitre V qui suit.

CHAPITRE V

DISCUSION

Dans ce chapitre seront discutés les résultats des essais électriques et des analyses chimiques présentés dans les deux chapitres précédents. L'objectif est de mettre en évidence la corrélation qui existe entre les comportements électrique et chimique du matériau et reliant la variation des grandeurs électriques aux modifications morphologiques du matériau, permettant ainsi d'expliquer la dégradation de ce dernier.

V.1 Introduction

Nous tentons dans ce chapitre de comprendre et d'interpréter le comportement de l'EPDM sous contrainte électrique et/ou thermique, en s'appuyant sur les résultats des essais électriques et des analyses chimiques menés dans les deux précédents chapitres. Il s'agit en particulier de la réponse de l'EPDM aux diverses contraintes auxquelles il est exposé et l'analyse de la microstructure de ce matériau au cours de son vieillissement électrique, compte tenu des changements macroscopiques résultants des modifications microscopiques.

V.2 Que se passe-t-il à l'échelle microscopique ?

Lorsqu'un matériau est soumis aux contraintes de service qui peuvent être de nature électrique, thermique, mécanique, radiative ou autres, ses liaisons chimiques subissent l'effet de ces contraintes qui peuvent produire leur scission.

Parce qu'elles possèdent de faibles énergies de liaisons, la dissociation des liaisons secondaires, sous l'effet des contraintes extérieures, est plus facile que celle des liaisons covalentes. Leur rupture n'aboutit pas à la scission des chaînes car ces liaisons sont dues à des forces physiques et sont à l'origine de la cohésion globale de la structure du polymère. Leur dissociation permet un changement de la conformation du système et rend possible des phénomènes de diffusion de différentes entités (atomes, molécules, segments de chaînes...). Toutefois, la rupture des liaisons covalentes conduit à la décomposition de la chaîne macromoléculaire qui induit un changement structural irréversible au sein du matériau [Ehr00] (voir annexe 4).

Le champ électrique appliqué au matériau induit, à l'échelle microscopique, une déformation des liaisons physiques et/ou chimiques par étirement, distorsion ou changements de distance entre chaînes voisines. Dans la gamme de champs électriques inférieurs à 175 kV/mm, les chaînes macromoléculaires sont soumises à une contrainte électrique faible et en conséquence de faibles amplitudes de la déformation sont observables. Par contre, dans la gamme de champs électriques supérieurs, la microstructure peut être très sollicitée. Dans ces conditions, la vitesse de déformation devient plus importante et les forces électromécaniques sont suffisantes et très localisées ; elles peuvent contribuer à la création de défauts dans la microstructure, qui constituent des zones faibles [Lah09].

L.A. Dissado et al [Dis95, Dis97], attribue essentiellement ces zones faibles à une accumulation de charges d'espace, qui forment des sièges où des champs locaux ont des valeurs plus élevées que le champ macroscopique appliqué. Ceci explique le niveau élevé de déformation, à un niveau local, pour des champs plus faibles que le champ seuil macroscopique.

Dans son modèle mécanique, S.N. Zhurkov [Zhu65, Zhu66, Zhu83] explique comment la contrainte électrique appliquée au matériau entraîne le réarrangement des chaînes macromoléculaires ou leur rupture ; la rupture des chaînes a lieu quand la contrainte agit sur les liaisons interatomiques fortes (liaisons covalentes). Ces dernières sont alors étirées et affaiblies et la densité de la région concernée diminue. La dimension de ces régions définit ce qu'il appelle "un dilaton", qui sont des sites précurseurs du processus de la rupture du matériau. Par ailleurs, seul un réarrangement de chaînes a lieu si la contrainte agit uniquement sur les liaisons inter-chaînes secondaires (liaisons de Van der Waals). Dans ce cas, une variation de la conformation des chaînes, pouvant se manifester par un changement (augmentation ou diminution) de la densité locale du matériau, a lieu.

J.P. Crine [Cri90, Cri97] attribue à ces zones à faible densité, le pouvoir d'aboutir à la formation de submicrocavités et générer des décharges partielles. Alors que L.A. Dissado, G. Mazzanti et G.C. Montanari [Dis95, Dis97] les considèrent comme des sièges d'accumulation des charges d'espace où le champ électrique local est augmenté. Ainsi, le processus de vieillissement est fortement lié, selon les différentes approches, à une variation de la densité du matériau ou encore de son volume spécifique.

V.3 Que révèlent les analyses chimiques ?

Les analyses chimiques réalisées (MEB, FTIR, ATG/ATD et DRX) ont révélées des changements importants dans la structure moléculaire de l'EPDM.

➤ **L'analyse morphologique MEB** a montré trois formes principales d'arborescences électriques ouvertes, générées dans l'EPDM: branche, buisson -branche et buisson (figure VI.4).

La couleur noirâtre, de la surface interne des canaux d'arborescences, implique une sévère carbonisation, mettant en évidence un effet thermique important, consécutif à l'occurrence des décharges partielles intenses à l'intérieur de ces canaux (figure IV.8 c et d).

L'observation au MEB des lamelles d'échantillons d'EPDM dégradés nous a permis de remarquer que le contact de plusieurs filaments avec l'électrode basse tension ne provoque pas automatiquement la perforation de l'éprouvette. Celle-ci a lieu lorsqu'un canal de retour, prenant naissance à partir de l'électrode basse tension se dirigeant vers l'électrode haute tension, aura atteint une dimension convenable en diamètre ($< 5 \mu\text{m}$) et en longueur et aura progressé jusqu'à interagir avec les canaux proches de l'électrode haute tension (figure IV.5).

➤ **L'analyse FTIR** a mis en évidence la vibration et la déformation de certaines liaisons chimiques du mélange d'EPDM. A faible champ électrique, elle a révélé la rupture des liaisons C-H des groupements éthylènes (figure IV.14), expliquée par le renforcement des doubles liaisons C=C et C=O des carbonyles (figure IV.15 et 16 respectivement). Ceci signifierait, un dégagement gazeux de H_2 qui resterait piégé dans les canaux d'arborescence.

Un renforcement des liaisons C-H et la formation des groupements libres CH_3 des méthyles est révélé par la FTIR, à champ électrique fort à modéré (voir figures IV.17 et 18), qui laisserait supposer la rupture des liaisons C-C entre les groupements éthylène, propylène et diène, synonyme d'une scission de la chaîne moléculaire, ce qui pourrait expliquer la formation des canaux d'arborescence et la progression du défaut.

La forte diminution du taux de propylène dans la composition du matériau dégradé, dans le cas d'un vieillissement à fort champ électrique (figure IV.21), est synonyme d'un détachement des groupements propylènes de la chaîne moléculaire de l'EPDM vieilli électriquement, et qui se traduit par une rupture de liaison C-C entre éthylène et propylène d'un côté et propylène et diène de l'autre, donc une scission de la chaîne moléculaire du matériau et la formation systématique des groupements méthyles CH_3 . Ce qui vient étayer l'hypothèse dressée précédemment émanant de l'analyse des spectres infrarouge à fort champ électrique appliquée. Ceci traduit une modification de la structure, donc des propriétés chimiques du matériau, suite au vieillissement électrique subi. Alors qu'à très faible champ électrique, un renforcement de ce taux est enregistrée, ce qui pourrait expliquer l'amélioration des propriétés électriques du matériau ($\text{tg}\delta$, Cx, U_s et Q) dans cet intervalle.

➤ **La micro-analyse** : La nette diminution du taux de carbone dans le mélange d'EPDM dégradés, révélée par la microanalyse (tableau IV.6), vient, également, renforcer les résultats obtenus par les analyses infrarouges et étayer l'hypothèse émise, relative à la scission des chaînes moléculaires opérées suite à la rupture des liaisons C-C. A cela s'ajoute les résultats des observations au microscope électronique à balayage, révélant un dépôt important de carbone sur la surface interne des canaux d'arborescences, mettant en évidence une sévère carbonisation, produite suite à l'occurrence des décharges partielles à l'intérieur de ces canaux, qui sont à l'origine de ces ruptures.

A faible champ, l'augmentation du taux d'oxygène, dans le mélange d'EPDM, explique la formation des groupements carbonyles C=O, mettant en évidence l'oxydation du matériau. Alors que la diminution du taux d'oxygène dans le mélange d'EPDM, à fort champ, expliqué par le détachement des groupements O-H, laisse supposer la libération de l'hydrogène et par là, la formation du gaz H_2 occlus dans les canaux d'arborescence. La présence de ce gaz intensifierait les décharges partielles dans les canaux d'arborescence, ce qui les ferait progresser plus rapidement sous un fort champ.

Selon l'intensité de la contrainte de champ électrique appliquée, la rupture des liaisons C-C et C-H se produit en faveur de la formation des liaisons C=O, C=C ou CH_3 , qui impliqueraient des dégagements gazeux, des déformations importantes dans la structure moléculaire de l'EPDM, et par là, sa fragilisation. De plus, la diminution du taux de carbone et le piégeage de l'oxygène dans la structure de l'EPDM, stimulés par le champ électrique, confirment le renforcement de l'opération de scission de chaîne moléculaire et d'oxydation. Ces processus participent à l'initiation et à la propagation de l'arborescence qui est un signe de vieillissement du matériau. Sous contrainte de champ électrique appliquée, ces processus continuent jusqu'à la rupture diélectrique du matériau.

➤ **Les analyses ATG/ATD** ont montré une bonne tenue thermique du matériau EPDM (sain et dégradé), s'étendant jusqu'à une température de traitement $T_t = 310 \text{ }^\circ\text{C}$.

Au delà de cette valeur, une perte de masse importante est enregistrée ; celle-ci continue jusqu'à la rupture thermique du matériau, qui se produit au voisinage de sa température de fusion $T_f = 459,5 \text{ }^\circ\text{C}$. La formation des doubles liaisons C=C révélées par l'analyse infrarouge, pourrait conférer au matériau dégradé une plus grande résistance thermique sur la plage des grandes températures ($>405 \text{ }^\circ\text{C}$), puisque la différence de perte de masse notée (3 %) entre l'échantillon sain et dégradé électriquement avantage ce dernier.

➤ **L'analyse DRX** : Le décalage angulaire, les déformations des liaisons moléculaires, la diminution des intensités et l'élargissement des pics de diffraction, ainsi que la chute du taux de cristallinité de l'échantillon

d'EPDM vieilli électriquement, par rapport à l'état vierge de ce matériau, révélés par l'analyse DRX, impliquent que la structure moléculaire de l'EPDM est affectée par l'action du champ électrique appliquée.

La perte de cristallites pourrait être produite par les forces résultant de l'interaction du champ électrique alternatif avec des molécules polaires dans le polymère. Dans l'EPDM, les cristallites sont des zones fortement non-polaires en raison de la symétrie du groupe éthylène qui les compose en longues chaînes [War90, Flo93, Kia85]. En revanche, les zones amorphes du polymère sont fortement polaires car elles contiennent les groupes éthylène, propylène et diène qui ne sont pas capables de cristalliser. En outre, les points de réticulation, qui sont des points d'intersections chimiques entre les chaînes moléculaires se trouvant dans les régions amorphes, pourraient également générer des dipôles électriques en raison des peroxydes organiques utilisés pour le durcissement [Ula96, Flo93, Kia85]. L'interaction du champ alternatif avec les dipôles provoquerait une déformation oscillante des zones amorphes et cristallines, soit, un déplacement mécanique des chaînes moléculaires par des forces mécaniques multiaxiales. Suite à cette mobilité des chaînes, leur ordre spatial serait brisé, conduisant à la destruction des cristallites, c'est à dire à la formation d'une nouvelle zone amorphe, donc à la diminution du taux de cristallinité du matériau (figure V.1) [Sor07].

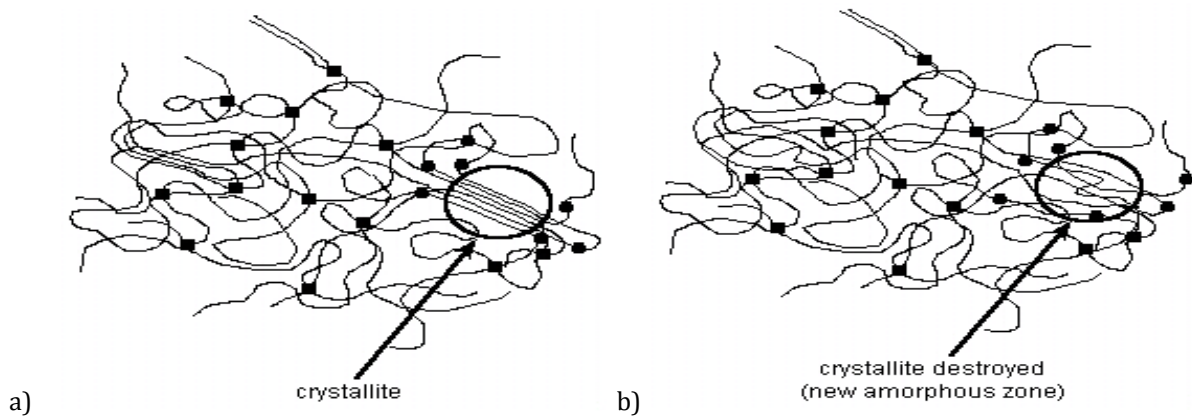


Figure V.1 : (a) Crystallite de l'EPDM avant la destruction des cristallites en raison des effets électromécaniques. (b) après destruction des cristallites par l'interaction du champ électrique avec des molécules polaires. Les carrés représentent les points de réticulation et les cercles pleins, dipôles électriques [Sor07]

Ainsi, le renforcement de la phase amorphe fragilise le matériau. En effet, la structure de la phase cristalline est plus compacte. La cohésion, favorisée par les liaisons de van der Waals, est plus grande dans les zones cristallines, ce qui entraîne une moindre réactivité (meilleure résistance chimique), comparée à celle des zones amorphes. De plus, le passage de la phase cristalline à la phase amorphe s'accompagne d'un changement de la résistance électrique du matériau [Bas11], ce qui rend les zones amorphes faibles chimiquement et électriquement.

D'autre part, L'effet thermique qui accompagne la décharge à l'intérieur du canal d'arborescence, pourrait conduire à une augmentation locale de la température, qui avoisinerait la température de fusion des zones cristallines de l'EPDM (environ 310 °C révélée par l'analyse ATD), ce qui créerait une contrainte hydrostatique qui pourrait perturber l'état d'équilibre dans la structure de l'EPDM, et provoquerait une augmentation du facteur de pertes $\text{tg } \delta$ [Now72, Esh57, Mur87].

V.4 Quels effets sur la cinétique et les formes de l'arborescence ?

L'initiation de l'arborescence est causée par un mécanisme d'injection et d'extraction de charges de l'électrode active. Cette phase est caractérisée par la formation d'une arborescence à branche unique. Les décharges partielles qui s'y produisent sont à l'origine de la corrosion, l'oxydation et la décomposition chimique de la surface interne du canal, à la tête duquel prennent naissance de nouvelles microfissures qui pénètrent les zones amorphes électriquement faibles, ce qui fait progresser l'arborescence.

La cinétique de propagation de l'arborescence est étroitement liée à la morphologie du matériau et à la contrainte de champ électrique appliquée. En fonction de ces derniers paramètres, l'arborescence peut se propager à grande vitesse, sous forme branche, ou lentement en forme buisson ou sous trois régimes de vitesse, un lent suivi d'un rapide séparés par une brève stagnation, résultant la forme buisson-branche.

Ces différentes structures d'arborescences électriques évoluent selon différentes phases et processus de propagation. La couleur noirâtre de la surface interne des canaux d'arborescences, révélée par l'analyse

morphologique MEB, implique une sévère carbonisation, mettant en évidence un effet thermique important, consécutif à l'occurrence des décharges partielles intenses à l'intérieur de ces canaux. Cela est expliqué par le dépôt des charges sur les parois des canaux d'arborescences rendant leur résistivité faible, ce qui confère aux cavités un aspect conducteur. Ceci permet le report du potentiel de l'électrode haute tension à la pointe du filament, diminuant, ainsi, la distance inter électrode. Cela a pour effet d'intensifier le champ local disponible et corrélativement, les décharges partielles qui font progresser l'arborescence, d'où une tension seuil affaiblie.

La progression du défaut intensifie davantage le champ local qui fait augmenter, de manière analogue, l'énergie de décharge, favorisant ainsi l'attaque électronique de la paroi interne de la cavité, d'où une faiblesse du matériau suivant les mécanismes électronique, mécanique et thermique sus-cités. Les porteurs de charge acquièrent une énergie cinétique suffisante pour bombarder la paroi frontale de la cavité, et l'effet thermique important qui accompagne la décharge et les déformations induites par la contrainte du champ électrique provoquent la scission des chaînes moléculaires du matériau. Les dommages irréversibles font avancer le canal formant les branches de l'arborescence.

