

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



## Ecole Nationale Polytechnique

D.E.R. de Génie Electrique et Informatique

المكتبة — BIBLIOTHEQUE  
Ecole Nationale Polytechnique

# THESE

Présentée par

**M<sup>r</sup> MECHERI Yacine**

Ingénieur d'état en Electrotechnique de L' E.N.P.

pour l'obtention du grade de

**MAGISTER EN ELECTROTECHNIQUE**

Option : Réseaux Electriques et Haute Tension

**THEME**

**INFLUENCE DU VIEILLISSEMENT THERMIQUE  
CONTINU SUR LES PROPRIETES DIELECTRIQUES  
ET MECANQUES DU POLYETHYLENE RETICULE  
CHIMIQUEMENT UTILISE DANS L'ISOLATION DES  
CABLES MOYENNE TENSION**

Soutenue le 26 Octobre 1998 devant la commission d'examen composée de:

<b>A. Hellal</b>	Maître de Conférences à l'ENP	Président
<b>A. Boubakeur</b>	Maître de Conférences à l'ENP	Rapporteur
<b>M. Saidi</b>	Maître de Conférences à l'USTHB	Examinateur
<b>N. Belhanèche</b>	Maître de Conférences à l'ENP	Examinatrice
<b>M. Teguar</b>	Chargé de Cours à l'ENP	Examinateur
<b>A. Rahmoun</b>	Chef de Département Contrôle Qualité (EN.I.C.A.B)	Invité

تناول هذه الأطروحة دراسة حول تأثير التزيم الحراري على الخصائص الكهربائية والميكانيكية لمادة الـ (P.R.C) البوليتيلان المعرق كيميائيا، المستعملة كعازل للكوابل الكهربائية ذات التوتر المتوسط (18/30kV) و المصنوعة بمؤسسة صناعات الكوابل لبسكرة (EN.I.C.A.B). خلال هذه الدراسة استعملنا تقنية التزيم الحراري المستمر بحيث تم إخضاع أربع عينات من كابل خلال 2000 ساعة تحت تأثير درجات الحرارة الأربعة التالية: 80°C، 100°C، 120°C و 140°C. النتائج المحصل عليها تجريبيا أظهرت تغير وتناقص الخصائص الكهربائية والميكانيكية لمادة الـ P.R.C خلال مدة التزيم بدلالة درجة الحرارة. هذا التناقص للخصائص الفيزيائية يدل على مدى فقدان مادة الـ P.R.C لخاصية العزل الكهربائي. مكنتنا هذه الدراسة من التحقق من أن مادة الـ P.R.C المنتجة بمؤسسة صناعات الكوابل لبسكرة ذات نوعية جيدة تحت تأثير التزيم الحراري وهذا في حدود درجة حرارة التشغيل (90°C) و أنها تستجيب عموما للمقاييس الدولية سارية المفعول.

**كلمات مفاتيح:** تزيم حراري مستمر، البوليتيلان المعرق كيميائيا، خصائص كهربائية، خصائص ميكانيكية.

### **Résumé:**

Notre étude porte sur le comportement diélectrique et mécanique du Polyéthylène Réticulé Chimiquement (P.R.C) vieilli thermiquement, utilisé dans l'isolation des câbles moyenne tension (18/30kV), fabriqué par l'Entreprise des Industries des Câbles de Biskra (EN.I.C.A.B). Nous avons fait vieillir thermiquement et d'une manière continue quatre échantillons de Câbles isolés au PRC pendant 2000 heures aux températures de vieillissement suivantes : 80°C, 100°C, 120°C et 140°C. Au cours du vieillissement thermique, nous avons obtenu une dégradation des propriétés diélectriques et mécaniques du PRC. Cette dégradation est d'autant plus importante que la température de vieillissement est élevée. D'après nos résultats, le PRC fabriqué par L'EN.I.C.A.B présente un bon vieillissement thermique aux alentours de la température de service (90°C) répond généralement aux normes en vigueur.

**Mots clés:** Vieillissement thermique continu, Polyéthylène Réticulé Chimiquement (P.R.C), Propriétés diélectriques, Propriétés mécaniques.

### **Abstract :**

The aim of this work is to study the influence of thermal ageing on the dielectric and mechanical properties of Cross-Linked Polyethylene (XLPE) used as electrical insulation of medium voltage cable (18/30kV) manufactured by cable industry firm of Biskra (EN.I.C.A.B). We have made cable continuous accelerated thermal ageing during 2000 hours at the following temperatures : 80°C, 100°C, 120°C and 140°C. The experimental results show that the thermal ageing has a great influence on the electrical and mechanical properties of Cross-Linked Polyethylene. More the ageing temperature is high, more the material losses rapidly its properties. According to our investigations, the XLPE made by EN.I.C.A.B presents a good thermal ageing at the temperature 90°C and satisfies to the International Standards Recommendations.

**Key words:** Continuous thermal ageing, Cross-Linked Polyethylene (XLPE), Dielectric properties, Mechanical properties.

## *Dédicace*

*A mes très chers parents.*

*A Habiba,*

*A*

*ma sœur Warda.*

*Et*

*Mes frères Youcef, Fayek et Hilal*

*Aux familles Djenane et Madjaoui.*

## AVANT PROPOS

Ce travail a été effectué sous la direction de Monsieur A. Boubakeur, Maître de Conférences à l'Ecole Nationale Polytechnique. Qu'il me soit permis de lui exprimer mes meilleurs sentiments de gratitude et mes sincères remerciements pour sa contribution et son aide si précieuses quant à l'élaboration de ce travail.