De ces résultats, on peut voir clairement que le processus de croissance de l'arborescence électrique de forme branche, buisson ou buisson-branche qui passent respectivement par un, deux ou trois régimes de progression, est fonction de la valeur de la contrainte du champ appliquée au matériau; soit :

- A champ électrique modérée $0,423 \text{ MV/mm} \leq E_{\text{max}} \leq 0,513 \text{ MV/mm}$, l'arborescence de forme buisson-branche générée, passe par trois phases distinctes ;
 - a) La phase d'initiation caractérisée par l'injection et l'extraction de charges de l'électrode active pointe vers le matériau polymère, résultant d'une première et unique branche, initiant l'arborescence électrique. Ce phénomène fondamental dans le mécanisme d'initiation de l'arborescence, par émission de champ, expliquerait l'apparition de l'arborescence sans décharges partielles.
 - b) La phase de propagation ralentie, caractérisée par : (1) le report du potentiel de l'aiguille vers la pointe du canal conducteur ; (2) l'ionisation des gaz conducteurs qui les remplissent provoquant ainsi des claquages locaux, une intense injection et une extraction de charges produite localement, de la cavité conductrice vers le matériau isolant ; et (3) l'émergence de plusieurs canaux se propageant lentement en arborescence dense de forme buisson, d'où une grande quantité de charge générée et par là, la progression des canaux.
 - c) La phase de transition, manifestée par le rebondissement de la tension seuil d'apparition des décharges partielles, correspondant à : (1) l'extinction momentanée des décharges partielles ; (2) la réduction de la distance inter électrodes qui intensifie le champ à la tête de l'arborescence et par conséquent ravive l'activité des décharges partielles ; (3) l'énergie disponible élevée qui accélère la propagation de l'arborescence et acquiert une plus grande facilité à pénétrer l'isolation en forme branche en générant ainsi une forme buisson-branche ; et (4) un claquage éminent à ce stade de la propagation.
- A champ électrique faible $E_{\text{max}} < 0,342 \text{ MV/mm}$, où à la phase de propagation ralentie (phase (b)), les charges n'acquièrent pas une énergie suffisante afin de se faire un chemin ; ceci engendre une grande probabilité de décharges aux alentours de la pointe, provoquant ainsi de nouveaux canaux, d'où la forme buisson. Ainsi, le stade de transition (phase (c)) n'aura pas lieu, d'où un régime à deux phases.
- Alors qu'à champ électrique fort $E_{\text{max}} > 0,543 \text{ MV/mm}$, les charges acquièrent des énergies suffisamment élevées dès la phase (a), et le champ s'intensifiant à la tête de l'arborescence, suite à la réduction de la distance inter électrodes, ravive encore plus l'activité des décharges partielles, et élèvent davantage l'énergie disponible, ce qui accélère la propagation de l'arborescence qui acquiert une plus grande facilité à pénétrer l'isolation d'où la forme branche à régime unique.

Nous pouvons alors considérer la valeur du champ maximum de $0,513 \text{ MV/mm}$ comme étant la valeur caractéristique d'un changement de régime pour la propagation de l'arborescence.

D'autres mécanismes peuvent devenir importants et s'ajouter à ce processus de propagation de l'arborescence, à mesure que le champ électrique augmente. L'arborescence peut résulter d'un endommagement dû à l'effet de la pression électrostatique [ROU94], et/ou sous l'action des décharges partielles ; il en résulte un échauffement thermique et la dégradation de l'isolant peut avoir lieu par évaporation locale du matériau, suite à l'élévation locale de température par le bombardement des particules. Tous ces mécanismes concourent à la progression plus rapide de l'arborescence, manifestée par une quantité de charge (courant de décharge) de plus en plus forte jusqu'à la rupture diélectrique du matériau.

Nos résultats sont en accord avec ceux de M. Sack et al. [Sac00], menés sur la résine époxy, qui attribue la formation de nouveaux canaux à l'accumulation de dommage dans le matériau diélectrique et au champ électrique local, la forme de l'arborescence à un champ critique $E_c = 1,0 \cdot 10^8 \text{ V.m}^{-1}$ et la progression du canal à une quantité critique de l'énergie locale par unité de longueur du canal $W_c = 0,07 \text{ J.m}^{-1}$. L'énergie seuil W_c influe sur la vitesse de propagation de l'arborescence. La diminution de W_c résulte une accélération de la croissance de l'arborescence, et inversement.

Cependant, ces formes d'arborescences ne correspondent pas à l'intervalle de champ pour lequel ces formes sont obtenues dans les travaux expérimentaux entrepris sur le polyéthylène par C. Laurent [Koo84, Lau84] et J.P. Crine et al [Dav96]. Ceci montre l'importance du choix des conditions expérimentales et du matériau utilisé sur la forme que va épouser l'arborescence, car on ne peut en aucun cas faire oublier les différences liées à la structure du matériau qui se traduisent par des temps d'initiation, des vitesses de propagation et des taux de décharges différents.

V.5 Influence des paramètres opérationnels mis en jeu

Le champ électrique joue un rôle important dans le mécanisme d'initiation et de propagation de l'arborescence. Plus la tension est élevée, la distance inter électrodes réduite et le rayon de courbure de la pointe de l'électrode haute tension faible, plus l'arborescence devient moins touffue en passant d'une forme buisson, à buisson-branche à branche ; celle-ci acquiert une plus grande facilité à pénétrer l'isolation et conduit par conséquent à des temps de rupture plus court (figure III.5).

La contrainte de tension constitue le facteur d'influence prépondérant dans le développement des arborescences, aussi bien à l'initiation, qu'à la phase de propagation de l'arborescence (figure III.1) ; elle détermine l'amplitude du champ électrique au bout du canal. Cette valeur du champ y impose la quantité d'énergie disponible qui conduit à l'échelle microscopique à :

- La perte de cristallites produite par les forces résultant de l'interaction du champ électrique alternatif avec des molécules polaires dans le polymère, se produit en faveur de la phase amorphe qui constitue les zones électriquement faibles du matériau.
- Ces zones faibles peuvent, sous l'effet de l'énergie disponible, présenter des sièges pour l'accumulation des charges (injection et extraction de charge), ou aboutir à la formation de submicrocavités où seront générées et animées des décharges partielles. L'effet thermique qui accompagne ces dernières pourrait atteindre la température de fusion des zones cristallines de l'EPDM, ce qui créerait une contrainte hydrostatique qui pourrait perturber l'état d'équilibre dans la structure de l'EPDM.
- La création des déformations et des ruptures des liaisons chimiques conduisent, soit à la décomposition de la chaîne macromoléculaire résultant un changement structural irréversible au sein du matériau, ou à un changement de la conformation du système qui rend possible les phénomènes de diffusion des différentes entités (atomes, molécules, segments de chaînes ...).
- La déformation mécanique des chaînes macromoléculaires de l'isolant (étirement, distorsion ou changements de distance entre chaînes voisines) est induite par le champ électrique (effet des forces électromécaniques ou pression électrostatique).

Ces mécanismes entraînent le réarrangement des chaînes macromoléculaires ou leur rupture, synonyme de la dégradation du matériau. L'évaluation du degré de dégradation du matériau est relative au temps d'initiation de l'arborescence, à sa vitesse de propagation et par là même à sa forme, lesquels sont directement liés aux mécanismes de rupture dictés ci-dessus, gouvernés par la contrainte du champ électrique appliquée.

Le rayon de courbure de l'électrode pointe haute tension a une influence significative sur l'évolution de l'arborescence, puisque l'intensité du champ électrique est amplifiée d'un ordre supérieur à 1, à mesure que ce premier devient petit, ce qui favorise l'injection/l'extraction de charge, intensifie les décharges partielles et accentue les déformations et les ruptures des liaisons de chaînes moléculaires. Ceci favoriserait la naissance de la première branche qui prendrait naissance à des temps d'initiation plus courts (figure III.2).

La distance inter électrodes agit, de concert avec la tension appliquée, sur la valeur du champ électrique. Sa diminution intensifie le champ dont l'effet devient prépondérant sur celui du rayon de courbure durant la phase de propagation (figure III.3), d'où une propagation plus rapide de l'arborescence par les mêmes mécanismes indiqués ci-dessus.

Tenant compte de la configuration pointe-plan adoptée et de l'allure des lignes de champ et des équipotentielles associées tracées au moyen du logiciel COMSOL3.4 module AC/DC (figure V.2), ces résultats indiqueraient que la phase d'initiation dépend plus de la forme des électrodes, alors que la phase de propagation est liée à la valeur de la distance inter électrodes d et de la tension appliquée U . Nous pouvons alors dire que la phase d'initiation est gouvernée par le champ maximum, donc par la valeur du rayon de courbure de la pointe r , alors que la phase de propagation est gouvernée par le champ moyen (U/d).

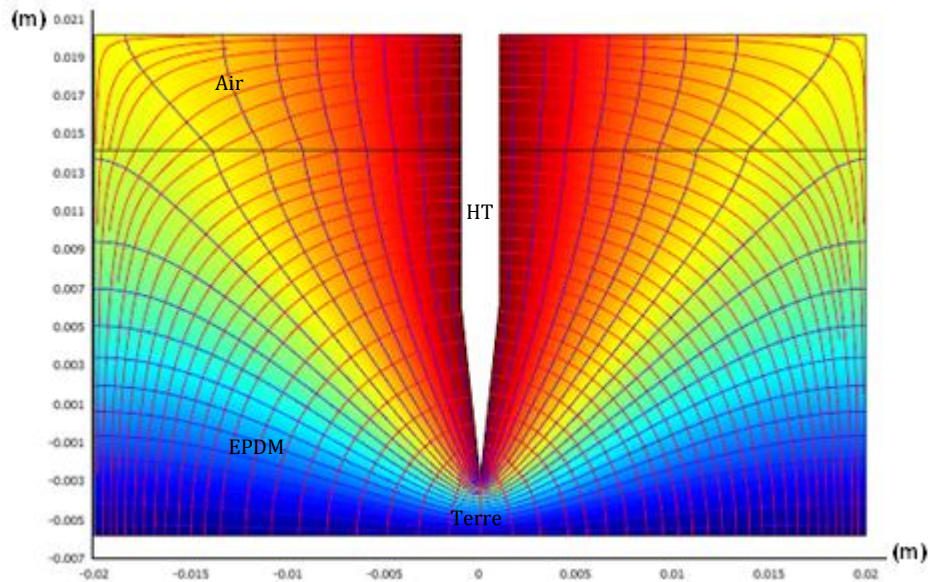


Figure V.2 : Equipotentielles et lignes de champ dans l'EPDM à $U=15$ kV, $r=8$ μm et $d=3$ mm [Com34]

V.6 Réponses électriques du matériau

Les essais électriques ont montré que plus la contrainte du champ électrique appliquée est élevée, plus la tension seuil d'apparition des DP diminue, plus intenses sont les décharges partielles, plus importantes sont les pertes diélectriques et plus faible est la capacité du matériau. Cela pourrait s'expliquer par :

- 1- Le champ électrique appliqué au matériau induit, à l'échelle microscopique, une déformation des liaisons physiques et/ou chimiques. La mobilité des chaînes brise leur ordre spatial, conduisant à la destruction des cristallites, donc à la diminution du taux de cristallinité du matériau qui se produit au profit d'une zone amorphe nouvellement formée. Ceci contribue à la création de défauts dans la microstructure, qui constituent des zones faibles.
- 2- Ces zones faibles sont des sièges d'accumulation des charges d'espace où le champ électrique local est augmenté, ce qui aboutit à la rupture des liaisons fortes (covalentes), d'où la formation de microcavités.
- 3- La scission des chaînes moléculaires serait accompagnée d'une opération d'oxydation du matériau par piégeage des atomes d'oxygène et d'un dégagement gazeux de H_2 qui resterait piégé dans les microcavités (première branche). L'ionisation de ce gaz par le champ local intense y génère des décharges partielles relatives à une tension seuil U_s d'initiation de l'arborescence.
- 4- Le report du champ électrique à la pointe du filament; si on suppose que la résistivité de ses parois est faible, la tension disponible augmente et la distance inter électrodes diminue. Ceci revient à intensifier le champ local au bout du canal d'arborescence.
- 5- Le champ électrique local élevé ravive davantage l'activité des décharges partielles, et l'énergie équivalente induite fait progresser les canaux par les mêmes mécanismes cités ci-dessus.
- 6- Le champ intense, à un niveau local, génère une plus grande quantité de décharges partielles pour des champs plus faibles que le champ seuil macroscopique. D'où un niveau seuil d'apparition des DP affaibli.
- 7- Les micro-canaux conducteurs, constituant l'arborescence, réduisent le volume isolant, à mesure que leurs tailles augmentent, d'où une capacité C_x du matériau affaiblie.

- 8- De plus, sous l'action des décharges partielles, se produit le mécanisme thermique, où la dégradation de l'isolant peut avoir lieu par fusion et évaporation locale du matériau, suite à l'élévation locale de température. Ceci créerait une contrainte hydrostatique qui pourrait perturber l'état d'équilibre dans la structure de l'EPDM et provoquerait une augmentation du facteur de pertes $\tan\delta$.
- 9- Ce processus continue en impliquant une quantité de charge plus grande, correspondant à une tension seuil de leur apparition plus petite, une capacité du matériau plus faible et un facteur de pertes plus important, à mesure que l'arborescence évolue, jusqu'à ce que le claquage advienne.

La phase de ralentissement de la croissance de la quantité de charge Q , correspondant à un rebondissement de la tension seuil d'apparition des DP, correspond à une phase d'extinction de quelques décharges partielles, observée dans le cas des arborescences buisson-branche. A cette phase se produit la transition de la forme buisson à la forme branche, donnant lieu à la forme buisson-branche. La tension seuil d'apparition des décharges partielles varie en fonction de la pression à l'intérieur de la cavité d'arborescence, en réponse à la loi de Paschen [May95].

Trois raisons peuvent être évoquées pour expliquer cette extinction des décharges, qui n'est généralement que partielle.

- 1- La montée en pression provoquée par les gaz de décomposition du polymère. Cependant, la nature du polymère, du gaz occlue et de son humidité doivent être prises en considération [May95].
- 2- Les charges piégées ou déposées sur les parois de la cavité, diminuent la résistivité de cette dernière et réduisent la contrainte de champ qui y agit.
- 3- L'interaction des champs électriques dans les ramifications lorsqu'une arborescence se développe en plusieurs branches; le gradient du champ peut être réduit par les effets mutuels des branches les unes par rapport aux autres.

V.7 Effet du traitement thermique

Les essais électriques ont révélé une amélioration considérable des propriétés diélectriques de l'EPDM traité thermiquement à une température $T^{\circ}=100$ °C pendant un temps $t_T=100$ heures. Cette amélioration se traduit par des temps d'initiation et de propagation de l'arborescence plus longs, relativement au cas sans traitement, induisant des temps de claquage augmentés d'un ordre de 1,6 fois. Pour un temps de vieillissement électrique t_E et une contrainte de champ électrique appliquée E donnés, l'intensité des décharges partielles sera réduite, leur tension seuil d'apparition améliorée, le facteur de pertes diminué et la capacité du matériau augmenté. Le thermo-traitement de courte durée ($t_T=100$ h et $T^{\circ}=100$ °C) pourrait avoir produit :

- 1- Le dégazage de l'échantillon d'EPDM qui atténuerait l'intensité des décharges partielles.
- 2- L'activation de l'agent de réticulation résiduel résultant de l'augmentation de la température. Cette opération renforcerait les doubles liaisons fortes C=C et C=O, révélées par l'analyse IR, qui sont des liaisons sans libre rotation et possédant des énergies de liaisons élevées (528 et 640 kJ/mol resp.).
- 3- La perte de plastifiant qui présente une rigidité diélectrique faible.
- 4- L'augmentation de la température qui a induit un réarrangement des chaînes moléculaires de la zone amorphe de l'EPDM, conduisant à la cristallisation de cette région et à l'amélioration des points de faibles structures du matériau. Ceci est traduit par l'augmentation du taux de cristallinité, révélé par l'analyse DRX, et la texture plus régulière de l'échantillon d'EPDM traité, révélée par l'analyse morphologique MEB.

V.8 Conclusion

Il ressort de cette analyse que l'évolution des arborescences électriques peut être scindée en trois phases principales : la phase d'initiation, la phase de propagation et la phase d'avalanche et de claquage. Ces trois phases relèvent de différents processus répétés d'injection et d'extraction de charges, de destruction des zones cristallines par un mécanisme électromécanique, de la scission des chaînes moléculaires par injection d'électrons à haute énergie, d'oxydation par les radicaux libres formés, et de la formation de cavités par l'effet répété des décharges partielles sous la contrainte de champ électrique appliquée.

L'évolution de l'arborescence implique le vieillissement de l'EPDM qui se traduit, à l'échelle macroscopique, par la dégradation de ses propriétés électriques ; soit une intensification des décharges partielles et une diminution de la tension seuil de leur apparition, une augmentation du facteur de perte et un affaiblissement de la capacité du matériau. Ce processus continue jusqu'à la rupture diélectrique du matériau. Toutefois, un traitement thermique de courte durée ($t_T=100$ heures à $T^{\circ}=100$ °C) a permis d'améliorer considérablement ces propriétés.

Il existe donc une corrélation entre les comportements électrique et chimique du matériau, reliant la variation des grandeurs électriques et physiques (E , Q , U_s , $tg\delta$, C_x et ϵ), aux modifications morphologiques du matériau, traduisant la dégradation de ce dernier.

Cette corrélation est consolidée par l'organigramme de la figure V.3, résumant le processus de dégradation du matériau par le phénomène de l'arborescence électrique.

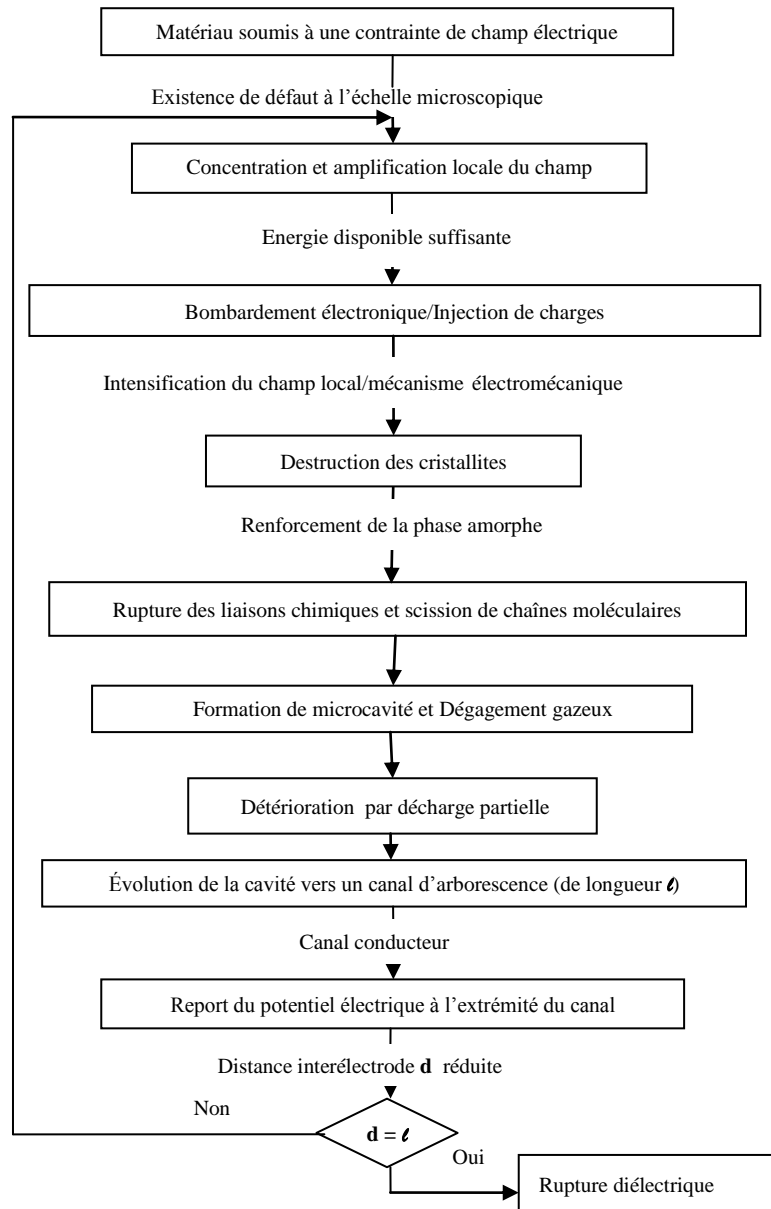


Figure V.3 : Organigramme résumant le processus de dégradation du matériau par le phénomène de l'arborescence électrique

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

Il ressort de cette étude que l'évolution des arborescences électriques peut être scindée en trois phases principales : la phase d'incubation ou d'initiation, la phase de propagation et la phase d'avalanche et de claquage.