J'adresse mes plus vifs remerciements à Monsieur A. Hellal, Maître de Conférences à l'Ecole Nationale Polytechnique pour l'honneur qu'il me fait en acceptant de juger ce travail et de présider le jury d'examen.

Je tiens à remercier Monsieur M. Saidi, Maître de Conférences à l'Institut de Physique de l'USTHB, N. Belhanèche Maître de Conférences au Département de Génie Environnement de l'ENP et Monsieur M. Tegar, Chargé de Cours au Département des Sciences fondamentales de l'ENP, pour l'honneur qu'ils me font en acceptant d'examiner mon travail et de faire partie du jury de soutenance.

Ce travail a été réalisé au laboratoire Assurance Qualité de L'EN.I.CA.B de Biskra. Que monsieur A. Rahmoun Chef de Département Assurance Qualité et monsieur M. Boumerzoug Chef de Département Production, trouvent en ces quelques mots, ma profonde reconnaissance, pour l'accueil qu'ils m'ont réservé au sein de l'entreprise, pour le soutien qu'ils m'ont apporté le long de mon stage de formation et pour m'avoir facilité l'accès aux matériels du laboratoire assurance qualité.

Je tiens à exprimer mes sentiments de gratitude et de reconnaissance à Messieurs S. Boudjemâa, A. Rezig et F. Kahloul, respectivement Chef de Section Moyenne Tension et Techniciens Supérieurs au Département Assurance Qualité, pour l'aide constante qu'ils m'ont apporté durant les essais et qui ont su me faire bénéficier de leur expérience afin d'accomplir ce travail dans un climat d'amitié.

Mes vifs remerciements vont aussi à monsieur Y. Ben Aissa, Chef du Centre de Documentation de L'EN.I.CA.B de Biskra pour son aide.

Je tiens également, à exprimer mes remerciements à M. Abdelazziz, N. Becha, L. Arar, M. Ziouèche, Z. Khemar, S. Agrine et tout le personnel de L'EN.I.CA.B pour l'ambiance chaleureuse et amicale qu'ils ont su créer tout au long de mon séjour à Biskra.

Que N. Mancor, trouve ici l'expression de ma profonde et sincère amitié pour le soutien et l'encouragement qu'elle n'a cessé d'apporter à mon égard.

Je remercie particulièrement A. Hamimi pour l'aide qu'elle m'a apporté dans la saisie de ce travail.

En fin, je remercie tout le personnel de la Bibliothèque et du Centre de Calcul de l'ENP.

## TABLE DES MATIERES

	Page
<b>INTRODUCTION</b> .....	1
<b>CHAPITRE I – SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE</b> .....	4
<b>I.1 POLARISATION DES DIELECTRIQUES</b> .....	4
I.1.1 Principe de la polarisation.....	7
I.1.2 Différents types de polarisation.....	7
A) Polarisation électronique.....	7
B) Polarisation ionique.....	7
C) Polarisation dipolaire.....	8
D) Polarisation par charges d'espace.....	9
I.1.3 Conduction des isolants polymères.....	9
I.1.4 Influence de la température sur les propriétés diélectriques des polymères.....	10
<b>I.2 POLYETHYLENE RETICULE CHIMIQUEMENT</b> .....	12
I.2.1 Structure et morphologie du polyéthylène.....	12
I.2.2 Polyéthylène basse densité PEbd.....	12
I.2.3 Principe de la réticulation du PEbd.....	12
I.2.4 Procédés de fabrication des câbles isolés au PRC.....	14
1. Réticulation à la vapeur d'eau.....	15
2. Réticulation en gaz inerte chauffé.....	15
3. Réticulation par radiation.....	15
4. Réticulation aux ultrasons.....	16
5. Procédé de réticulation SIOPLAS.....	16
I.2.5 Avantages du PRC sur le PE.....	17