Nous avons montré que, plus le champ électrique appliqué est intense plus la cinétique de l'arborescence est accélérée. L'évolution de l'arborescence implique le vieillissement de l'EPDM qui se traduit, à l'échelle macroscopique, par la dégradation de ses propriétés électriques ; soit une intensification des décharges partielles et une diminution de la tension seuil de leur apparition, une augmentation du facteur de perte et un affaiblissement de la capacité du matériau. Et à mesure que le champ devienne intense (effet combiné du niveau de tension et de la géométrie des électrodes (distance inter électrodes et rayon de courbure de l'électrode active pointe)), l'arborescence devient moins touffue en passant d'une forme buisson, à buisson-branche, à branche; l'arborescence acquiert une plus grande facilité à pénétrer l'isolation réduisant ainsi les temps de rupture.

A chaque forme d'arborescence correspond une allure distincte de l'évolution dans le temps de la quantité de charge, du niveau seuil d'apparition des décharges partielles et du courant de décharge associés. Les formes branche, buisson et buisson-branche sont respectivement caractérisées par un, deux et trois régimes d'évolution, qui sont directement liées à la valeur du champ appliqué au matériau. Dans le cas de l'EPDM, la valeur du champ maximum $E_{\max} = 0,513 \text{ MV/mm}$ est considérée comme étant la valeur caractéristique d'un changement de régime de propagation de l'arborescence, impliquant la transition de la forme buisson à la forme branche, résultant la forme buisson-branche.

Cette transition se manifeste par l'extinction de quelques décharges partielles donnant lieu à un ralentissement de la croissance de la quantité de charge Q , correspondant à un rebondissement de la tension seuil d'apparition des DP. Cette dernière serait liée à la pression à l'intérieur des canaux en relation avec la loi de Paschen.

La dégradation de l'EPDM, qui est directement lié aux régimes d'évolution de l'arborescence, relèvent de différents processus répétés, qui ont lieu à l'échelle microscopique. Ces processus de dégradation, sous la contrainte du champ électrique, ont pour origine la formation de microcavités dues à la préexistence de défauts microscopiques où naissent des contraintes électriques et mécaniques locales. A cette échelle se produit :

- l'injection et l'extraction de charges,
- la destruction des zones cristallines par un mécanisme électromécanique, en faveur d'un renforcement de la phase amorphe qui constitue une zone chimiquement et électriquement faible,
- la scission des chaînes moléculaires par injection d'électrons à haute énergie, résultat de ruptures de liaisons C-C et C-H,
- l'oxydation par les radicaux libres formés,
- la formation de cavités par l'effet répété des décharges partielles produites dans le gaz d'hydrogène libéré suite à la scission des chaînes moléculaires,
- la diminution de la masse moléculaire des chaînes de polymère qui a lieu suite à l'effet thermique consécutif à l'occurrence des décharges partielles intenses.

Nous avons également montré que les processus de dégradation impliquent des modifications de nature physique et chimique avec des conséquences sur les propriétés électriques locales. Ces phénomènes vont se cumuler dans le temps pour donner lieu à la première branche de l'arborescence, formant une zone plus conductrice susceptible de concentrer la contrainte en champ. Au fur et à mesure de l'augmentation de la taille du défaut (arborescence), l'énergie d'impact disponible localement croît et l'effet s'accélère. Ce processus continue jusqu'à la rupture diélectrique du matériau.

Toutefois, un traitement thermique de courte durée ($t_T = 100$ heures à $T = 100 \text{ °C}$) permet d'améliorer considérablement les propriétés diélectrique de l'EPDM, que nous pourrions attribuer à une opération de dégazage qui atténuerait l'intensité des décharges partielles, à une activation de l'agent de réticulation résiduel résultant de l'augmentation de la température qui renforcerait les doubles liaisons fortes C=C et C=O, à une perte de plastifiant qui présente une rigidité diélectrique faible et/ou à un réarrangement des chaînes moléculaires de la zone amorphe de l'EPDM, conduisant à la cristallisation de cette région et à l'amélioration des points de faibles structures du matériau.

Il existe une corrélation étroite entre le comportement électrique et chimique du matériau, liant la variation des grandeurs électriques et physiques (E , Q , U_s , $\text{tg}\delta$, C_x et ℓ) aux modifications morphologiques du matériau, traduisant la dégradation de ce dernier. L'exploitation de ce résultat nous permet, à tout moment, de connaître le stade d'évolution de l'arborescence, connaissant une des grandeurs électriques mesurée ; soit la quantité de charge Q ,

Conclusion générale

respectivement le courant de décharge I_d , la tension seuil d'apparition des décharges partielles U_s , le facteur de perte $\text{tg}\delta$ ou la capacité du matériau C_x , ce qui reviendrait à faire une appréciation sur l'état de l'isolation.

En perspective et pour une meilleure maîtrise du phénomène d'arborescence dans l'EPDM, l'étude de l'effet d'autres contraintes (mécanique, humidité, environnement chimique ...) permettrait de progresser encore plus dans la compréhension du mécanisme de dégradation de l'EPDM et en particulier des arborescences sous contraintes combinées ainsi que dans la détermination de la durée de vie du matériau.

Bibliographie

- [Abd85] K. Abdolall, H. E. Orton, M. W. Reynolds, "An Investigation into Water Trees: Existence of Channels and the Influence of Crosslinking", *Ann. Report Conf. on Elec. Insul. and Dielec. Phenom., CEIDP*, pp. 302-311, 1985.
- [Abd99] M. A. Abdallah, "Partial discharge pulses in artificial voids in XLPE-material used in cables insulation", *Eleventh International Symposium on High Voltage Engineering, Hanover, Germany, (Conf. publ. No 467), Vol 4*, pp. 212-215, 1999.
- [Adr04] J. Adrian, "Optimisation des cycles thermiques appliqués aux fontes G.S. ferritiques vis-à-vis des propriétés de fatigues", *Thèse de doctorat, Institut Nationales des Sciences Appliquées de Lyon, France*, 2004.
- [Aff00] J. F. Affolter, "Haute Tension", *Ecole d'Ingénieurs du Canton de Vaud, département E+I, Edition octobre 2000*.
- [Ago05] P.D. Agoris, S. Meijer, E. Gulski, J. J. Smit, A. J. L. M. Kanters, "On-line partial discharge detection on transformers", In s.n. (Ed.), *Proceedings of the 18th International Conference and Exhibition on Electricity Distribution (pp. 1-5)*. Stevenage: CIRED, 2005.
- [Agu82] M. Aguet et Mercea, "Haute tension, Vol. XXII : traite de l'électricité", *Editions jeorgi*, 1982.
- [Agu87] M. Aguet, M. Ianoz, "Haute tention", *Edition DUNOD* 1987.
- [Ahm05] M. Ahmed, M. A. Al Ohali, M. A. Garwan, K. Y. Soufi, Z. M. Hamouz, "How good are electrical diagnostic tests to predict water trees in HV cables an evaluation using optical microscopy", *Journal of electrical engineering, Vol. 56, N° 1-2*, 2005.
- [Ala08] S. Alapati, M. J. Thomas, "Electrical Treeing in Polymer Nanocomposites", *Fifteenth National Power Systems Conference (NPSC), IIT Bombay, India*, 2008.
- [Arn84] C. Arnand, H. Auclair, D. Roy, "Analyse du matériau isolant soumis à l'action de l'eau au voisinage du point de claquage", *R.G.E*, 1984.
- [Ash77] A. C. Ashcraft, "Water treeing in polymeric dielectrics", *World Electrical Congress, Moscow, Russia*, pp. 1-19, 1977.
- [Ash91] M. F. Ashby, D. R. H. Jones, "Matériaux 2 microstructure et mise en œuvre", *Dunod, Paris, France*, 1991.
- [Ass01] R. A. Assink, M. Celina, K. T. Guillen, R. L. Clough and T. M. Alam, "Morphology changes during radiation-thermal degradation of polyethylene" *Vol.73*, pp. 355- 362, 2001.
- [Ast86] ASTM D 4093-86, "Photo elastic Measurements of Birefringence and Residual Strains in Transparent or Translucent Plastic Materials", 1986.
- [Aub08] E. Aubert, "Diagnostic optique du vieillissement électrique des Résines époxydes sous faible champ électrique", *Thèse de doctorat, Université de Toulouse, France*, 2008.
- [Auc54] D. W. Auckland, B. R. Varlow, "Dependence of Electrical Tree Inception and Growth on Mechanical Properties", *Proc. IEE, Vol. 138*, pp. 51-54, 1991.
- [Auc78] D. W. Auckland, R. Cooper, C. Walker, "Absorption of water by electrically stressed polyethylene", *Proc. IEE, Vol. 125(8)*, pp. 776-777, 1978.
- [Auc91] D. W. Auckland, B. R. Varlow, "Dependence of electrical treeing inception and growth on mechanical properties", *Roc. IEE, Vol. 138*, pp. 51- 54, 1991.
- [Auc92] D. W. Auckland, S. M. F. Kabir, B. R. Varlow, "Effect of barriers on the growth of trees in solid insulation". *Science, Measurement and Technology, IEE Proceedings A, Vol. 139, Issue 1*, pp. 14-20. 1992.
- [Aus76] J. Austin, R. E. James, "On-line Digital Computer System for Measurement of Partial Discharges in Insulation Structures", *IEEE Trans. EI, Vol. 11*, pp. 129-139, 1976.
- [Bah07] S. Bahadoorsingh, S. M. Rowland, "Development of a Multifactor Framework Linking Insulation Ageing and Power Network Environments", *IEEE CEIDP*, 2007.
- [Bah72] G. Bahder, C. Katz, "Treeing effects in PE and XLPE insulation", *CEIDP*, pp. 19-198, 1972.
- [Bah74] G. Bahder, T. W. Dakin, J. H. Lawson, "Analyse du claquage par arborescence", *CIGRE, rapport du Groupe 15-05*, 1974.
- [Bah82] G. Bahder, T. Garrity, M. Sosnowski, R. Eaton, C. Katz, "Physical Model of Electric Aging and Breakdown of Extruded Polymeric Insulated Power Cables", *IEEE Transactions on PAS, Vol. 101*, pp. 1378 -1388, 1982.
- [Bam09] S. S. Bamji, A. T. Bulinski, M. Abou-Dakka, "Luminescence and space charge in polymeric dielectrics", *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 16, N° 5*, pp 1376-1392, Canada, 2009
- [Bam83] S. Bamji, A. Bulenski, J. Densley, A. Garton, "etching and the morphology of cross linked polyethylene cable insulation", *IEEE Electrical Insulation, Vol. EI-19, No 1*, 1983.

Références Bibliographiques

- [Bam84] S. Bamji, J. Densley, A. Garton, N. Shimizu, "Arborescences électrochimiques dans les isolations synthétiques", CIGRE 84, Groupe 15-07, Showa electric wire and cable company, Japan, 1984.
- [Bam89] S. S. Bamji, A. T. Bulinski, R. J. Densley, "Degradation of Polymeric Insulation due to Photo Emission Caused by High Electric Fields", IEEE Trans. on Electrical Insulation, Vol. 24, pp. 91-98, 1989.
- [Bar73] R. Bartnikas, "Note on Multichannel Corona Pulse-height Analysis", IEEE Trans. on Electrical Insulation, Vol. 8, pp. 2-5, 1973.
- [Bar90] A. L. Barclay, P. J. Sweeney, L. A. Dissado, G. C. Steven, "Stochastic Modeling of Electrical Treeing: Fractal and Statistical Characteristics", J. Phys. D: Appl. Phys. Vol. 23, pp. 1536-1545, 1990.
- [Bar91] R. Bartnikas, R. J. Densley, R. M. Eichhorn, "Accelerated aging tests for polymer insulated cables under wet conditions", IEEE Trans. on Power Delivery, Vol. 6, N° 3, 1991.
- [Bas11] J. C Bastient, "Etude des matériaux à changement de phase pour application dans le domaine des CPRAM-Verres infrarouges pour l'optique spatiale", Thèse de doctorat, Université de Rennes 1, France, 2011.
- [Bed82] R. W. Bedwell, "Le nordel caoutchouc hydrocarboné", Fiche technique de Dupont, 1982.
- [Bel87] J. J. De Bellet, G. Matey, L. Rose, V. Rose, "Some aspects of the relationship between water treeing morphology and microstructure of polymers", IEEE trans. on Electrical Insulation, Vol. EI-22, N° 2, 1987.
- [Ber84] B. S. Bernstein, In conference record of the 1984 international symposium on electrical insulation, Montréal, Canada, Edited by IEEE, pp 327, 1984.
- [Bir99] D. Birtwhistle, P. D. Blackmore, A. Krivda, G. A. Cash, G. A. George, "Monitoring the Condition of Insulator Shed Materials in Overhead Transmission Networks", IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul, Vol. 6, pp. 612-919, 1999.
- [Bla65] R. M. Black and E. H. Reynolds, "Ionisation and Irradiation Effects in High Voltage Dielectric Materials", Proc. IEE, Vol. 112, N° 6, pp. 1226-1236, 1965.
- [Bla98] P. D. Blackmore, D. Birtwhistle, G. A. Cash, G. A. George, "Condition assessment of EPDM composite insulators using FTIR spectroscopy", IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul, Vol. 5, pp. 132-141, 1998.
- [Bly79] A. R. Blythe, "Electrical properties of polymers", Cambridge university press, vol. 1, 1979.
- [Bog01] S. Boggs, J. Xu, "Water Treeing -Filled vs Unfilled Cable Insulation", EIRC, IEEE Electrical Insulation, Magazine, Vol. 17, N° 1, pp. 22-29, 2001.
- [Bul94] A. Bulinski, S. Bamji, J. Densley, A. Gustafsson, U. W. Gedde, "Water treeing in binary linear polyethylene blends: the mechanical aspect", IEEE Transactions on Electrical Insulation Vol. 1, N° 6, pp 949 - 962, 1994.
- [Cac93] M. Cacciari, A. Contin, G. Rabach, G. C. Montanari, "Diagnosis of Practical Insulation Systems by PD Measurements in the Presence of Multidischarge Phenomena", Proc. CEIDP, Pocono, USA, pp. 414-419, 1993.
- [Car86] E. Cartier, P. Pfluger, "Transport and relaxation of hot conduction electrons in an organic dielectric", Physical Review B, Vol. 34, pp.8822, 1986.
- [Car87] A. Garton, S. Bamji, A. Bulinski and J. Densley, "Oxidation and Water Tree in Service-aged XLPE Insulation", IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. 22, pp. 405-412, 1987.
- [Ccb14] Canadian Copper & Brass Development Association (CCBDA) Publication, <http://www.coppercanada.ca/french/publication/pub23f/23f-section3.htm>.
- [Cei05] CEI 60502, "Câbles d'énergie à isolant extrudé et leurs accessoires pour des tensions assignées de 1KV ($U_n = 1,2$ kV) à 30 kV ($U_n = 36$ kV)", 2005.
- [Cha09] G. Chen, C. H. Tham, "Electrical Treeing Characteristics in XLPE Power Cable Insulation in Frequency Range between 20 and 500 Hz", IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol 16, N° 1, 2009.
- [Cha92] J. V. Champion, S. Dodds, G. C. Stevens. "Quantitative measurements of mechanical stress in resins and its effect on electrical treeing". IEE Conf. on Dielectric Materials, Measurements and Applications, pp. 193-196, 1992.
- [Cha93] J. V. Champion, S. J. Dodd, G. C. Stevens, "Quantitative Measurement of Light Emission during the Early Stages of Electrical Breakdown in Epoxy and Unsaturated Polyester Resins", Journal of Physics D: Applied Physics, Vol. 26, pp. 819- 828, 1993.
- [Che85] J. L. Chen, P. C. Filippini, Y. Poggi, "Distribution of Microcavities and Prebreakdown in Water Treeing", Intern. Conf. Properties and Applications of Dielectric Materials, ICPADM, Xian, pp 366-369, 1985.
- [Che92] A. Cherifi, M. A. Dakka, A. Toureille, "The validation of the thermal step method", IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. EI-27, Issue 6, pp.1152-1158, 1992.
- [Ciu10] F. Ciuprina, G. Teissedre, J. C. Filippini, A. Smedberg, A. Campus, N. Hampton, ELMAT, "Chemical crosslinking of polyethylene and its effect on water tree initiation and propagation", IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 17, N° 3, pp 709-715, 2010.

Références Bibliographiques

- [Coo90] J. M. Cooper, G. C. Steven, "The influence of Physical Properties on Electrical Treeing in a Cross-Linked Synthetic Resin", *J. Phys. D:Appl. Phys.*, Vol.23, pp. 1528-1535, 1990.
- [Cri00] J. P. Crine, Jow, Jinder, "Influence of frequency on water treeing in polyethylene" Conference on electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Vol.1, pp. 351-354, 2000.
- [Cri85] J. P. Crine, A. K. Vijn "A Molecular Approach to the Physicochemical Factors in the Electric Breakdown of Polymers", *Applied Physics Communications*, Vol. 5, pp.139 -163, 1985.
- [Cri88] J.P. Crine, S. Haridoss, P. Hinrichen, H. Houdayer, G. Kajrys, "Impurities in electrical trees grown in field-aged cables", Montréal, Québec, Canada, CEIDP, 1988.
- [Cri89] J. P. Crine, J. L. Parpal, C. Dang "A New Approach to the Electric Aging of Dielectrics", *Proceedings of 1989 Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena*, pp.161 -167, 1989.
- [Cri90] J.P. Crine, "A Model of Solid Dielectrics Ageing", *Conference Record of the IEEE Int. Sym. on Electrical Insulation*, pp. 25-26, 1990.
- [Cri91] J. P. Crine "The Compensation Law Revisited - Applications to Dielectrics Aging", *IEEE Transactions on Electrical Insulation*, vol. 26, pp.811 -818, 1991.
- [Cri96] J.P. Crine, J.L. Parpal and C. Dang, "Fatigue as a Major Parameter in Some Electrical Aging Mechanisms of Various Dielectrics", *IEEE Proceedings A*, vol. 143, pp.395, 1996.
- [Cri97] J. P. Crine, "a molecular model to evaluate the impact of aging on space charges in polymer dielectrics", *IEEE Trans. on Dielectrics and Electrical Insulation*, Vol. 4, N° 5, pp. 487-495, 1997.
- [Cri98] J.P. Crine, "Electrical, Chemical and Mechanical Processes in Water Treeing", *IEEE Trans. on Dielectrics and Electrical Insulation*, Vol. 5, pp. 681-94, 1998.
- [Cur83] J. Curchod, F. A. Lorca, "Elastomères, généralités", *technique de l'ingénieur*, A7700, A7, 1983.
- [Cyg90] P. Cygan, J. R. Laghari, "Models for Insulation Aging under Electrical and Thermal Multistress", *IEEE Trans. on Electrical Insulation*, Vol. 25, N° 5, pp.923-934, 1990.
- [Dak48] T. W. Dakin, "Electrical Insulation Deterioration Treated as a Chemical Rate Phenomenon", *AIEE Transactions*, vol. 67, pp.113 -122, 1948.
- [Dak60] T. W. Dakin, "Electrical Insulation Deterioration", *Electro technology*, Vol. 3, pp. 129 -130, 1960.
- [Dak71] T.W. Dakin, "The endurance of electrical insulation", *Proc. 4th Symp. Elec. Insul. Materials*, IIEE, September 1971.
- [Dak74] T. W. Dakin, "Treeing in polyethylene", CEIDP, pp. 197-206, 1974.
- [Dan96] C. Dang, J. L. Parpal, J. P. Crine, "Electrical aging of extruded dielectric cables: review of existing theories and data", *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, Vol. 3, N° 2, pp 237-247, 1996.
- [Dar07] C. Darcel, J. Uziel, "les grands principes", *Chimie organique*, 2eme édition, DUNOD, 2007.
- [Dav03] J. Davenas, I. Stevenson, N. Celette, G. Vigier, L. David, "Influence of the molecular modification on the properties of EPDM elastomers under irradiation", *Nucl. Instr. and Meth. B.*, Vol. 208, pp. 461-465, 2003.
- [Dav96] E. David, J. L. Parpal, J. P. Crine, "Influence of internal mechanical stress and strain on electrical performance of polyethylene electrical treeing resistance", *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, Vol. 3, N° 2, pp 248 - 257, 1996.
- [Dej93] H. Dejean, P. P. F. Dejean, M. Goldman, "On Site Very High Frequency PD Pulse Measurements on Full Size Rotating Machine Stator for Discharge Type Recognition", *Int. Conf. on Partial Discharge*, Canterbury, United Kingdom, pp. 66-67, 1993.
- [Den77] R. J. Densley, T. S. Sudarshan, "Some results of partial discharge measurements during the growth of electrical trees", CEIDP, Annual Report, 1977 Canada.
- [Den79] R. J. Densley, "An investigation into the growth of electrical trees in XLPE cable insulation", *IEEE, Trans. Electrical Insulation*, Vol. EI-14, N° 5, pp. 148-158, 1979.
- [Det97] R. Deterre, G. Froyer, "Introduction aux matériaux et polymères". *Technique et documentations*, Paris, 1997.
- [Dev84] J. C. Devins, "The Physics of Partial Discharges in Solid Dielectrics", *IEEE Trans. on Electrical Insulation*, Vol. 19, pp. 475-495, 1984.
- [Dil02] R. Dilorenzo, F. Krajick, S. Boggs, J. Ronzello, G. Pehlert, R. Dharmarajan, G. Fridland, R. Annicelli, "Comparison of AC Impulse Breakdown of Model EPR and TR-XLPE Cables as a Function of Wet Electrical Aging", *PES ICC*, 2002.
- [Din04] H. Z. Ding, B. R. Varlow, "Effect of Nano Fillers on Electrical Treeing in Epoxy Resin Subjected to AC Voltage", *IEEE Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena*, Boulder, Colorado, USA, pp. 332-335, 2004.
- [Dis02] L. A. Dissado, "Understanding Electrical Trees in Solid: From Experiment to Theory", *IEEE Trans. Dielectrics and Electrical Insulation*, Vol. 9, pp. 483 -497, 2002.
- [Dis83] L.A. Dissado, S.V. Wolfe, J.C. Fothergill, "A Study of the Factors Influencing Water Tree Growth", *IEEE Trans. Electrical Insulation*, Vol. 18, pp. 565, 1983.

Références Bibliographiques

- [Dis88] L. A. Dissado, S. V. Wolfe, J. C. Filippini, C.T. Meyer, J. C. Fothergill, "An Analysis of Field-dependent Water Tree Growth Models", IEEE Trans. Electrical Insulation, Vol. 23, pp. 345, 1988.
- [Dis92] L. A. Dissado, J. C. Fothergill, "Electrical Degradation and Breakdown in Polymers", IEE, Materials and Devices Series, Peter Peregrinus Ltd, 1992.
- [Dis93] L. A. Dissado, "Discharges and the formation of tree-shaped breakdown1993. Structures", IEE Partial Discharge Conf., IEE Conf. Proc. 378, pp. 60-63.
- [Dis94] L. A. Dissado, P. I. Williams, "Physical origin for differences in electrical tree structures", CEIDP (IEEE Pub. 94 CH3456-1), pp. 418-423, 1994.
- [Dis95] L. A. Dissado, G. Mazzanti, G. C. Montanari, "the incorporation of space charge degradation into the life model for electrical insulating materials", IEEE Trans. Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 2, N° 6, pp. 1147-1158, 1995.
- [Dis97] L. A. Dissado, G. Mazzanti, G. C. Montanari, "The role of trapped space charges in the electrical aging of insulating materials", IEEE Trans. Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 5, N° 5, 1997.
- [Dis98] L. A. Dissado, G. Mazzanti, G. C. Montanari, "proposal of a space-charge life model for electrical polymeric insulation aged under ac voltage", IEEE ISEL, pp. 595-598, Arlington, Virginia, USA, 1898.
- [Dt] Documentation technique de la cellule de mesure des décharges partielles Tur MSTE-3.
- [DtP] Documentation technique du pont de Schering à transformateur différentiel Tettex Instruments type 2089.
- [Dub84] J. C. Dubois, "Propriétés diélectriques", Technique de l'Ingénieur, A3140, 1984.
- [Ebe84] M. Eberhardt, W. Morsch, F. Fetzold, D. Flugge, P. Kullig, "Résistance du polyéthylène aux arborescences et leur détection", CIGRE 84, T. 1, Groupe 15-01.
- [Ehr00] G. W. Ehrenstein, F. Montagne, "Matériaux Polymères - Structures, propriétés et applications", Paris, HERMES Science Publications, 2000, p. 365.
- [Eic76] R. M. Eichhorn, "Treeing in solid extruded electrical insulation", IEEE, Trans. on Elect. Insul. Vol. EI-12, N°1, 1976.
- [Eld85] E. Ildstad, "Water Treeing Considered as a Mechanical Damage Phenomenon", Conference Record of the 1985 IEEE Conference on Properties and Applications of Dielectric Materials, pp. 503-506, Xian Jiaotong University, China, June 1985.
- [Eng09] V. Englund, R. Huuva, S. M. Gubanski, T. Hjertberg, "Synthesis and efficiency of voltage stabilizers for XLPE cable insulation", IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 16, N° 5, pp. 1455 - 1461, 2009.
- [Esh57] J. D. Eshelby, "The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems", Proc Roy. Soc London, A 241, pp376-396, 1957.
- [Fae04] J. Faerber, livre, Microscopie électronique à balayage, Microanalyse X par sonde électronique, Rapport de l'IPCMS (Institut de physique et chimie des matériaux de Strasbourg), 2004.
- [Fal79] B. Fallou, C. Burguier, J. E. Morel, "First approach on multiple stress accelerated life testing of electrical insulation", IEEE - CEIDP, pp. 621-628, 1979.
- [Fal83] B. Fallou, J. J. Blanchard, "Matériaux isolants solides. Caractéristiques électriques", D285, D2I, 1983.
- [Fan96] Z. H. Fan, N. Yoshiiura, "The Influence of Crystalline Morphology on the Growth of Water Trees in PE", IEEE Trans. Diel. Electr. Insul, Vol. 3, pp. 849, 1996.
- [Fau93] J.F. Fauvarque, "Polymères pour isolants électriques. Propriétés électriques des polymères et applications ", Groupe Français d'Etudes et d'Applications des Polymère, GFP, 1993, Ch. VII, pp 273-318.
- [Fil82] J. E. Filippini, C. T. Meyer, M. El Kaheh, "Some mechanical aspects of the propagation of water tree in PE", CEIDP, 1982.
- [Fil84] J. C. Filippini, J. Y. Koo, Y. Poggi, C. Laurent, C. Mayoux , S. Noel, "Water Trees and Electrical Trees", Proceedings of the Intern. Conf. on Polym. Insul. Power Cables, JICABLE, pp. 87-92, 1984.
- [Fil86] J. C. Filippini, C. Laurant, C. Mayoux, "An investigation into the initiation mechanisms of water trees in PE from attempts to detect an emission of lights", IEEE Trans. on Elect. Insul, Vol. EI - 21, N° 1, 1986.
- [Fil92] J.C. Filippini, J.Y. Koo, "Une nouvelle méthode d'essai pour évaluer la résistance des matériaux aux arborescences d'eau : surveillance in situ de la croissance des arborescences d'eau individuelles sur des spécimens de laboratoire au moyen de la géométrie à aiguilles", CIGRE session 1992, Groupe 15/21 - 01.
- [Fis87] P. Fischer, E. F. Perchke, R. G. Schroth, A. A. Farkas, "Development and realisation of water tree retardant XLPE compound and cables", CIGRE Symposium Vienna, 1987.
- [Flo93] S. Floyd, E. L. Hoel, "Process for production of high molecular weight EPDM elastomers using a metallocene-alumoxane catalyst system", Exxon Chemical Patents Inc. (Linden, NJ), United States Patent 5, 229,478, 1993.

Références Bibliographiques

- [Fon94] M. Fontanille, Y. Gnagnou, "Structure moléculaire et morphologique des polymères ", Technique de l'ingénieur, A3042, AM1, 1994.
- [Fot91] J. Fothergill. "Filamentary electromechanical breakdown", IEEE Trans. Electrical Insulation, Vol. 26, pp. 1124-1129. 1991.
- [Fot95] J. C. Fothergill, L. A. Dissado, P. J. J. Sweeney, "A discharge-avalanche theory for the propagation of electrical trees. A physical basis for their voltage dependence", IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul. Vol. 1, N° 3, pp. 474-486, 1995.
- [Fou76] R. Fournié, J. Perret, P. Recoupe, "Contribution à l'étude des arborescences électrochimiques dans le polyéthylène pour câbles à haute tension", Électricité de France, 1976.
- [Fou86] R. Fournié, " Les isolants en électrotechnique, concepts et théories", Vol. 1, Edition Eyrolles, Paris, France, 1986.
- [Fou90] R. Fournié, " Les isolants en électrotechnique, mécanismes de dégradation", Edition Eyrolles, 1990.
- [Fou93] R. A. Fouracre, H. M. Banford, M. J. Given, "Charge migration processes in insulators ", High Temp Chem Processes, pp. 257-264, 1993.
- [Fru90] B. Fruth, J. Fuhr, 'Partial Discharge Pattern Recognition-A Tool for Diagnosis and Monitoring of Aging", CIGRE, Paris, France, Paper 15/33-12, 1990.
- [Fru92] B. Fruth and L. Niemeyer, "The Importance of Statistical Characteristics of Partial Discharge Data", IEEE Trans. on Electrical Insulation, Vol. 27, pp. 60-69, 1992.
- [Fuh90] J. Fuhr, M. Hassig, B. Fruth, T. Kaiser, "PD fingerprints of Some High Voltage Apparatus", IEEE Int. Symp. on Electrical Insulation, Toronto, Canada, pp. 129-132, 1990.
- [Fuj83] H. Fujita, T. Nakanishi, K. Yamaguchi, "Acoustic Emission Distributions and Types of Electrical Trees in Polyester Resin", IEEE Trans. on Electrical Insulation, Vol. 18, pp. 520-527, 1983.
- [Fuk98] M. Tsuno, K. Togashi, Y. Ehara, H. Kishida, T. Hayami, T. Ito, " Analysis of treeing phenomena by simultaneous measurement of discharge magnitude and discharge luminescence of single pulse", Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, CEIDP Annual Report, Vol. 2, pp. 641- 644 1998 .
- [Fuk98] Y. Fukawa, K. Urano, Y. Ehara, H. Kishida, T. Ito, "Analysis of discharge magnitude and discharge luminescence of phase angle area on tree initiation", CEIDP Annual Report, Vol. 2, pp. 633-636, 1998.
- [Fus10] N. Fuse, Y. Ohki, T. Tanaka, "Comparison of nano-structuration effects in polypropylene among four typical dielectric properties", Vol 17, N° 3, pp. 671- 677, 2010.
- [Gar87] A. Garton, S. S. Bamji, A. T. Bulinski, R. J. Densley, "Oxidation and Water Tree Formation in Service-aged XLPE Cable Insulation", IEEE Trans. Electrical Insulation, Vol. 22, pp. 405-412, 1987.
- [Gee90] H. N. Geetha, M. B. Srinivas, T. S. Ramu, "Pulse-count Distribution as a Possible Diagnostic Tool for Assessing the Level of Degradation of Rotating Machine Insulation, IEEE Trans. Electrical Insulation, Vol. 25, pp. 747-756, 1990.
- [Gee91] H. N. Geetha, M. B. Srinivas, T. S. Ramu, "Pulse-count Distribution as a Possible Diagnostic Tool for Assessing the Level of Degradation of Rotating Machine Insulation, Discussion in IEEE Trans. on Electrical Insulation, Vol. 26, pp. 840-842, 1991.
- [Giv87] M. J. Given, R. A. Fouracre, B. H. Crichton, "The role of ions in the mechanism of water tree growth", IEEE Trans. Electrical Insulation, Vol. 22, N° 2, 1987.
- [Giv98] M. J. Given, R. A. Fouracre, S. J. MacGregor, H. M. Banford, M. Judd, "Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena", pp 665 - 668 vol. 2 1998.
- [Gja97] A. C. Gjaerde, "Multifactor Ageing Models - Origin and Similarities", IEEE Electrical Insulation Magazine, Vol. 13. N° 1, pp. 6-13, 1997.
- [Glu 84] S. Gluchowski, J. Juchniewicz, "essai de création d'arborescences", CIGRE 84- T.1, Gr. 15-06.
- [Gly87] S. Glychowski, J. Juchniewicz, "A new approach to treeing inception tests", IEEE Trans. Electrical Insulation, EI Vol. 22, N° 1, 1987.
- [Gri98] C. L. Griffiths, J. Freestone, R. N. Hampton, "Thermoelectric aging of cable grade XLPE", Proc. of the IEEE Int. Symp. Electrical Insulation, Arlington, Virginia, USA, pp 578-582, 1998.
- [Gul89] E. Gulski, F. H. Kreuger, "Digital Computer System for Measurements of PD in Insulation Structures", Proc. 3rd Conf. on Cond. and Breakd. in Solid Dielectr., Trondheim, July 3-6, pp. 582-586. 1989.
- [Gul91a] E. Gulski, F. H. Kreuger, "Recognition of Discharge Sources using Statistical Tools", Proc. 3rd Inter. Conf. on Prop. and Appl. of Dielect. Mat. Tokyo, July 8-12, Paper A-4, 1991.
- [Gul91b] E. Gulski, Computer-aided Recognition of PD Using Statistical Tools, Delft University Press, 1991.
- [Gul92] E. Gulski, F. H. Kreuger, "Diagnosis of Insulation Systems Using Statistical Tools", Proc. of IEEE Int. Symp. on Electrical Insulation, pp. 393-397, Baltimore, 1992.
- [Gul94] E. Gulski, A. Krivda, "Neural Networks as a Tool for Recognition of Partial Discharges", IEEE Trans. on Electrical Insulation, Vol. 28, pp. 984-1001, 1993, Errata in IEEE Trans. on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 1, pp.351, 1994.