I.3 VIELLISSEMENT THERMIQUE DES POLYMERES.....	18
Généralités.....	18
I.3.1 Vieillissement physique.....	18
I.3.1.1 Vieillissement physique avec transfert de masse.....	18
A) Pénétration de solvants.....	19
B) Perte d'adjuvants.....	19
I.3.1.2 Vieillissement physique sans transfert de masse.....	19
A) Fissuration sous contrainte en milieu tensioactif.....	19
B) Vieillissement physique interne.....	20
C) Chocs thermiques.....	20
I.3.2 Vieillissement chimique.....	20
A) Coupure de chaînes statistiques.....	21
B) Dépolymérisation.....	21
C) Réticulation.....	21
D) Oxydation.....	22
I.3.3 Endurance thermique et durée de vie des polymères.....	22
I.3.3.1 Position du problème.....	22
I.3.3.2 Durée de vie.....	23
<b>CHAPITRE II – TECHNIQUES EXPERIMENTALES.....</b>	<b>25</b>
II.1 Présentation du câble.....	25
II.1.1 Constituants du câble.....	26
II.1.2 Propriétés du compound.....	26
II.2 Dispositifs expérimentaux.....	26
II.2.1 Description du circuit de chauffage.....	27
II.2.2 Mesure de la tension seuil d'apparition des D.P.....	28
II.2.3 Mesure du facteur de pertes et de la permittivité relative.....	30
II.2.3 Mesure de l'allongement à la rupture et de la résistance à la traction.....	32
<b>CHAPITRE III – RESULTATS ET DISCUSSION.....</b>	<b>33</b>
III.1 Influence du vieillissement thermique sur les propriétés diélectriques du PRC.....	33
III.1.1 Indice de pertes diélectriques en fonction du temps de vieillissement.....	33
III.1.2 Variation du facteur de pertes diélectriques en fonction de la tension.....	39
III.1.3 Variation du facteur de pertes diélectriques en fonction de la température.....	42
III.1.4 Permittivité relative en fonction du temps de vieillissement.....	43
III.1.5 Variation de la constante diélectrique en fonction de la température.....	49
III.1.6 Influence du vieillissement thermique sur la tension seuil d'apparition des décharges partielles.....	50
III.2 Influence du vieillissement thermique sur les propriétés mécaniques du PRC.....	51
<b>CONCLUSION GENERALE.....</b>	<b>52</b>
<b>REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES.....</b>	<b>55</b>
<b>ANNEXE</b>	

# INTRODUCTION

---

**L**ES CABLES isolés souterrains sont principalement employés, au moins jusqu'à présent, pour le transport et la distribution de l'énergie électrique dans les zones fortement urbanisées aux abords ou à l'intérieur des grandes villes, parfois pour résoudre les problèmes locaux particuliers, techniques ou d'environnement, pour lesquels la mise en œuvre de lignes aériennes est difficile ou impossible. Toutefois, les câbles souterrains sont de plus en plus utilisés en moyenne tension, même en zone rurale ou semi-rurale. De plus, des progrès récents en haute tension faciliteront le transport en souterrain dans un avenir proche [1].

Depuis 1940 le Polyéthylène a été et continue d'être largement utilisé dans la fabrication des câbles, en raison de son faible coût et la facilité de sa mise en œuvre. Cet excellent matériau d'isolation, utilisé également en haute fréquence, est aussi caractérisé par une très bonne rigidité et de faibles pertes diélectriques. Par contre, c'est un produit thermoplastique qui se ramollit et devient déformable vers 80°C et fond vers 110°C. Ce comportement limite assez sévèrement son emploi lorsqu'on l'utilise en haute tension [2].

Devant la nécessité croissante au fil des années, de voir augmenter le niveau de tension de service, le problème de la tenue en température des câbles s'est trouvé posé. C'est ainsi qu'a été introduite la méthode de réticulation du produit dont le résultat est le Polyéthylène Réticulé, noté, dans le cas d'une réticulation par voie chimique le PRC en français et XLPE dans la littérature anglo-saxonne (Cross-Linked Polyethylene). Bien que le produit ait été commercialisé dès 1950 [3], ce n'est qu'en 1967 que le Japon décidait d'installer le premier câble de 110 kV isolé au PRC [4].

Le Polyéthylène Réticulé Chimiquement (P.R.C) à cause de sa structure et ses qualités diélectriques et mécaniques et par suite de son bon comportement aux contraintes thermiques, est devenu un produit de remplacement du Polyéthylène (PE). Cependant, depuis les années 1970, les câbles isolés au PRC connaissent à travers le monde, certaines difficultés en termes de durée de vie [5-10]. Les principales causes de leur vieillissement prématuré sont souvent associées au processus de fabrication (Présence d'eau, de microcavités, d'impuretés dans l'isolant et aussi de malformations à l'interface semi-conducteur/isolant, ou encore à la morphologie du PE). Ces défauts ou facteurs de vieillissement peuvent, plus au moins conjointement, contribuer, en présence des contraintes électriques et thermiques, à la dérive des propriétés principales du matériau en fonction du temps qui peut dans certains cas devenir forte et conduire à la détérioration de l'isolant par rupture diélectrique ou thermique.

Soumis au vieillissement électrique en exploitation, le PRC peut être aussi soumis au vieillissement thermique. L'effet de la chaleur sur le PRC peut se manifester de deux manières différentes. La première concerne l'effet instantané sur le matériau dû à une forte élévation de la température, la seconde quant à elle concerne l'effet d'une température pas trop élevée sur le matériau lorsque ce dernier est exposé à la chaleur pendant un temps assez long. Cet effet de la chaleur, c'est à dire le vieillissement thermique, peut avoir plusieurs conséquences sur le PRC, ces conséquences peuvent se manifester par une modification de la structure, un rétrécissement du matériau et un changement de couleur, ainsi qu'une perte de masse. Lorsque les temps d'exposition à la chaleur deviennent assez long, nous pouvons assister à la variation de la composition chimique du matériau. Cette variation est due généralement à la libération de certains constituants ou produits de dégradation. Ces effets peuvent également être accompagnés d'une augmentation des pertes diélectriques, ainsi que d'une réduction des propriétés mécaniques du matériau.