Références Bibliographiques

- [Gul95a] E. Gulski, "Discharge Pattern Recognition in High Voltage Equipment", IEE Proc. on Science, Measurements and Technology, Vol. 142, pp. 51-61, 1995.
- [Gul95b] E. Gulski, "Diagnosis of HV Components by Digital PD Analyzer", IEEE Trans. on Diel. and Elect. Ins., Vol. 2, pp. 630-640, 1995.
- [Gus91] A. Gustafsson, M. T. C. Brana, U. W. Gedde, "Electrical Degradation of Binary Polyethylene Blends", Polymer, Vol. 32, pp. 426-431, 1991.
- [Ham98] S. S. Hamza, "Effect of aging and carbon black on the mechanical properties of EPDM rubber", polymer testing, Vol 17, pp131-137, 1998.
- [Han82] M. A. Handala, "Contribution à l'étude de la propagation des arborescences électriques dans l'EPDM", Magister diploma, USTHB – Alger, Algeria, 1982.
- [Han96] Y. Zhang, J. Lewiner, C. Alquié, N. Hampton, "Evidence of strong correlation between spacecharge buildup and breakdown in cable insulation", IEEE Trans. Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 3, N°. 6, pp. 778-183.1996.
- [Haz90] N. Hozumi, M. Ishida, T. Okamoto, H. Fukajawa, "The influence of morphology on electrical tree initiation in PE under AC and impulse voltage", IEEE Trans. Electrical Insulation, Vol. 25, N°. 4, pp. 707-714, 1990.
- [Hik90] M. Hikita, K. Yamada, A. Nakamura, T. Mizutani, A. Oohasi, M. Ieda, "Measurements of Partial Discharges by Computer and Analysis of Partial Discharge Distribution by the Monte Carlo Method", IEEE Trans. on Electrical Insulation, Vol. 25, pp. 453-468, 1990.
- [Hir84] S. Hirabayashi, C.W. Reed, J. Sletbak, "Comportement sous contraintes multiples de matériaux isolants et de structures d'isolation ", CIGRE 84, T.1, G15 - 03.
- [Hir87] H. Hirose, "A Method to Estimate Lifetime of Solid Electrical Insulation," IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. 22, N°. 6, pp. 745-753, 1987.
- [Hog82] W. K. Hogg, R. Miller, G. Rabach, D. M. Ryder, "The Relationship of Partial Discharge Amplitude Distributions with Dielectric Damage at Different Levels of Voltage and Frequency", IEEE Int. Symp. on Electrical Insulation, Philadelphia, USA, pp.79-85, 1982.
- [Hou90] C.Houdret, "Elastomères ingrédients", Technique de l'Ingénieur, A7710, A7, 1990
- [Hoz92] N. Hozumi, T. Okamoto, T. Imajo, "Discrimination of Partial Discharge Patterns Using a Neural Network", IEEE Trans. on Electrical Insulation, Vol. 27, pp. 550-556, 1992.
- [Hoz98] N. Hozumi, T. Takeda, H. Suzuki, T. Okamoto, "Space charge behavior in XLPE cable insulation under 0.2-1.2 MV/cm dc fields", IEEE Trans. on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 5, N°. 1, pp. 82-90, 1998.
- [Huc95] T. Hucker, H. G. Kranz, "New Approach in Partial Discharge Diagnosis and Pattern Recognition", IEE Proc. on Science, Measurements and Technology, Vol. 142, pp. 89- 94, 1995.
- [Hui09] L. Hui, R. Smith, J. K. Nelson, L. S. Schadler, "Electrochemical Treeing in XLPE/silica Nanocomposites", IEEE Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena CEIDP, Virginia Beach, USA, 2009.
- [Hvi02] S. Hvidsten, J. T. Benjaminsen, "Diagnostic Testing of MV XLPE Cables with Low Density of Water Trees", IEEE international symposium on electrical insulation, 2002, Boston, USA.
- [Iec81] IEC Publication 270, Partial Discharge Measurements, 1981.
- [IECa] IEC60055, Paper-insulated metal-sheathed cables for rated voltages up to 18/30 kV (with copper or aluminum conductors (IEC), Geneva, Switzerland.
- [IECb] IEC60502, Power cables with extruded insulation and their accessories for rated voltages from 1 kV ($U_m=1,2$ kV) up to 30 kV ($U_m=36$ kV), International Electrical Commission (IEC) Geneva, Switzerland.
- [Ied72] M. Ieda, M. Nawata, "Consideration of treeing in polymers", IEEE Conf. Electr. Insul. Dielectr. Phenomena (CEIDP), Japan, pp.143-150, 1972.
- [Ied83] M. Ieda, M. Nawata, H. Kawamura, "Influence of polymer morphology on treeing breakdown phenomena", 4 th. Int. Symp. High Voltage Engineering, 5-9 September, Athens, Greece, 1983.
- [Ild91] E. Ildstad, H. Faremo, "Importance of Relative Humidity on Water Treeing in XLPE Cable Insulation", Int. Symp. High Voltage Engineering, Dresden, Germany, paper 23.04, 1991.
- [Ima06] T. Imai, F. Sawa, T. Ozaki, T. Shimizu, S. Kuge, M. Kozako, T. Tanaka, "Effect of Epoxy/Filler Interface on Properties of Nano or Micro-composites", IEEE Transactions on Fundamentals of Materials, Vol. 126, N°. 2, pp. 84-91, 2006.
- [Jam88] R. E. James, S. L. Jones, "Some Aspects of the Statistical Modeling of PD Inception Condition", IEEE Trans Electrical Insulation, Vol. 23 N°. 2, pp. 297-306, 1988.
- [Jin98] J. Jinder, "Electrical degradation interactions-kinetic and thermodynamic aspects of chain scission for water treeing" Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Vol. 2, pp. 669 – 672, 1998.

- [Jon05] J. P. Jones, J. P. Lewellyn, T. J. Lewis, "The contribution of field-induced morphological change to the electrical aging and breakdown of polyethylene. IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul, Vol. 12, pp. 951-966, 2005.
- [Jow99] J. Jow, "Material Differentiation by Water Treeing Tests", CEIDP, pp. 500-3, 1999.
- [Kad77] T. W. Kadin, S. A. Studniartz, "The Voltage Endurance of Cast and Molded Resins," IEEE/MEMA Electrical/Electronics Insulation Conference, Boston, USA, pp. 318-321, 1977.
- [Kah83] M. El Kahel "Effet de l'amplitude et de la fréquence du champ électrique sur la propagation des arborescences d'eau", Thèse de troisième cycle, INP-Grenoble, France, 1983.
- [Kal82] W. Kalkner, V. Muller, E. Peschke, H. J. Henkel, R. Von Olshausen, "Water Treeing in Polyethylene and XLPE Insulated HV Cables", CIGRE, Paris, 1982.
- [Kar01] R. Karpeles, A. V. Grossi, "EPDM Rubber Technology", Handbook of Elastomers, 2 Ed, Anil K. Bhowmick and Howard L. Stephens [Editors], pp. 845-876, Marcel Decker, Inc., New York, 2001.
- [Kar78] K. Kärner, "High-voltage, experimental technique", Edition Vieweg, 1978.
- [Kar89a] M. Karkelle, P. J. Phillips "The influence of structure on water treeing in cross linked PE : tree morphology and the influence of organic contaminants", I.E.E.E. Trans. on Elect. Insul., Vol. 24, N°. 6, pp. 1101-1108, 1989.
- [Kar89b] M. Karkelle, P. J. Phillips, "The influence of structure an water treeing in crosslinked PE", IEEE Trans. on Elect. Insul., Vol. 24, N°. 6, pp. 1093-1100, 1989.
- [Kat14] F. Katzanevas, C. H. D. Lemps, "Élastomères ou caoutchoucs". Encyclopedia Universalis: <http://www.universalisedu.com/>
- [Kat74] H. Kato, N. Maekawa, S. Inoue, H. Fujita, "Effect and mechanism of some new voltage stabilizers of crosslinked polyethylene insulation", conference on electrical insulation and dielectric phenomena, pp. 229- 238, 1974.
- [Kat90] F. Katzanevas, "élastomères méthodes d'obtention et propriétés", Technique de l'Ingénieur, A770 5, A7, 1990.
- [Kau01] H. H. Kausch, N. Heymans, C. J. Plummer, P. Decroly, " Propriétés Mécaniques et Physiques" Edition Lausanne, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 2001.
- [Kdi95] T. Kdicki, J. M. Braun, J. Densley, N. Fujimoto, H. G. Sedding, "Partial Discharge Pulse Characteristics of Electrical Trees in XLPE Cable Insulation", 5th Int. Conf. on Conduction and Breakdown in Solid Dielectrics, Leicester, England, pp. 528-532, 1995.
- [Kel76] A. Kelen, "The Functional Testing of High Voltage Generator Stator", CIGRE, Paris, France, Paper 15-03, 1976.
- [Kia85] W. Kiaminsky, M. Miri, "Ethylene Propylene Diene Terpolymers Produced with a Homogeneous and Highly Active Zirconium Catalyst", J. Poly. Sci., Vol. 23, pp. 2151, 1985.
- [Kim92] Y. J. Kim, J. K. Nelson, "Assessment of Deterioration in Epoxy/mica Machine Insulation", IEEE Trans on Electrical Insulation, Vol. 27, N°. 5, pp. 1026-1039, 1992.
- [Kit87] I. Kitani, K. Arie, "DC tree associated with space charge in PMMA", IEEE, trans. on elect. insul., Vol. EI 22, N°. 3, 1987.
- [Koj73] T. Kojima, M. Hanai, K. Yagi, K. Okusa, M. Aihara, K. Haga, "Characteristics of PE impregnated with various gazes", IEEE Power Ing. Soc, 1973.
- [Koo84] J. Y. Koo, "Contribution à l'étude de la propagation des arborescences d'eau dans le polyéthylène ", Thèse de Docteur Ingénieur, INP Grenoble, France, 1984.
- [Kra92] H. G. Kranz, R. Krump, "Partial Discharge Diagnosis Using Statistical Optimization on a PC- based System", IEEE Trans. on Electrical Insulation, Vol. 27, pp. 93-98, 1992.
- [Kre89] F. H. Kreuger, "Partial discharge detection in high-voltage equipment butter worths", London, UK, 1989.
- [Kre92] F. H. Kreuger, "Industrial high voltage: coordinating, measuring and testing", Delts University Press, Vol. 11, 1992.
- [Kre93] F.H. Kreuger, E. Gulski, A. Krivda, " Classification of partial discharges", IEEE Transaction on electrical Insulation, Vol. 28, N°.6, pp. 917- 931,1993.
- [Kre94] F. H. Kreuger, P. H. F. Morshuis, E. Gulski, "Evaluation of Discharge Damage by Fast Transient Detection and Statistical Analysis", CIGRE, Paris, France, Paper 15-106, 1994.
- [Kuf00] E. Kuffel. W. S. Zaengl. J. Kuffel, "High Voltage Engineering", published by Butterworth-Heinemann, Second Edition 2000.
- [Kur07] R. Kurnianto, Y. Murakami, N. Hozumi, M. Nagao, "Characterization of tree growth in filled epoxy resin: the effect of filler and moisture contents", IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 14, N°. 2, pp. 427- 435, 2007.
- [Lah09] N. Lahoud, "Modélisation du vieillissement des isolants organiques sous contrainte électrique. Application à la fiabilité des matériaux", Thèse de doctorat, Toulouse, France, 2009.

Références Bibliographiques

- [Lai10] K. X. Lai, B. T. Phung, T. R. Blackburn, "Application of data mining on partial discharge", IEEE. Trans. Electr. Insul., Vol. 17, N° 3, pp. 846-854, 2010.
- [Lam05] O. A. Lambri, L. M. Salvatierra, F. A. Sánchez, C. L. Matteo, P. A. Sorichetti, C. A. Celauro, "Crystal growth in EPDM by chemi-crystallisation as a function of the neutron irradiation dose and flux level", Nucl. Instr. and B. Meth, Vol. 237, pp. 550-562, 2005.
- [Lau79] C. Laurent, "Etude de la propagation des arborescences électriques dans le polyéthylène par voie optique et électrique", Thèse de docteur-ingénieur, U.P.S. Toulouse, France, 1979.
- [Lau83] C. Laurent, C. Mayoux, S. Noel, "Dielectric breakdown on PE in divergent field: role of dissolved gases and electroluminescence", J. appl. Phys., Vol. 54, N° 3, pp. 1532-1539, 1983.
- [Lau84] C. Laurent, "Contribution à l'étude des mécanismes de la rupture diélectrique à long terme des polymères", Thèse de Docteur d'Etat, UPS Toulouse, France, Décembre 1984.
- [Law73] J. H. Lawson, W. J. Vahlstrom, "Investigation of insulation deterioration in 15kV and 22kV polyethylene cable removed from service", Part II. Power Apparatus and Systems, IEEE Transactions on (Volume: PAS-92, Issue: 2), pp. 824-835, 1973.
- [Lee98] J. H. Lee, S. M. Cho, I. K. Song "Correlation between the AC breakdown strength and space charge distribution of water tree aged XLPE", Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Vol. 2, pp. 657-660, 1998.
- [Lew96] T. J. Lewis, J. P. Llewelin, M. J. van der Sluijs, J. Freestone, N. Hampton, Proc. 7th IEE Conf. Diel. Meas Appl., pp 220-5, 1996 and in Proc, 1996 CEIDP, pp. 328-33, 1996.
- [Li 94a] H. M. Li, B. H. Crichton, R. A. Fouracre, M. J. Given, W. Shu, "Water tree induced electrical changes in low density polyethylene", IEEE Symp on Elec Ins., pp. 391-394, 1994.
- [Li 94b] Y. Li, M. Yasuda, T. Takada, "Pulsed Electro-acoustic Method for measurement of Charge Accumulation in Solid Dielectrics", IEEE Trans. Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 1, pp. 188-195, 1994.
- [Li 97] Y. Li, J. Kawai, Y. Ebinuma, Y. Fujiwara, Y. Ohki, Y. Tanaka, T. Takada, "Space charge behavior under ac voltage in water-treed PE observed by the PEA method", IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 4, N° 1, pp. 52 - 57, 1997.
- [Lip84] M. Liponski, "Elastomères mise en œuvre", Technique de l'Ingénieur, A7715, A7, 1984.
- [Liu93] R. Liu, T. Takada, N. Takasu "Pulsed Electro-acoustic Method for Measurement of Space Charge Distribution in Power Cables under both dc and ac Electric Fields", J. Phys. D; Appl. Phys, Vol. 26, pp. 986-993, 1993.
- [Lof76] G. Loffelmacher, "Über die physikalisch-chemischen Vorgänge bei derusbildung von Entladungskanalen in Polyethylen und Epoxidharz im inhomogenen Wechselfeld", Ph.D. Thesis, Technische Universität Hannover, Germany, 1976.
- [Lov61] W. F. Love, W. F. Wei, "Longitudinal Magneto-resistance in *n*-Type Germanium: Experimental", Phys Rev., Vol. 123, pp. 67-73, 1961.
- [Ma 10] Z. S. Ma, X. Y. Huang, J. S. Yang, P. k. Jiang, "Synergetic effects of Silane-grafting and EVA on water tree Resistance of LDPE" Chinese Journal of Polymer Science, Vol. 28, N° 1, 2010.
- [Mae88] T. Maeno, T. Futami, H. Kushibe, T. Takada, C. M. Cooke, "Measurement of Spatial Charge Distribution in Thick Dielectrics Using the Pulsed Electroacoustic Method", IEEE Trans. Electr. Insul., Vol. 23, pp. 433-439 1988.
- [Mar08] S. M. Markalous, S. Tenbohlen, K. Feser, "Detection and location of partial discharges in power transformers using acoustic and electromagnetic signals", IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul., Vol. 15, N° 6, pp. 1576-1583, 2008.
- [Mar92] S. Maruyama, S. Kobayashi, K. Kudo, "Fractal Characteristics of Real Electrical Trees", IEEE 4th Int. Conf. Conduction & Breakdown Solid Dielect., pp. 318-322, 1992.
- [Mas06] M. S. Mashikian, A. Szatkowski, "Medium Voltage Cable Defects Revealed by Off-Line Partial Discharge Testing at Power Frequency", IEEE Electrical Insulation Magazine DEIS, 2 Vol. 22, N° 4, pp. 24-32, 2006.
- [Mas51] J. H. Mason, "The Deterioration and Breakdown of Dielectric Resulting From Internal Discharges", Proc. IEE, Vol. 98, pp. 44-59, 1951.
- [Mas55] J.H. Mason, "Breakdown of solid dielectrics in divergent fields", Proc. IEE - Part C: Monographs, Vol. 102, N° 5, pp. 725-727, 1955.
- [Mat76] H. Matsuba, E. Kawai, "Water tree mechanism in electrical insulation", IEEE, Trans, on power apparatus and systems, Vol. 95, N° 2, 1976.
- [May00] C. Mayoux, "On the degradation of insulating materials withstanding electrical stress", Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Vol. 1, pp. 1-20, 2000.
- [May95] C. Mayoux, C. Laurent, "Contribution of partial discharges to electrical breakdown of solid insulating materials", IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 2, N° 4, pp. 641-652, 1995.

- [Maz05] G. Mazzanti, G. C. Montanari, L. A. Dissado, "Electrical Aging and Life Models: The Role of Space Charge", *IEEE Trans. on Diel. and El.Ins.*, Vol 12, N°. 5, pp. 876-890, 2005.
- [Maz95] A. A. Mazroua, R. Bartnikas, M. M. A. Salama, "Neural Network System Using the Multi-layer Perception Technique for the Recognition of PD Pulse Shapes due to Cavities and Electrical Trees", *IEEE Trans. on Power Delivery*, Vol. 10, pp. 92-96, 1995.
- [Maz97] G. Mazzanti, G.C. Montanari, "A comparison between XLPE and EPR as insulating materials for HV cables", *IEEE Trans. Pow. Del.*, Vol. 12, N°. 1, pp. 15-28, 1997.
- [Maz99] G. Mazzanti, G. C. Montanari, L. A. Dissado, "A space-charge life model for ac electrical aging of polymers", *IEEE Trans. on Diel. and El. Ins.*, vol. 6, N°. 6, pp. 864-875, 1999.
- [Mck78] A. L. Mckean, D. Tsuji, M. C. Doepken, A. Zidon, "Breakdown Mechanism Studies in XLPE Cable", *IEEE Trans*, Vol. 97, pp.1167 -1175, 1978.
- [Mel81] C. W. Melton, D. Mangaraj, M. M. Epstein, "Morphology of Thermoplastic and Crosslinked Polyethylene Cable Insulation", *Ann. Report Conf. on Elec. Insul. and Dielectric Phenomena (CEIDP)*, pp. 299-305, 1981.
- [Meu00] M. Meunier, N. Quirke, A. Aslanides, "Characterisation of charge carrier traps in polymeric insulators", *Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena*, vol. 1, pp. 21-24, 2000.
- [Mey79a] C.T. MEYER, J.C. FILIPPINI, N. FELICI, "Water tree propagation in relation to mechanical properties of PE", *CEIDP*, 1979.
- [Mey79b] C. T. Meyer, J. P. Filippini, "Water Treeing Seen as an Environmental Stress Cracking Phenomenon of Electric Origin", *Polymer*, Vol. 20, pp. 1186-1187, 1979.
- [Mey83] C. T. Meyer, "Water absorption during water treeing in polyethylene", *IEEE. Trans. on Elect. Insul.*, Vol. 18, N°. 1, 1983.
- [Miy67] T. Miyashita, T. Inoue, "The Study of Tree Deterioration Mechanism of Water Immersed PE Coated Wire", *Jap. IEE*, Vol. 48-10, pp. 161-8, 1967.
- [Miy70] T. Miyashita, T. Inoue, "Treeing phenomena in polyethylene-coated wire immersed in water", *Elect. Eng. in Japon*, Vol 90, N°. 3, 1970.
- [Miz93] Y. Mizuno, J. M. Braun, R. J. Densley, N. Fujimoto, H. G. Sedding, "Temporal Evolution of Partial Discharge in Voids and Electrical Trees", 8th Int. Symp. on HV Engineering, Yokohama, Japan, Paper 60.03, 1993.
- [Mog80] A. Mogliori et J.D. Thompson "A non destructive acoustic electric field probe", *Journal of Applied Physics*, Vol. 51, N°. 1, pp. 479-485, 1980.
- [Mol77] G. Mole, "A mechanism of water treeing in PE cable insulation", *word electrical congress*, June Moscow, 1977.
- [Mon02] G. C. Montanari, G. Mazzanti, L. Simoni, "Progress in Electro thermal Life Modeling of Electrical Insulation during the Last Decades", *IEEE Trans. on Diel. and El. Ins.*, vol. 9, N°. 5, pp. 730-745, 2002.
- [Mon48] V. M. Montsinger, "Loading Transformers by Temperature," *AIE Transactions*, Vol. 67, pp. 113-122, 1948.
- [Mon85] G. C. Montanari, G. Pattini and L. Simoni, "Investigation on the Combined-stress Behavior of XLPE Insulated Cables", *Proceedings of 1985 IEEE International Conference on Properties and Applications of Dielectric Materials*, pp. 709-712, 1985.
- [Mon89] G. C. Montanari, M. Cacciari, "A Probabilistic Life Model for Insulating Materials Showing Electrical Thresholds," *IEEE Transactions on Electrical Insulation*, Vol. 24, N°. 1, pp. 127-134, 1989.
- [Mon90] G. C. Montanari, F. J. Lebok, "Thermal Degradation of Electrical Insulating Materials and the Thermokinetic Background", *IEEE Trans. on El. Ins.*, Vol. 25, N°. 6, pp. 1029-1036, 1990.
- [Mon92] G. C. Montanari, "Electrical Life Threshold Models for Solid Insulating Materials Subjected to Electrical and Multiple Stresses Investigation and Comparison of Life Models," *IEEE Transactions on Electrical Insulation*, Vol. 27, N°. 5, October 1992, pp. 974-986.
- [Mon93] G. C. Montanari and L. Simoni, "Aging Phenomenology and Modeling," *IEEE Transactions on Electrical Insulation*, Vol. 28, N°. 5, pp 755-776, 1993.
- [Mon95] G.C. Montanari, "Aging and life models for insulation systems based on PD detection", *IEEE Trans. Diel. Electr. Insul*, Vol. 2, N°. 4, pp. 667-675, 1995.
- [Mon98] G, C. Montanari, G. Mazzanti, L. Dissado, D. Das Gupta, "Space charges as a trigger for electrical aging of polymeric insulation", in *space charges solid Dielectrics*, The Di- electrics Society, UK, pp 259-272, 1998.
- [Mon99] G. C. Montanari. "Aging and life Models for insulation systems based on partial discharge detection", *IEEE Trans. on Dielectrics and Electrical Insulation*, Vol. 2, N°. 4, pp. 864-875, 1999.
- [Moo91] S. M. Moody, V. A. A. Banks, A. S. Vaughan, "A Preliminary Study of the Relationship between Matrix Morphology and Water Treeing in Medium Voltage Polymeric Insulated Cable", *Ann. Report Conf. on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP)*, pp. 352-360, 1991.
- [Mor73] M. Morita, M. Hanai, H. Shimanuki, "voltage stabilizers and their mechanisms in solid dielectrics", *conference on electrical insulation and dielectric phenomena*, pp 299-306, 1973

- [Mor92] P. H. F. Morshuis, F. H. Kreuger, "The Spatial Distribution and Electrical Parameters of Partial Discharges in Polyethylene Insulation during Aging", 4th Int. Conf. on Conduction and Breakdown in Solid Dielectrics, Sestri Levante, Italy, pp0 209-214, 1992.
- [Mor93] E. Moreau, C. Mayoux, C. Laurent, "The Structural Characteristics of Water Trees in Power Cables and Laboratory Specimens", IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. 28 N° 1, 1993.
- [Muc78] J. Muccigrosso, P.J. Phillips, "The morphology of cross-linked polyethylene insulation", IEEE Trans. Electr. Insul., Vol. 13, Issue 3, pp. 172-178, 1978.
- [Mur87] T. Mura, *Micromechanics of Defects in Solids*, Martinus-Nijhoff Publishers, New York, 1987.
- [Nag90] M. Nagao, T. Kimura, Y. Misuno, M. Kasaki, "Detection of Joule heating before dielectric breakdown in PE films", IEEE, Trans. on Elect. Insulation, Vol. 25, N° 4, 1990.
- [Nel07] J. K. Nelson, L. S. Schadler, R. Smith, L. Hui, "Development of dielectrics for high-voltage utility cable applications", Report 1013790, EPRI, 2007.
- [Nit74] Y. Nitta, "A Possible Mechanism for Propagation of Water Trees from Water Electrodes", IEEE Trans. Electr. Insul., Vol. 9, pp. 109-112, 1974.
- [Noe87] S. Noel, C. Laurent, C. Mayoux, "An investigation of AC electrical aging phenomena in PE by thermally stimulated discharge current measurement", IEEE, Trans. on Elect. Insul., Vol. 22, N° 1, 1987.
- [Not72] F. Noto, N. Yoschimura, "Growth and forms of trees in polyethylene studied using intermitted applied voltages", CEIDP, pp. 165-169, 1972.
- [Not73] F. Noto, N. Yoschimura, "Initiation and growth of trees in polymeric dielectric materials", CEIDP 1973.
- [Not86] F. Noto, N. Yoschimura, "Tracking and treeing phenomena", IEEE Trans. on Electrical Insulation, Vol. 21, N° 6, 1986.
- [Now72] A. S. Nowick, B. S. Berry, "Anelastic Relaxation in Crystalline Solids, Academic Press", New York, 1972.
- [Nya08] C. Nyamupangedengu, I.Jandrell, "Influence of supply voltage frequency and magnitude on PD pulse parameters", IEEE Trans. on Electrical Insulation, Vol. 15, N° 6, P 1590-1600, December 2008.
- [Oka82] T. Okamoto, T. Tanaka, "Change of Pulse mean p - p Distribution Patterns of Partial Discharges due to Treeing Propagation", Electrical Engineering in Japan, Vol. 102, pp. 18-25, 1982.
- [Oka85] T. Okamoto, T. Tanaka, "Prediction of Treeing Breakdown from Pulse Height of Partial Discharge on Voltage-phase Angle", Japanese Journal of Applied Physics, Vol. 24, N° 2 pp. 156-160, 1985.
- [Oka86] T. Okamoto, T. Tanaka, "Novel Partial Discharge Measurement Computer-aided Measurement Systems", IEEE Trans. on Electrical Insulation, Vol. 21, pp. 1015-1019, 1986.
- [Oka87] T. Okamoto, "Comprehensive Partial Discharge Characteristics Sensitive to Electrode Configuration", Conf. on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, pp. 126-131, 1987.
- [Ort81] H. Orton, K. Abdolall, S. Bamli, A. Bulinski, J. Densley, A. Garton, "An Investigation into the Morphology of XLPE Cable Insulation", Ann. Report Conf. on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP), pp. 306-313, 1981.
- [Par84] Y. Parasie, A. Pinet, D. Roy, "The Effect of Water on the Dielectric Performance of a Cable", Revue Générale de l'Electricité, Vol. 3, pp. 151-156, 1984.
- [Pat75] R. Patsch, "Breakdown of polymer: tree initiation and growth", CEIDP, 1975.
- [Pat76] R. Patsch, "Breakdown of Polymers: Tree Initiation and Growth", CEIDP, pp. 323-323, or Wiss. Ber. AEG-Telefunken, Vol. 49, pp. 20-23, 1976.
- [Pat78] R. Patsch "on tree- inhibition in Polyethylene", IEEE Transactions on Electrical Insulation Vol. 14, N° 4, pp. 200 - 206, 1978.
- [Pay96] M. Pays, "Câbles de transport d'énergie. Technologies. Caractéristiques", Techniques de l'ingénieur, D 4520, 1996.
- [Ped89] A. Pedersen, "On the Electrodynamics of PD in Voids in Solid Dielectrics", Trondheim, Proc. 3rd Conf. on Conduction and Breakdown in Solid Dielectrics, pp. 107- 116, 1989.
- [Per95] R. Perrin, J. P. Scharff, "Chimie industrielle", Vol. 1, edition masson, 1995.
- [Pin06] B. Pinnangudi, R. S. Gorur, C. D. Poweleit, "Quantification of degradation in Nonceramic Insulator Housing Materials by Laser Ablation", Dielectr. Electr. Insul., Vol. 13, pp. 423-429, 2006.
- [Pis80] N. piskounov, "Calcul différentiel et intégral", partie2 - Tome 2, Edition Mir, 1980.
- [Pog90] Y. Poggi, V. Raharimalala, J. P. Filippini, J. J. De Bellet, G. Matey, "Water Treeing as Mechanical Damage", IEEE Trans. Elec. Ins., Vol. 25, N° 6, pp. 1056-1065, 1990.
- [Pon80] "Etude sur les élastomères EPDM Nordel de du pont" rapport du pont de nemours 1980.
- [Pra07] R. R. Prabu, S. Usa, K. Udayakumar, M. A. Khan, A. S. S. M. Majeed, "Electrical Insulation Characteristics of Silicone and EPDM Polymeric Blends I.", IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 14, N° 5, pp. 1207-1214, 2007.
- [Qur04] M. I. Qureshi, A. A. Al-Ahaideb, A. A. Al-Arainy, N. M. Malik, "Role of Semiconducting Screens on Water Treeing in Medium Voltage XLPE Cables", 2004.

Références Bibliographiques

- [Rab87] G. Rabach, A. Contin, F. Tosato, "Study of Electrical Aging in Stator Bar Insulation by Partial Discharge Amplitude Distributions Analysis", 5th Int. Symp. on High Voltage Engineering, Braunschweig, Germany, Paper 42.06, 1987.
- [Rae09] S. Raetzke, Y. Ohki, T. Imai, T. Tanaka, J. Kindersberger, "Tree initiation characteristics of epoxy resin and epoxy/clay nanocomposite", IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 16, N° 5, pp. 1473-1480, 2009.
- [Rah87] V. Raharimalala, "Influence de la structure et de la morphologie du Polymère sur le développement et la propagation des arborescences d'eau", Thèse de doctorat, Grenoble, France, 1987.
- [Rah94] V. Raharimalala, Y. Poggi, J. C. Filippini, "Influence of polymer morphology on water treeing", IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 1, N° 6, 1994.
- [Ram85] T. S. Ramu, "On the estimation of power apparatus insulation under combined thermal and electrical stress", IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. 20, N° 1, pp. 70-78, 1985.
- [Ras92] S. Rasikawan, N. Shimizu, "Effect of additives on treeing initiation as a function of oxygen concentration in polyethylene", IEEE transactions on electrical insulation, Vol. 27, N° 6, 1992.
- [Ras94] S. Rasikawan, H. Ishihara, N. Shimizu, "Comparison between water-treed and deteriorated regions. Electrical tree precursor "IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 1, N° 4, pp. 597- 603, 1994.
- [Rie90] J. A. Riedel, R. V. Laan, "Ethylene Propylene Rubbers", The Vanderbilt Rubber Handbook, 13 Ed., pp. 123-148, R.T. Vanderbilt Co Inc. Norwalk, CT 1990.
- [Rob91] G. Robinsone, "Discharge in asymmetric cavities under AC stresses", IEE-proceedings science, measurement and technology, 2, Vol. 139, pp. 119-126, 1991.
- [Ros87] L. J. Rose, V. Rose, J. J. De Bellet, "Microscopic Failure in Water Treeing and Fatigue as Revealed by Transmission Electron Microscopy", Proceedings of the third Intern. Conf. on Polym. Insul. Power Cables, JICABLE 87, pp. 283-289, 1987.
- [Ros90] R. Ross, W. S. M. Geurts, J. J. Smit, J. H. van Der Maas, E. T. G. Lutz, "Hydrophilic Nature of Water Trees", Conference Record of the 1990 IEEE International Symposium on Electrical Insulation, pp. 169-172, Toronto, Canada, 1990.
- [Ros91] R. Ross, J. J. Smit, "The Chemical and Physical Composition of Water Trees in XLPE", Intern. Conf. Properties and Applications of Dielectric Materials, ICPADM, pp. 156-159, 1991.
- [Ros92] R. Ross, J. J. Smit, "Composition and Growth of Water Trees in XLPE", IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. 27, N° 3, pp. 519-531, 1992.
- [Rou94] N. Rouha, "Etude et modélisation de la dégradation des polymères par le Phénomène d'arborescence", Thèse de magister, E.N.P. Alger, 1994.
- [Row07a] S. W. Rowe, "Electrical Ageing of Composites: An Industrial Perspective", Proceedings International Conference on Solid Dielectrics, pp. 401-406, 2007.
- [Row07b] S. M. Rowland, Y. Xiong, J. Robertson, S. Hoffmann, "Aging of Silicone Rubber Composite Insulators on 400 kV Transmission Lines", IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul., Vol. 14, pp. 130-136, 2007.
- [Sac00] M. Sack, A. J. Schwab, M. D. Noskov, A.S. Malinovski, "Electrical treeing in epoxy resin: experimental investigation and simulation", Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena", Vol.1, pp. 313-316, 2000.
- [Sal04] L. M. Salvatierra, O. A. Lambri, C. L. Matteo, P. A. Sorichetti, C. A. Celauro, R. E. Bolmaro, "Growing of crystalline zones in EPDM irradiated with a low neutron flux", Nucl. Instr. Meth. B, Vol. 225, pp. 297-304, 2004.
- [Sam09] A. Samee, Z. H. Li, C. H. Zhang, Z. P. Huang, "Influence of Silicon Carbide Composite Barrier on Electrical Tree Growth in Cross Linked Polyethylene Insulation", Vol. 8, N° 3, pp. 318-325, 2009.
- [San97] L. Sanche, "Nanosopic aspects of electronic aging in dielectrics", IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul., Vol. 4, N° 5, pp. 507-543, 1997.
- [Sar08] R. Sarathi, G. Koperundeivi, "UHF technique for identification of partial discharge in a composite insulation under AC and DC voltages", IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul., Vol. 15, N° 6, pp. 1724-1730, 2008.
- [Sat11] R. Sato, M. Komatsu, Y. Ohki, N. Fuse, Y. Nakamichi, M. Mizuno, K. Fukunaga, "Terahertz spectroscopy and time-domain imaging IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation " Vol 18, N° 5, pp 1570 - 1577, 2011.
- [Sat95] L. Satish, W. S. Zaengl, "Can Fractal Features be used for Recognizing 3-D Partial Discharge Patterns?", IEEE Trans. on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 2, pp. 352-359, 1995.
- [Sau87] M. Saure, W. Kalkner, "On water tree testing of materials status report of CIGRE TF 15-06 CIGRE Symposium 05-87 Vienna, section 6-2, Number 620-10, 1987.
- [Sch86] R. Schifani, "A Novel Histogram for Partial Discharge Signals in High Voltage Insulating Systems", IEEE Trans. on Electrical Insulation, Vol. 21, pp. 89-99, 1986.