L'influence de la contrainte thermique sur la tenue à long terme du PRC a fait l'objet de nombreuses investigations. Les travaux effectués par H. St-Onge et al [11] sur le PRC utilisé dans l'isolation des câbles de transport d'énergie électrique, ont montré que la contrainte thermique accélère le vieillissement et que son influence est concentré principalement au niveau de la morphologie du matériau par la variation du rapport cristallin-amorphe. Dans des travaux récents, il a été montré que les propriétés diélectriques du PRC comme la rigidité diélectrique, le facteur de pertes et la conductivité électrique, dépendent de la morphologie [12], de l'oxydation et des contaminations ou impuretés [13].

Pour mieux comprendre les mécanismes de dégradation accompagnant le vieillissement thermique du PRC, il n'a pas été suffisant de s'appuyer sur l'expérience en service qui souvent fait défaut, et des essais d'endurance (ou essais d'évaluation) ont dû être mis au point par des organismes de normalisation. Dans l'état actuel des connaissances,



l'évaluation de l'endurance thermique des matériaux isolants solides s'effectue grâce à des essais accélérés pratiqués à des températures supérieures à celle du service prévue. Le vieillissement thermique peut être cyclique ou continu. Dans le premier mode de vieillissement, on fait subir au matériau des cycles quotidiens de chauffage et de refroidissement, alors que dans le mode continu, le matériau est exposé continuellement à la chaleur pendant une longue durée. Les essais d'endurance sont destinés à déterminer les changements irréversibles d'importantes propriétés des matériaux isolants en fonction de la contrainte thermique et du temps de vieillissement. Ils doivent simuler de façon aussi précise que possible la fonction du matériau en service réel. La propriété mesurée au cours de l'essai doit être reliée aux propriétés qui seront exigées dans l'utilisation pratique.

L'étude qui nous a été proposée s'inscrit dans le cadre d'un projet de recherche programmé par le laboratoire de haute tension de l'École Nationale Polytechnique (E.N.P) avec la collaboration de l'Entreprise des Industries des Câbles de Biskra (EN.I.C.A.B), et consiste en l'étude de l'influence du vieillissement thermique continu sur les propriétés diélectriques et mécaniques du Polyéthylène Réticulé Chimiquement (P.R.C), utilisé dans l'isolation des câbles moyenne tension. Le vieillissement thermique cyclique a fait l'objet d'une autre étude [14,15,16]. Les essais du vieillissement thermique ont été réalisés au laboratoire de haute tension de l'EN.I.C.A.B et les échantillons du câble ont été fournis par la même entreprise.

La présente étude consiste, dans un premier chapitre réservé à la synthèse bibliographique, à présenter : les phénomènes de la polarisation dans les diélectriques solides, la technique de réticulation du Polyéthylène basse densité et son application à la fabrication des câbles et en dernier lieu les mécanismes et les processus physico-chimiques intervenant lors du vieillissement thermique du Polyéthylène Réticulé Chimiquement, suivis par la présentation des modèles de durée de vie des isolants solides.

Un deuxième chapitre est consacré aux techniques expérimentales et où nous donnons une description détaillée des différents dispositifs de mesure utilisés lors du vieillissement thermique.

Dans un troisième chapitre sont présentés les résultats expérimentaux relatifs au vieillissement thermique du PRC, suivis des commentaires et des interprétations.

# *Chapitre I synthèse bibliographique*

---

**N**OUS présentons dans ce chapitre, les phénomènes de polarisation dans les diélectriques solides, la technique de réticulation du Polyéthylène basse densité et son application dans la fabrication des câbles et en dernier lieu les mécanismes physico-chimiques intervenant lors du vieillissement thermique du Polyéthylène Réticulé Chimiquement

## **I.1 POLARISATION DES DIELECTRIQUES**

### **I.1.1 Principe de la Polarisation**

Selon le modèle des bandes d'énergie la matière devient diélectrique, c'est à dire mauvaise conductrice de l'électricité, quand les bandes de conduction et de valence sont séparées par une énergie supérieure à 5 eV. Alors, un très petit nombre seulement d'électrons reçoivent, à température ordinaire, l'énergie thermique nécessaire pour effectuer une transition dans la bande de conduction. Quand la température s'élève la probabilité de transition augmente. Le fait que les charges présentes dans un diélectrique ne soient pas libres ne signifie nullement qu'elles sont liées de façon absolument rigide les unes aux autres. En particulier, un champ électrique appliqué  $E$  déplace légèrement les charges positives et négatives les unes par rapport aux autres, provoquant l'apparition de dipôles électriques. Plusieurs mécanismes concourent à l'apparition de ces dipôles. Sous l'action d'un champ électrique alternatif, cette polarisation ne suit pas le champ électrique d'une manière instantanée (déphasage entre le champ électrique et l'établissement des dipôles). Cette relaxation diélectrique provoque la dissipation d'énergie responsable des pertes diélectriques [17].

## 1. Echelle macroscopique

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

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

Où  $\varepsilon_0$  est la permittivité du vide en F/m et  $D$  est l'induction électrique en C/m<sup>2</sup>.

Si on introduit un diélectrique dans un volume d'espace, il faut tenir compte également des charges dues au phénomène de polarisation. L'induction dans le diélectrique satisfait à la relation I.2 :

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

Où  $P$  est la polarisation en C/m<sup>2</sup>.

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

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

En tenant compte de l'expression I.2 on en déduit :

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

Où  $\chi$  est la susceptibilité électrique (sans unité).

et en posant:

$$1 + \chi = \varepsilon_r \quad \text{et} \quad \varepsilon_0 \varepsilon_r = \varepsilon$$

On obtient :

$$D = \varepsilon E \quad (I.5)$$

$\varepsilon_r$  est la permittivité relative et  $\varepsilon$  la permittivité.

La polarisation  $P$  s'écrit aussi :

$$P = \varepsilon_0 (\varepsilon_r - 1) E \quad (I.6)$$

## 2. Echelle microscopique

Dans un diélectrique polarisé, il existe un champ électrique local  $E_1$  ; il induit un moment dipolaire  $P$  au niveau de chaque molécule :

$$P = N\alpha E_1 \quad (1.7)$$

Où :

$\alpha$  : constante représentant la polarisabilité de la molécule.

$N$  : nombre de dipôles par unité de volume.

Le champ local  $E_1$  peut être considéré comme la somme de deux composants :

$$E_1 = E + E_d \quad (1.8)$$

Où :

$E$  est le champ imposé par la source.

$E_d$  est le champ résultant de la présence de dipôles dans tout le volume du diélectrique.

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

$$E_1 = E + \frac{P}{3\epsilon_0} \quad (1.9)$$

En tenant compte de la relation 1.6 et en la combinant avec 1.9, on trouve :

$$E_1 = \frac{\epsilon_r + 2}{3} E \quad (1.10)$$

On établit la relation de Clausius-Mossotti :

$$\frac{\epsilon_r - 1}{\epsilon_r + 2} = \frac{\chi}{\epsilon_r + 2} = \frac{N\alpha}{3\epsilon_0} \quad (1.11)$$

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

$$\frac{\epsilon_r - 1}{\epsilon_r + 2} = \frac{1}{3\epsilon_0} \sum_i^n N_i \alpha_i \quad (1.12)$$

Cette équation relie les propriétés microscopiques  $\alpha_i$  à la grandeur macroscopique qu'est la permittivité.

## I.1.2 Différents types de polarisation

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

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

Chacune de ces polarisations contribue à la valeur de la permittivité relative et donne une relaxation qui se traduit par un pic pour l'indice de pertes diélectriques  $\epsilon_r \tan \delta$  [18].

### A) Polarisation électronique

A l'échelle atomique du diélectrique, sous l'effet du champ électrique  $E$ , le nuage électronique de chaque atome est déplacé légèrement par rapport au noyau. Il se crée ainsi des moments dipolaires induits, causes de la polarisation électronique dont le temps d'établissement est très court (de l'ordre de  $10^{-15}$  s) [19,20].

$$P_e = N\alpha_e E_1 \quad (\text{I.13})$$

Où :

$\alpha_e$  : constante de la polarisation électronique,  $\alpha_e = 4\pi\epsilon_0 r^3$  ( $r$  : rayon de l'atome).

### B) Polarisation ionique

Lorsque différents atomes sont présents dans une molécule (cas des polymères), les électrons participant aux liaisons de covalence se déplacent préférentiellement vers l'atome le plus électronégatif créant ainsi, sous contrainte extérieure, un moment de liaison. Si l'on superpose un champ électrique, les atomes se déplacent les uns par rapport aux autres donnant naissance à une polarisation ionique qui met en jeu le déplacement d'atomes au sein de la molécule. Son temps d'établissement est de l'ordre de  $10^{-13}$  à  $10^{-12}$  s [18].

$$P_i = N\alpha_i E_1 \quad (\text{I.14})$$

$\alpha_i$  : constante de la polarisation ionique.

### C) Polarisation dipolaire ou d'orientation

En général, les molécules hétérogènes présentent un moment dipolaire dit spontané. Il est omniprésent même en l'absence d'un champ électrique. L'orientation de ces dipôles est alors aléatoire [17]. La polarisation d'orientation a été étudiée par Debye. Elle concerne l'orientation des molécules dipolaires sous l'action du champ électrique. Elle dépend de la température et apparaît dans les liquides et les corps amorphes. Elle donne lieu à des pertes diélectriques. Dans le cas des polymères, le moment dipolaire résultant de chaque unité monomérique est obtenu par la somme vectorielle des différents moments de liaisons. Si on superpose un champ électrique constant, chaque dipôle est soumis à un couple créant une polarisation résultante dans le sens du champ électrique. La valeur de la polarisation est alors donnée par la relation :

$$P_d = N\alpha_d E_t \quad (I.15)$$

Avec :

$$\alpha_d = \mu^2 / (3RT)$$

$\mu$  : moment dipolaire de la molécule en Cm.

R : constante de Boltzman en J/mole K.

T : température absolue en K.

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

$$P = P_d e^{-t/\tau} \quad (I.16)$$

Avec  $\tau$  : temps de relaxation.

Deux conditions sont à vérifier pour observer cette polarisation. La première exige une dissymétrie structurale, la seconde exige que la molécule ou le groupement atomique puisse s'orienter dans le champ électrique. La polarisation d'orientation confère aux matériaux une valeur relativement élevée de la permittivité relative, une tangente de l'angle de pertes diélectriques élevée et une forte dépendance de la constante diélectrique avec la température [18].