Références Bibliographiques

- [Sek00] Y. Sekii, N. Momose, K. Takatori, T. Goto, "A study of water tree suppression in polymeric insulating materials", Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Vol. 1, pp. 347 - 350 , 2000.
- [Sha84] M. T. Shaw, S. H. Shaw, "Water Treeing in Solid Dielectrics", IEEE Trans. Electr. Insul., Vol. 19, pp. 419,1984.
- [Shi10] Y. Shibuya, S. Matsumoto, M. Tanaka, H. Muto, Y. Kaneda, "Electromagnetic waves from partial discharges and their detection using patch antenna", IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul., Vol. 17, N°. 3, pp. 862-871, 2010.
- [Shi78] Y. Shibuya, S. Zoledziowski, J. H. Calderwood, "Light Emission and Deterioration in Epoxy Resin Subjected to Power Frequency Electric Fields", Proc. IEE, Vol. 125, pp. 352-354, 1978.
- [Shi79] N. Shimizu, H. Katsukawa, M. Miyauchi, M. Kosaki, K. Horii, "The Space Charge Behavior and Luminescence Phenomena in Polymers at 77 K", IEEE Trans. Electr. Insul., Vol. 14, pp. 256-263, 1979.
- [Shi85] N. Shimizu, K. Horii, "The Effect of Absorbed Oxygen on Electrical Treeing in Polymers", IEEE Trans. Electr. Insul., Vol. 30, pp. 561-566, 1985.
- [Shi87] N. Shimizu, K. Uchida, K. Horii, "Initiation Mechanism of Electrical Tree - Chain Scission by Injected Charge and Role of Oxygen", 1987 Annual Report CEIDP, pp. 419-424, 1987.
- [Shi92] N. Shimizu, K. Uchida, S. Rasikawan, "Electrical Tree and Deteriorated Region in Polyethylene", IEEE Trans. Electr. Insul., Vol. 27, pp. 513-518, 1992.
- [Si 08] W. Si, J. Li, P. Yuan, Y. Li, "Digital detection, grouping and classification of partial discharge signals at DC voltage", IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul., Vol. 15, N°. 6, pp. 1663-1674, 2008.
- [Sim73] L. Simoni, "A New Approach to the Voltage-Endurance Test on Electrical Insulation", IEEE Trans. on Electr. Insul., Vol. 8, N°. 3, pp. 76- 86, 1973.
- [Sim81] L. Simoni, "A General Approach to the Endurance of Electrical Insulation Under Temperature and Voltage", IEEE Transactions on EI Vol. 16, pp. 278-289, 1981.
- [Sim83] L. Simoni, Fundamentals of endurance of electrical insulating materials, CLUEB, Bologna, Italy, 1st issue 1983, 2nd Issue, 1994.
- [Sim90] L. Simoni, "A General Approach to the Endurance of Electrical Insulation under Temperature and Voltage," IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. 25, N°. 5, pp. 923-934, 1990.
- [Sim92] L. Simoni, "About Models for Aging and Life of Electrical Insulation," Material Science, Vol. 3, N°. 1, pp. 15-46, 1992.
- [Sim93] L. Simoni, G. Mazzanti, G. C. Montanari, L. Lefebvre, "A General Multi-Stress Life Model for Insulating Materials with or without Evidence for Thresholds", IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. 28, N°. 3, pp. 349-364, 1993.
- [Sim94] L. Simoni, G. Mazzanti, G. C. Montanari, "Life Models for Insulating Materials in Combined-stress Conditions", Proceedings of 1994 ICPADM Conference, pp. 827-832,1994.
- [Sim99] L. Simoni, "A General Phenomenological Life Model for Insulating Materials under Combined Stress," IEEE Transactions on Dielectrics and Insulation, Vol. 6, N°. 2, pp. 250-258, 1999.
- [Sjo09] H. Sjostedt, S.M. Gubanski, Y.V. Serdyuk, "Charging Characteristics of EPDM and Silicone Rubbers Deduced from Surface Potential Measurements", IEEE Trans. Electr. Ins., Vol. 16, N°. 3, pp. 696 -703, 2009.
- [Sko97] Skoog, Holler, Nieman, Livre, "Principe d'analyse instrumentale", Edition boeck, 1997.
- [Sle79] J. Sletbak, "A theory of water tree initiation and growth", IEEE Transactions on Power Apparatus and Systems, Vol. PAS-98, N°. 4, PP 1358-1365, 1979.
- [Sle91] J. Sletbak, "The Mechanical Damage Theory of Water Treeing. A Status Report", ICPADM, Tokyo, pp. 208-213, 1991.
- [Smi07] R. C. Smith, C. Liang, M. Landry, J. K. Nelson, L. S. Schadler, "Studies to unravel some underlying mechanisms in nanodielectrics", IEEE CEIDP, pp. 286-289, 2007.
- [Smi14] D. Smith, "Industrial Rewiew", Encyclopaedia Britannica
- [Snc14] Syndicat National du Caoutchouc et Polymères de France. Le monde du caoutchouc - La grande saga du caoutchouc. Page web du Syndicat National du Caoutchouc et Polymères (France): <http://www.lecaoutchouc.com/fr/mon/index.asp?f=monO1.asp>.
- [Sor07] P. A. Sorichetti, C. L. Matteo, O.A. Lambri, G.C. Manguzzi, L. M. Salvatierra, O. Herrero, "Structural Changes in EPDM Subjected to Ageing in High Voltage Transmission Lines", IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 14, N°. 5, pp. 1170- 1182, 2007.
- [Spu75] O. K. Spurr, R. M. Eichhorn, "treeing in PE insulation power cables", Bound Brook, N. J. Technical Center, 1975.
- [Sta10] C. Stancu, P. N. Noțingher, C. Stoica, M. Plopeanu, P. J. noțingher, "Influence of dimensions and density of water trees On residual electric field in polymeric power cables Insulations", Rev. Roum. Sci. Techn. Électrotechn. et Énerg., Vol.55, N°. 3, pp. 289-299, Bucarest, Romania, 2010.

Références Bibliographiques

- [Sta61] W. T. Starr, H. S. Endicott, "Progressive Stress - A New Accelerated Approach to Voltage Endurance", *AIEE Trans. (Power Applied Systems)*, Vol. 80, pp. 515-523, 1961.
- [Ste14] M. Stevens, G.B. Kauffman, F. Rodriguez, A.N. Gent, P.B. Preston. Major Industrial Polymers-Carbon-chain polymers Vinyl copolymers Ethylene-propylene copolymers. *Encyclopedria Britannica Online*:<http://www.search.eb.com/eb/>
- [Ste84] J. Sletbak, E. Ildstad, "The Validity of the Mechanical Damage Theory of Water Treeing Tested against Experimental Results", Conference Record of the 1984 IEEE International Symposium on Electrical Insulation, Montreal, Canada, pp. 29-32, 1984.
- [Ste89] E. F. Steennis, "Water treeing in: The behavior of water trees in extruded cable insulation of water trees in extruded cable insulation", Ph.D. thesis, Arnheim, Germany, 1989.
- [Ste90] E.F. Steenis, F. H. Krenger, "Water treeing in PE cables", *IEEE Trans. on Elect. Insul.* Vol. 25, N° 5, 1990.
- [Str86] G. V. Strate, "Ethylene Propylene Elastomers", *Encyclopedia of Polymer Science and Engineering*, Vol. 6, pp. 522-564, 1986.
- [Sun04] R. Sundararajan, A. Mohammed, T. Chaipanit, Z. Karcher and Z. Liu, "Inservice aging and degradation of 345 kV EPDM transmission line insulators in a coastal environment", *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, Vol. 11, pp. 248-361, 2004.
- [Sun06] R. Sundararajan, A.M. Kannan, E. Romero, I. Molina, "Characterization of Aging and Degradation of 28 kV Polymeric insulators using Electrical Impedance spectroscopy", *IEEE Conf. Electr. Insul. Dielectric Phenomena*, pp. 461-464, 2006.
- [Sut06a] P. Sutanto, F. Laksmana, F. Pichioni, L. Janssen, "Modeling on the kinetics of an EPDM devulcanization in an internal batch mixer using an amine as the devulcanizing agent", *Chemical Engineering Science*, 61, pp. 6442-6453, 2006.
- [Sut06b] P. Sutanto, F. Pichioni, L. Janssen, "Modelling a continuous devulcanization in an extruder, *Chemical Engineering Science*", 61, pp. 7077-7086. 2006.
- [Suz98] H. Suzuki, S. Mukai, Y. Ohki, Y. Nakamichi, K. Ajiki, "Water-tree characteristics in low-density PE under simulated inverter voltages", *IEEE Trans. Dielectr. Insul.*, Vol. 5, pp. 256-260, 1998.
- [Tak83] T. Takada et T. Sakai "Measurement of electric fields at a dielectric/electrode interface using an acoustic transducer technique" *IEEE Transactions on Electrical Insulation*, Vol. 18, pp. 619-628, 1983.
- [Tan04] T. Tanaka, G. C. Montanari, R. Mulhapt, "Polymer Nanocomposites as Dielectrics and Electrical Insulation-Perspective for Processing Technologies, Material Characterization and Future Applications", *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, Vol. 11, N° 5, pp. 763-784, 2004.
- [Tan05] T. Tanaka, "Dielectric nanocomposites with Insulating Properties", *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, Vol.12, N° 5, pp. 914-928, 2005.
- [Tan06] T. Tanaka, A. Matsunawa, Y. Okhi, M. Kozako, M. Kohtoh, S. Okabe, "Treing Phenomena in Epoxy/Alumina Nanocomposites and Interpretation by a Multicore Model", *IEEJ Transactions on Fundamentals of Materials*, Vol.126, N° 11, pp. 1128-1134, 2006.
- [Tan74] T. Tanaka, T. Fukuda, S. Fuziki, Y. Nitta, H. Goto, K. Kubota, "Water tree in cross linked Polyethylene Power cable", *IEEE Transactions on Power Apparatus and Systems*, Vol. PAS-3, N° 2, pp. 693-702, 1974.
- [Tan76] T. Tanaka, T. Fukuda, S. Suzuki, "Water tree formation and lifetime estimation in 3.3 kV 6.6 kV XLPE and PE power cable", *IEEE Transactions on Power Apparatus and Systems*, Vol. PAS-95, N° 6, pp. 1892-1900, 1976.
- [Tan78] T. Tanaka, T. Okamoto, "A Minicomputer based Partial Discharge Measurement System", *IEEE Int. Symp. on Electrical Insulation*, Philadelphia, USA, pp. 86-89, 1978.
- [Tan83] T. Tanaka, A. Greenwood, "Advanced Power Cable Technology", Vol. 1, CRC Press, Boca Raton, USA, 1983.
- [Ten08] S. Tenbohlen, D. Denissov, S. Hoek, S. M. Markalous, "Partial discharge measurement in the ultra high frequency (UHF) range", *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, Vol. 15, N° 6, pp. 1544-1552, 2008.
- [Tok04] T. Tokoro, T. Iwasaki and M. Kosaki, "Diagnosis of hydrophobic condition of polymer materials using dielectric measurement and image analysis", *IEEE CEIDP*, pp. 627-630, 2004.
- [Tou07] M. Touzin, D. Goeriot, H. J. Fitting, C. G. Piécourt, D. Juvé, D. Tréheux "Relationships between dielectric breakdown resistance and charge transport in alumina materials-Effects of the microstructure", Vol. 27, N° 2-3, pp. 1193-1197, 2007.
- [Tou88] A. Toureille and J. P. Reboul "The thermal step technique applied to the study of charge decay in polyethylene thermoelectric 6th International Symposium on Electret", pp. 23-27, 1988.
- [Tu 89] D. M. Tu, W. B. Lin, G. P. Zhuang, Z. Y. Liu, K. C. Kao, "Electric breakdown under quasi-uniform field conditions and effect of emission shields in PE", *IEEE, Trans. on Elect. Insul.*, Vol. 24, N° 4, 1989.
- [Uch91] K. Uchida, N. Shimiau, "The Effect of Temperature and Voltage on Polymer Chain Scission in High-field Region", *IEEE Trans. Electrical Insulation*, Vol. 26, pp. 271-277, 1991.

Références Bibliographiques

- [Ula96] J. Ulanski, M. Kryszewski, "Polymers, Electrical and Electronic properties", in Encyclopedia of Applied Physics, Vol. 14, p. 497. Ed. Trigg G. VCH Publishers Inc. New York, 1996.
- [Vah06] V. Vahdy, "Polymer insulated high voltage cables", IEEE Electrical Insulation Magazine, Vol. 22, N° 3, pp. 13-22, 2006.
- [Van94] R. J. Van Brunt, "Physics and Chemistry of Partial Discharge and Corona. Recent Advances and Future Challenges", IEEE Trans. on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 1, pp. 761-784, 1994.
- [Var00] B. R. Varlow, G. J. Malkin, S. A. A. Ghamdi, "Heat treatment of mechanically pre-stressed electrical insulation", Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Vol. 2, pp. 556-559, 2000.
- [Via93] J. Viard, "Correlation of optical and electric properties of water trees in PE", J. App. Phys. 73(2), 1993.
- [Viv04] G. Vivien, "Détection ultrasonore de décharges partielles dans les transformateurs", RAPORTS DE STAGE, Schneider Electric, 2004.
- [Vla97] A. E. Vlastos, T. Sörqvist, "Field Experience of ageing and performance of and an EPDM copolymer by ¹³C NMR spectroscopy", Pol. Deg. and Stab, polymeric composite insulators", Électra, Vol. 171, pp. 117-135, 1997.
- [Wag77] H. Wagner, J. Wartusch, "About the Significance of Peroxide Decomposition Products in XLPE Cable Insulations", IEEE Trans. Elec. Insul., Vol. 12, N° 6, pp. 395-401, 1977.
- [War90] I. M. Ward, "Mechanical Properties of Solid Polymers, Second Edition", John Wiley and Sons, 1990.
- [Wim90] A. Wimcholls, E. F. Steenis, "Arborescences dues à l'eau - état de la technique", Gr. 15, 21-02, 1990.
- [Win68] K. Winnacker, L. Luchler, "Chimie organique", Edition Eyrolles, 1968.
- [Wor69] Working Group 21.03 Cigre, "Recognition of Discharges", Electra, Vol. 11, pp. 61-98, 1969.
- [Wu 95] X. Wu, H. Xie, S. Wu, "Application of Wavelet Analysis for Detection of Defects in Insulation Systems", 5th Int. Conf. on Conduction and Breakdown in Solid Dielectrics, Leicester, England, pp. 229-233, 1995.
- [Xie10] A. Xie, X. Zheng, S. Li, G. Chen, "Investigations of electrical trees in the inner layer of XLPE cable insulation using computer-aided image recording monitoring", IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 17, N° 3, pp. 685- 693, 2010.
- [Xie91] H. K. Xie, M. Vester, E. Gockenbach, M. Beyer, "Electrical Treeing Properties of Polyethylene", ICPADM, Tokyo, pp. 105-108, 1991.
- [Yam90] Y. Yamano, Y. Takahoshi, S. Kobayashi, "Improving insulator reability with insulating barriers", IEEE, Trans. on Elect. Insul., Vol. 25, N° 6, 1990.
- [Yaz80] "Properties of insulation and jacket materials", Catalogue Yazaki (Japon), 1980.
- [You95] A. F. Younan, A. M. Choneim, A. A. A. Tawfik, K. N. A. E. Nour, "Electrical and physical properties of ethylene-propylene-diene monomer (EPDM) Rubber loaded with semi-reinforcing furnace black", Polymer Degradation and Stability, Vol. 49, pp. 215-222, 1995.
- [Zeb96] N. Zebouchi, M. Bendaoud, R. Essolbi, D. Malec, Bui Ai, Hoang The Giam, "Electrical breakdown theories applied to polyethylene terephthalate films under the combined effects of pressure and temperature", Journal of Applied Physics, Vol. 79, pp. 2497-2501, 1996.
- [Zel84] H. R. Zeller, T. Hibma, P. Pfluger. "Electrofracture mechanics of dielectric ageing". Conf. On Electrical Insulation and Dielectric Phenomena. pp. 85-88, 1984.
- [Zel86] H. R. Zeller, "Breakdown and Prebreakdown Phenomena in Solid electrics", Proceedings of 2nd International Conference on Conduction and Breakdown in Solid Dielectrics, pp. 98-109, 1986.
- [Zha00] Y. Zhao, A. S. Vaughan, J. V. Champion, S. J. Dodd, S. J. Sutton, "The Structure of Electrical Trees In Semi-crystalline Polymers", Dielectric Materials, Measurements and Applications, Vol. 473, pp.314-319, 2000.
- [Zha65] S.N. Zhurkov, "Kinetic concept of the strength of solids. Fracture Mechanics, 1", pp. 311-323, 1965.
- [Zhe08] X. Zheng, G. Chen, "Propagation Mechanism of Electrical Tree in XLPE Cable Insulation", IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 15, N° 3, pp. 800-807, 2008.
- [Zhu65] S. N. Zhurkov, "Kinetic concept of the strength of solids. Fracture Mechanics", 1965, 1, pp 311-323.
- [Zhu66] S. N. Zhurkov, E. E. Tomashevski "An investigation of fracture process of polymers by the electron spin resonance method". Proc. Conf.: Physical basis of yield and fracture, pp. 200-208, 1966.
- [Zhu83] S. N. Zhurkov, "Dilaton mechanism of the strength of solids", Sov. Phys. Sol. State, Vol. 25, pp. 1797-1800, 1983.
- [Zou06] C. Zou, J. C. Fothergill, M. Fu, J. K. Nelson, "Improving the Dielectric Properties of Polymers by Incorporating Nano-particles", Proceedings of the 10th International Conference on Electrical Insulation, Birmingham, 2006.

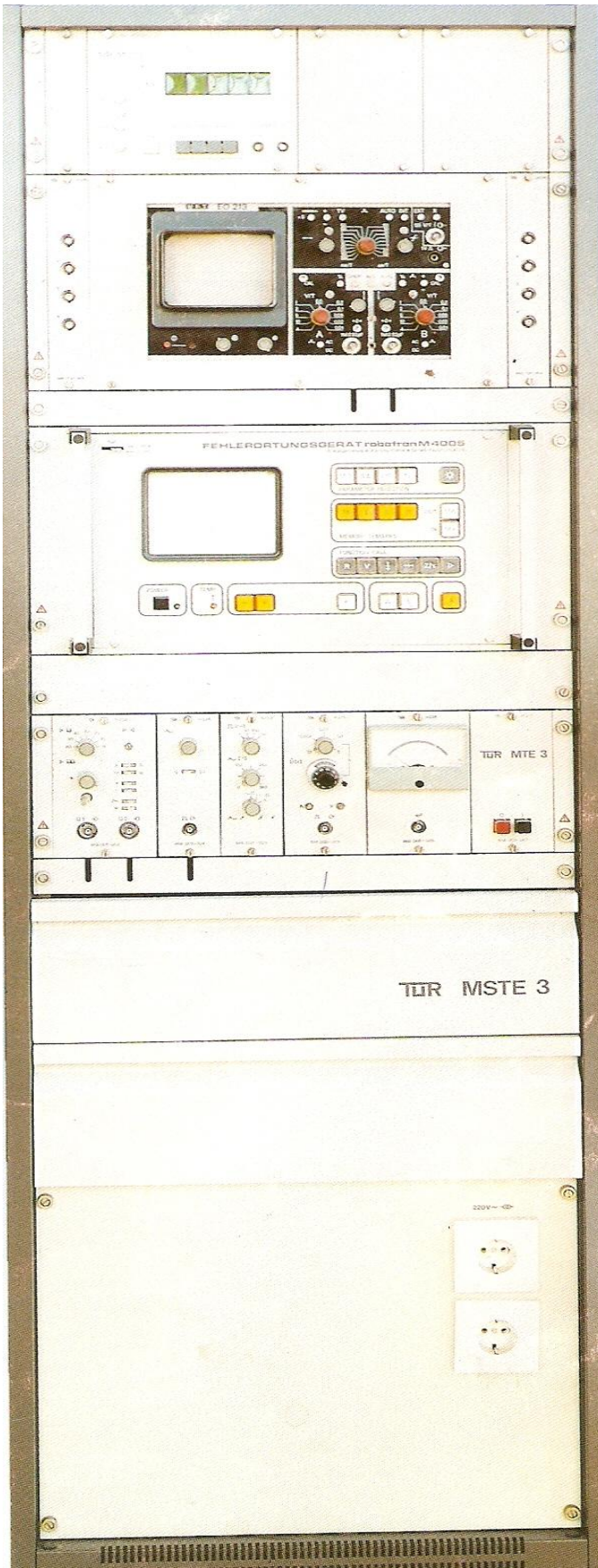


Figure 1 : Photo de l'unité MSTE 3 de mesure des décharges partielles

Annexes

Annexe 1 : Caractéristiques de l'Oscillateur d'étalonnage PET 2 [Dt]

Batterie	4,8 V / 6,0 V
Charge apparente	5 ; 25 ; 50 ; 250 pC
Fréquence de suite des impulsions	100 Hz
Durée de montée des impulsions	50 ns
Capacité de couplage	5 pC / 12 pF 25 pC / 58 pF 50 pC / 250 pF

Annexe 2 : Grandeurs caractéristiques mesurées par l'unité MTE3

Charge apparente

La charge apparente est définie par intégration électronique dans l'amplificateur intégrateur ; elle est conduite comme grandeur proportionnelle à la tension, vers l'étage d'évaluation.