### D) Polarisation par charges d'espace ( Effet Maxwell-Wagner-Sillars)

Ce type de polarisation intervient dans le cas de matériaux hétérogènes, soit constitués de composés différents (charges, impuretés), soit constitués de conglomerats de différents éléments de volume macroscopique ayant des conductivités et des constantes diélectriques différentes. C'est le cas du Polyéthylène contenant une charge de conductivité appréciable telle que le noir de carbone. Dans ce cas, des charges d'espace peuvent alors s'accumuler aux interfaces créant des distorsions macroscopiques du champ appliqué. Ces charges d'espace proviennent du fait que les porteurs de charges qui, habituellement, peuvent migrer jusqu'aux électrodes dans un diélectrique homogène, sont alors piégés aux interfaces. Le temps d'établissement de la polarisation interfaciale est de quelques  $10^{-2}$  à  $10^{-1}$  s [18].

$$P_c = N\alpha_c E_t \quad (1.17)$$

### I.1.3 Conduction des isolants polymères

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

En générale, la conductivité d'un matériau peut s'exprimer selon la formule 1.18 :

$$\sigma = \sum_i^n n_i q_i \mu_i \quad (1.18)$$

Où :  $\sigma$  : conductivité  
 $n_i$  : nombre de porteurs  $i$   
 $q_i$  : charge d'un porteur  $i$   
 $\mu_i$  : mobilité d'un porteur  $i$

Dans la plupart des cas, la conductivité  $\sigma$  varie avec la température suivant la formule 1.19 :

$$\sigma = \sigma_0 \exp(-w/RT) \quad (1.19)$$

Où  
 $w$  : énergie d'activation  
 $R$  : constante des gaz parfaits  
 $T$  : température absolue

Cette relation a été vérifiée dans le cas de nombreux isolants liquides et solides. Néanmoins, la nature des charges transitant dans les isolants solides - ions ou électrons - reste controversée. Les modèles théoriques ne permettent pas de représenter les phénomènes physiques qui restent complexes compte tenu des structures des matériaux [21].

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

### 1.1.4 Influence de la température sur les propriétés diélectriques des polymères

Pour de nombreux isolants, la permittivité relative et le facteur de pertes diélectriques ont été mesurés dans une large gamme de fréquence ou de température. Quant au Polyéthylène, il présente plusieurs bandes d'absorption dues à la relaxation de dipôles ( $\alpha, \beta, \gamma$ ) comme le montre les figures I.1 et I.2 [19].

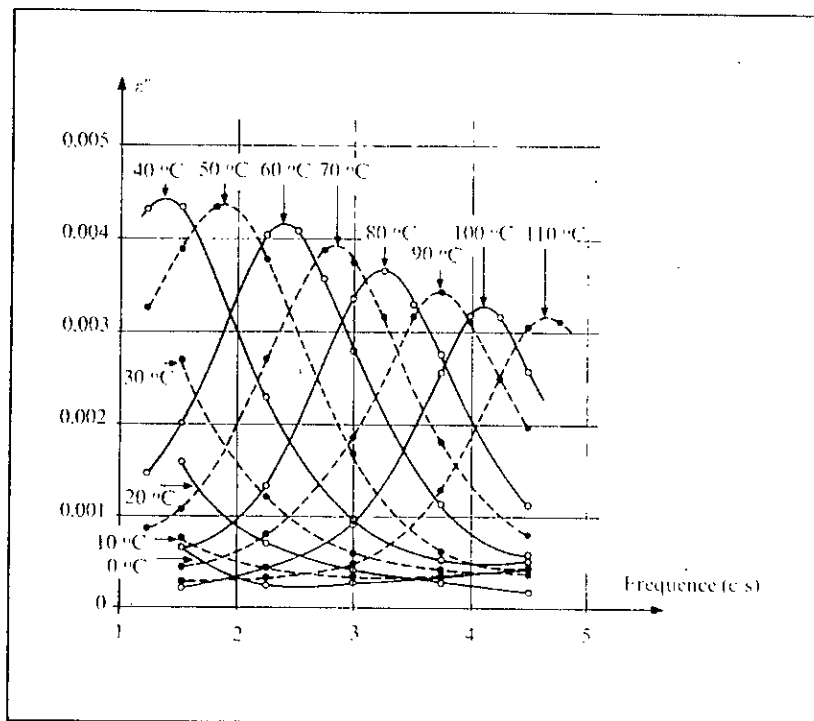


Figure I.1 Variation de l'indice de pertes d'un polyéthylène haute densité entre 0°C et 110°C mettant en évidence la relaxation  $\alpha$ .