Charge cumulative

L'interrupteur des valeurs seuil pour le retour de la tension de charge cumulative est réglé par le fabricant de telle manière que 20 fois la charge apparente mesurable dans le domaine de mesure réglé par modulation maximale puisse être indiqué comme charge cumulative.

Courant moyen de décharge I_d

La mesure de la charge cumulative $\sum Q$ permet la détermination du courant moyen de décharge selon :

$$I_d = \sum Q \times 1/T_T \quad (1)$$

Avec T_T la durée de porte, et $\sum Q$ la charge cumulative.

La durée de porte peut être mesurée à l'aide d'un compteur universel.

Dans le mode de service ∞ , la durée de porte correspond, à peu près, à la durée périodique de la fréquence déclencheuse, de telle façon que l'on puisse faire l'approximation : $T_T = 1/f$, s'il n'y a pas d'impulsion de DP à l'extérieur de l'intervalle de la durée de porte.

Annexe 3 : Les différents étages de la cellule de mesure MTE3

Amplificateur /intégrateur H232

Les impulsions de DP doivent être classées et différenciées, comme « courte » impulsion rectangulaire équivalente de 30 ns à 325 ns ou « long » impulsion rectangulaire équivalente de 300 ns à 3000 ns en fonction de la forme de l'impulsion existante. En mode linéaire, si pour des impulsions longues, l'intensité varie tellement qu'une gamme de mesure ne suffit pas, alors on peut passer à une évaluation logarithmique pour définir la charge apparente

La polarité des impulsions de DP peut être évaluée en mode symétrique (bipolaire) ou asymétrique (unipolaire négative ou positive)

On peut supprimer les signaux perturbateurs HF et stochastiques. Si l'éprouvette a le caractère du guide d'onde, on pourra supprimer les réflexions qui peuvent fausser l'évaluation.

Etage d'évaluation H234

Au niveau de l'étage d'évaluation, on définit la charge apparente ou la charge cumulative qui peut être indiquée par l'instrument interne.

Etage de commande H233

L'étage de commande fixe le choix du mode de service, par commutation entre des mesures à répétition et des mesures uniques déclenchées par le réseau ou par l'extérieur ; ceci par le temps de porte fixe ou variable. Les modes de service, la position de phase et le temps de porte sont résumés dans le tableau (1).

Calibrateur interne H231

Le calibrateur interne produit des impulsions rectangulaires, avec l'aide desquelles peuvent être simulées des décharges partielles à charge définies pour des fins de calibrage.

Annexes

Tableau 1 : Mode de service (H233)

	Symbole	mode de service	fréquence	régulation de temps de porte	régulateur de position de phase	sortie de signaux	applicati on	
1		Déclenché par Courant permanent 0 répétition déclenchement extérieur	f_N (fréquence de courant)	règle temps d'arrêt (10... T_A ...350) μ s	règle position de temps d'arrêt 0 ... ψ ...360°	série d'impulsions rectangulaires (fréquent avec courant)	50 HZ	
2				règle durée de porte (<0,2... T_T ... >20) ms	règle position de durée de porte 0... ψ ...360°		50 HZ	
3a			f_N (16 ... f_r ...1200 HZ)	règle temps d'arrêt (10... T_A ...350) μ s	règle position de temps d'arrêt 0 ... ψ ...360°	série d'impulsions rectangulaires symétriques (fréquent déclenchement)	16...1200 μ Hz	
4				règle temps de porte (<0,2... T_T ... >20) ms	règle position de durée de porte 0... ψ ...360°		16...1200 μ Hz	
5		Déclenché extérieurement une fois	impulsion de déclenchement μ ...5...300 V.t $t_t \geq 3 \mu$ s	règle temps de porte (<0,2... T_T ... >20) ms	règle position de durée de porte (ralenti vers t) 100 μ s... T_Y ...7,5 μ s	impulsion de déclenchement unique	tension de mise en circuit	
3b		Non déclenché	durée de porte ∞	entrée (pos 3T) ouverte	sans influence	sans influence	pas de signal	50 HZ constamment tension continue

Annexe 4

Tableau 2 Longueur et énergie de liaison entre atomes liés de façon covalente [EHR00]

Type de liaison	Longueur de liaison [nm]	Energie de liaison [kJ/mol]	Remarques
C-C aliphatique (en chaîne)	0,154	250	
C-C aromatique	0,140	402	
C - C	0,135	427	Pas de libre rotation
C = C	0,120	528	Pas de libre rotation
C - H	0,109	370	
C - O	0,143	295	
C - O	0,122	624/640	Pas de libre rotation
C - N	0,147	242	
C - Cl	0,177	280	
C - F	0,131	460	
N - H	0,102	349	
S - O	0,166	374	

Annexe 5

Traitement statistique des résultats de mesure

Avant d'analyser nos résultats, nous avons vérifié, par la méthode graphique, si les mesures effectuées suivent une distribution normale, conformément au théorème de A. Liapounov [Pis80].

Nous présentons seulement ici, à titre d'exemple, la quantité de charge apparente Q mesurée à U=15 kV, d=3 mm, r=8 µm, t_E= 40 mn et t_T=0 h, pour vérifier la distribution.

- La première étape consiste à classer les intensités de décharge par ordre croissant et attribuer à chaque niveau G_i [(i=1,, n), n étant le nombre de mesure égale à 20] la probabilité P_i donnée par la relation suivante :

$$P_i = \frac{100.i}{n+1} \% \quad (2)$$

- La seconde étape consiste à porter les points expérimentaux sur une feuille Gausso-Arithmétique (figure (1)).

- La troisième étape consiste à déterminer l'intervalle de confiance à 95%.

La moyenne et l'écart type sont donnés par :

$$Q_{moy} = \left(\frac{1}{n}\right) \cdot \sum_{i=1}^n Q_i \quad (3)$$

$$\sigma^2 = \left(\frac{1}{n-1}\right) \cdot \sum_{i=1}^n (Q_i - Q_{moy})^2 \quad (4)$$

D'où l'intervalle de confiance à 95% :

$$Q_{min} = Q_{moy} - 0,47\sigma \quad (5) \quad \text{et} \quad \sigma_{min} = 0,76 \cdot \sigma \quad (6)$$

$$Q_{max} = Q_{moy} + 0,47\sigma \quad (6) \quad \text{et} \quad \sigma_{max} = 1,46 \cdot \sigma \quad (7)$$

- La quatrième étape consiste à tracer les droites U_{16%}, U_{50%} et U_{84%}.

Finalement, nous vérifions que tous les points de mesures appartiennent à l'intervalle de confiance, donc la distribution de nos points de mesure suit une loi normale.

Soit :

$$Q_{moy}=6,56 \text{ (pC)}$$

$$Q_{min}=6,16 \text{ (pC)}$$

$$Q_{max}=6,99 \text{ (pC)}$$

$$\sigma=0,88 \text{ (pC)}$$

$$\sigma_{min}=0,67 \text{ (pC)}$$

et $\sigma_{max}=1,28 \text{ (pC)}$

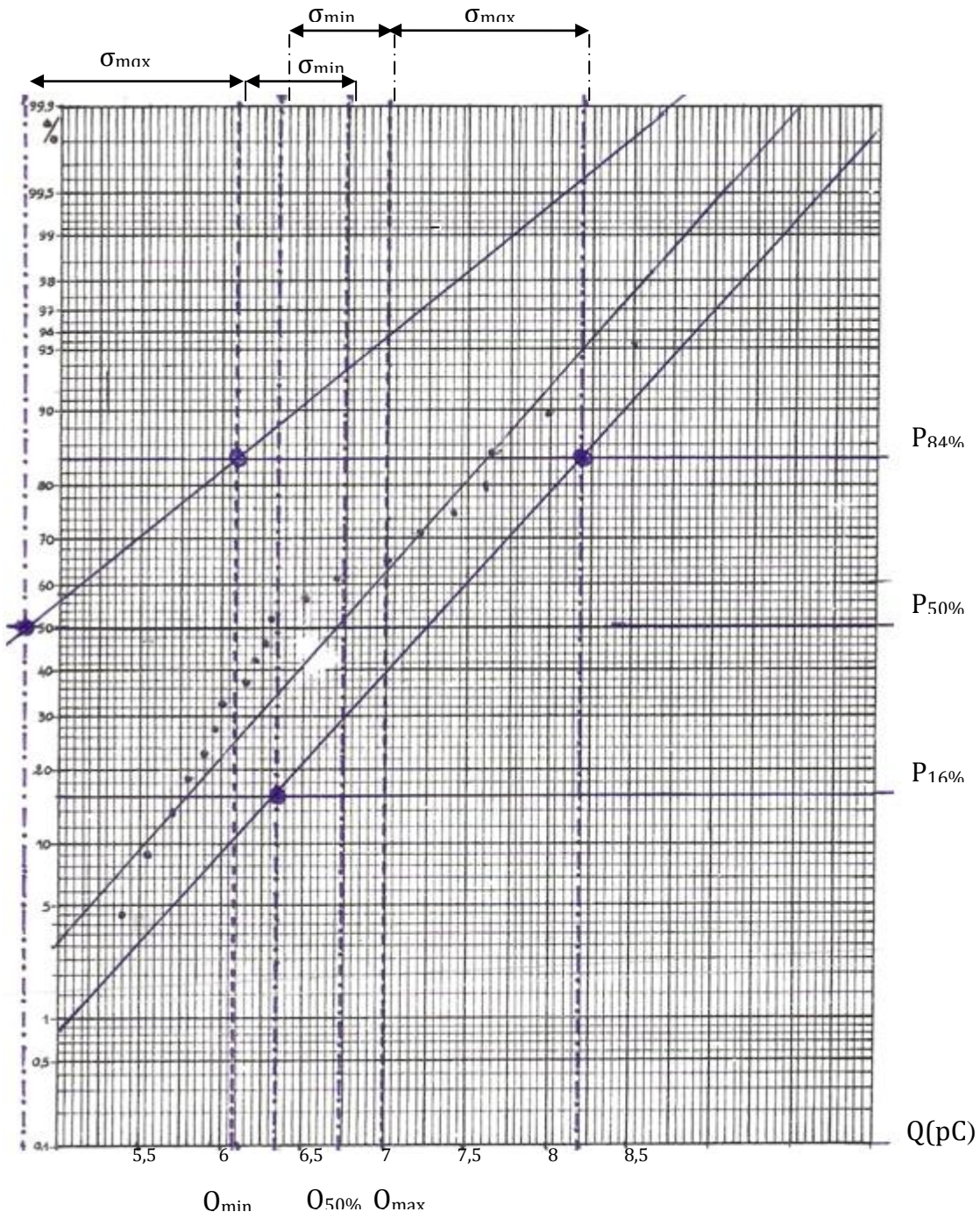


Figure 1 : Illustration de l'intervalle de confiance

الخلاصة: ان العمل المقدم في هذه الأطروحة يندرج في اطار انهيار العزل بالشجيرة ألكهربائية للأبديام (EPDM) المستعمل في عزل كوابل عالية الجهد لنقل الطاقة الكهربائية. ان كوابل نقل الطاقة الكهربائية تتعرض لاختلالات في الخدمة و التي تفوض موثوقية أو مصداقية النظام. ان معرفة و فهم آليات قدم و اهتراء المواد العازلة تحت تأثير الحقل الكهربائي في غاية الأهمية لضمان تشغيل هذه الأخيرة لفترة محددة لأن عمرها مرتبط ارتباطا وثيقا بعمر النظام الذي تندمج فيه. وهذا الموضوع ذو أهمية كبيرة ،و مساهمتنا بهذا العمل المقدم في هذه المخطوطة ، تهدف الى فهم الظواهر المتعلقة بتدهور الأبديام (EPDM) بفعل الحقل الكهربائي . هذا الهدف محقق بخلق الشجيرة الكهربائية و تحديد حركية انتشارها ، قياس الخسائر الطاقوية و استطاعة العازل، بالإضافة الى التفريغ الجزئي المنقضي و عتبة الجهد لظهور هذه الأخيرة و تيارات التفريغ المرتبطة بها . بعد عملية استكشاف مجهرى للمادة المتدهورة ، من خلال سلسلة من التحاليل الكيميائية(الأشعة تحت الحمراء)(FTIR), مجهرية المسح الالكتروني(MEB) التحليل الحراري (ATG), التحليل الحراري التفاضلي(ATD) , حيود الأشعة السينية (DRX) تم التوصل الى ايجاد العلاقة الوظيفية بين السلوك الكهربائي والكيميائي للعازل و التي تربط تغيرات الكميات الكهربائية و الفيزيائية بالتغيرات المرفولوجية التي تترجم تدهور المادة . و استغلال هذه النتيجة يسمح لنا، في أي وقت ، بمعرفة تطور الشجيرة الكهربائية بقياس احدى الكميات الكهربائية و التي من شأنها أن تكون تقييما لحالة العزل. كما درسنا تأثير المعالجة الحرارية قصيرة المدى على أداء المادة (EPDM).

كلمات المفاتيح: EPDM، الشجيرة الكهربائية DP، و التحاليل الكيميائية TIRF، MEB، ATG، ATD و DRX

Résumé : Ce travail porte sur la caractérisation et la compréhension des phénomènes de dégradation de l'EPDM (éthylène-propylène-diène) dans un système d'électrodes pointe - plan, sous champ électrique et plus particulièrement sur la génération et la propagation de l'arborescence. Les essais de dégradation électrique accélérée, sous champ alternatif 50 Hz, sont réalisés sur ce polymère pour générer les arborescences et suivre leur propagation à travers leurs formes et leurs longueurs, la tension seuil d'apparition des décharges partielles (PD), le niveau (amplitude) de ces DP ainsi que les courants associés. Des investigations à l'échelle microscopique du matériau dégradé sont réalisées grâce à une série d'analyses chimiques (FTIR, MEB, ATG, ATD et DRX). La microscopie électronique à balayage (MEB) et la spectroscopie infrarouge (IR) ont permis de mettre en évidence les microstructures et les changements dans la morphologie du polymère endommagés. La modification de la microstructure de ce matériau, par rupture de liaisons chimiques et des chaînes moléculaires, explique la formation de canaux d'arborescences et d'accompagnement des dégagements de gaz qui favorisent l'apparition de décharges partielles et développent le défaut. Ce processus est lié à l'amplitude et au temps d'application du champ électrique lequel régit les formes d'arborescences ; il dépend du diamètre des canaux et leur texture interne révélée par MEB.

Une corrélation étroite est mise en évidence entre les comportements électrique et chimique de l'EPDM ; celle-ci relie la variation des grandeurs électriques et physiques aux modifications morphologiques, traduisant la dégradation de ce matériau. Ainsi, il sera possible, à tout moment, de connaître le stade d'évolution de l'arborescence, par la mesure de l'une des grandeurs électriques, ce qui reviendrait à faire une appréciation sur l'état de l'isolation. L'effet d'un traitement thermique de courte durée sur les performances du matériau est également étudié.

Mots clés : Isolation solide, EPDM, Arborescence, Décharges partielles, IR, MEB, ATG/ATD et DRX

Abstract: This work is aimed at the characterization and understanding of degradation phenomena of EPDM (ethylene -propylene-diene) in a point -plane electrode system, submitted to an electric field and especially on the initiation and propagation of the electrical treeing. Testing electrical accelerated degradation under alternating field (50 Hz) are achieved on this polymer to initiate trees and follow their propagation through their shapes and lengths, the threshold voltage of occurrence of partial discharge (PD), the level (amplitude) of DP and associated currents. Investigations at the microscopic scale the gradient material are achieved using a series of chemical analyze (FTIR, SEM, TGA, DTA and XRD). The scanning electron microscopy (SEM) and infrared spectroscopy (IR) led to highlight the changes in microstructure and morphology of the polymer damaged. The modification of the microstructure of this material by breaking chemical bonds and molecular chains, explains the formation of trees and accompanying gassing that promote the appearance of partial discharges and develop the default channels. This process is related to the amplitude and time of application of electric field which governs the form of trees; it depends on the diameter of the channels and internal texture revealed by SEM. A close correlation was found between the electrical and chemical behavior of EPDM; it connects the variation of the electrical and morphological changes to physical quantities, the resulting degradation of this material. Thus, it will be possible, at any time to know the evolution of the tree stage by measuring one of the electrical quantities, which would make an assessment of the condition of the insulation. The effect of heat treatment on short-term performance of the material is also studied.

Keywords: solid insulating, EPDM, trees, Partial discharges, IR, SEM, TGA, DTA and XRD analyzes