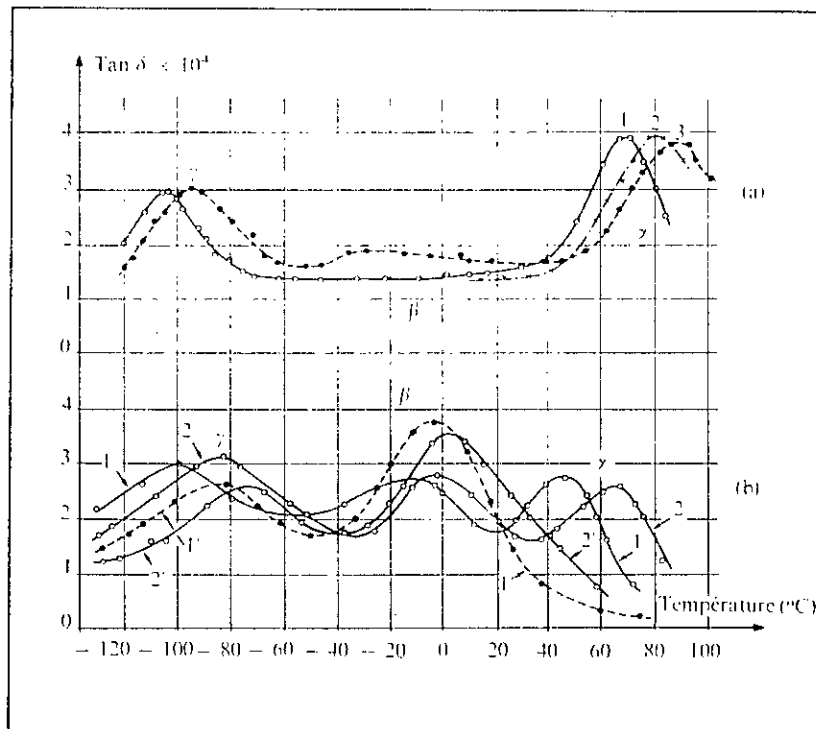


Figure I.2 Facteur de dissipation diélectrique  $\tan \delta$  de polyéthylènes en fonction de la température.

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

## I.2 POLYETHYLENE RETICULE CHIMIQUEMENT

### I.2.1 Structure et morphologie du polyéthylène

Le polyéthylène résulte de la polymérisation du gaz éthylène  $C_2H_4$ , en présence de catalyseurs, dans certaines conditions de température et de pression. La molécule du polyéthylène peut présenter des ramifications qui provoquent une diminution de la densité du matériau et de sa cristallinité [17].

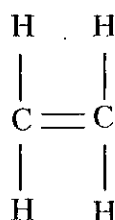


Figure I.1 Molécule d'Éthylène

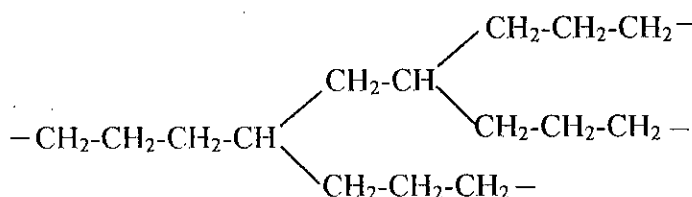


Figure I.2 Molécule de PE ramifiée

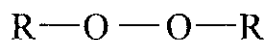
### I.2.2 Polyéthylène basse densité (PEbd)

Le Polyéthylène basse densité est réalisé suivant un procédé à haute pression. L'éthylène est injecté en continu dans le réacteur par l'intermédiaire d'hyper-compresseur. La pression de polymérisation se situe entre 1000 et 5000 bars et la température entre 150 et 400°C. Les catalyseurs de réaction utilisés sont du type peroxyde ou oxygène pur. Le polymère est recueilli en continu par précipitation, le monomère éthylène comprimé jouant le rôle de solvant. Le PE est ensuite extrudé avec incorporation éventuelle de quelques additifs du type antioxydant et mis sous forme de granulés utilisables directement dans l'industrie [22]. Le polyéthylène obtenu suivant ce procédé est relativement pur et est constituée par des chaînes macromoléculaires principales éloignées les unes des autres par des chaînes latérales de positions aléatoires, comportant un certain nombre de ramifications latérales de longueurs variables [23].

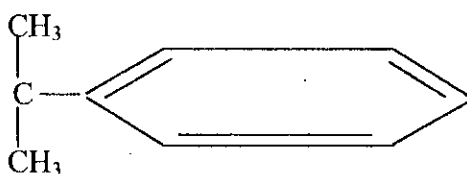
### I.2.3 Principe de la réticulation du PEbd

La réticulation est la modification de la structure moléculaire du polymère. Elle consiste à lier les chaînes de molécules par des liaisons radiales (Pontage des chaînes moléculaires) et à les transformer en un réseau tridimensionnel qui permet d'éviter le glissement de toute les chaînes moléculaires les unes sur les autres [1].

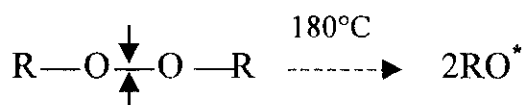
La réticulation par voie thermochimique du polyéthylène basse densité (PEbd), très pauvre en doubles liaisons, est pratiquée dans le contexte industriel au moyen des peroxydes organiques. Le plus couramment employé est le peroxyde de dicumyle (2% en teneur) [2]. Les peroxydes organiques sont des composés dont la structure générale est :



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

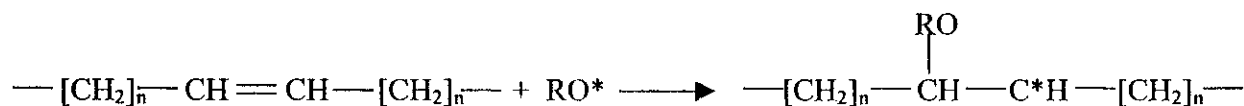


Porté à une température de l'ordre de 180°C, le peroxyde se scinde au niveau des deux atomes d'oxygène donnant, lieu à deux radicaux très actifs qui libèrent des sites sur la chaîne macromoléculaire

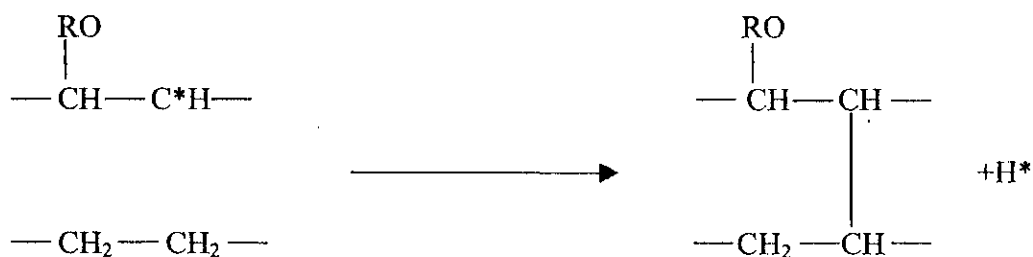


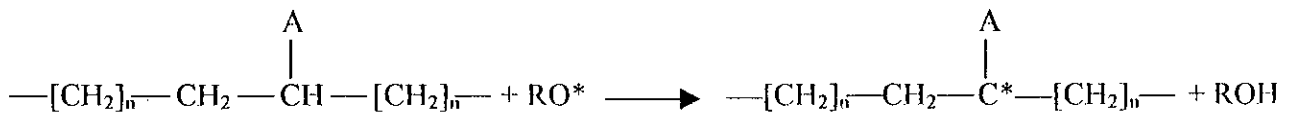
L'action des radicaux  $RO^*$  issus de la scission des peroxydes peut se produire à la fois sur les doubles liaisons et sur un atome d'hydrogène ainsi que le montrent les schémas ci-dessous [2] :

#### Attaque sur des doubles liaisons

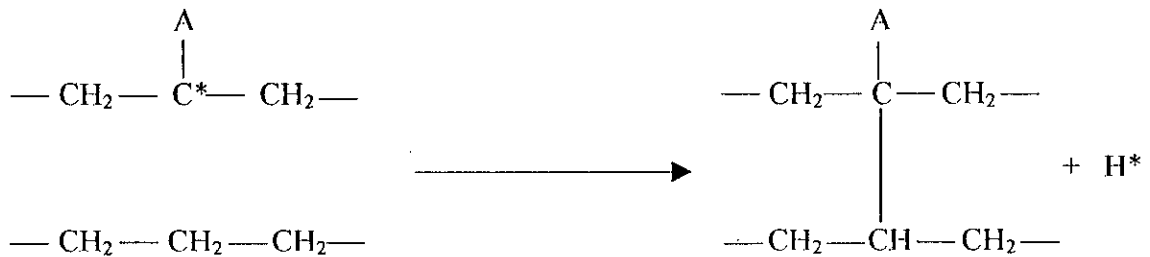
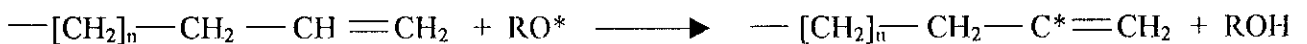


Pontage entre chaînes adjacentes :

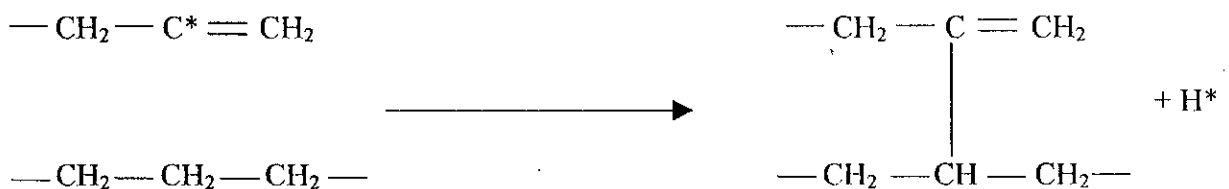


Attaque sur un atome d'hydrogène

Pontage :

Attaque sur un atome d'hydrogène allylique

Pontage :



Le taux de réticulation du produit final est caractérisé par le nombre de ces pontage : il est évalué par des méthodes chimiques ou des essais mécaniques.

**1.2.4 Procédés de fabrication des câbles isolés au P.R.C**

Jusqu'à la fin des années 1970, le seul procédé utilisé industriellement était la réticulation par voie chimique en présence de peroxyde et sous pression de vapeur d'eau. Depuis le début des années 1980 sont apparus de nouveaux procédés dont certains s'affranchissent du peroxyde [1].

### 1. Réticulation à la vapeur d'eau

La ligne à vulcanisation continue utilisée pour la mise en œuvre des câbles isolés au PRC est constituée de l'association d'une extrudeuse suivie d'une ligne tubulaire divisée en deux sections ; l'une correspondant à la zone de chauffage où la mise en température du matériau est obtenue en utilisant de la vapeur d'eau sous pression (10 à 15 kg/cm<sup>2</sup>), la deuxième étant la zone de refroidissement, par l'eau également sous pression [2]. Ce procédé, le plus fréquemment mis en œuvre industriellement, est appelé Steam Curing Process (S.C.P) dans la littérature anglo-saxonne. Pendant la réaction de réticulation, des produits de décomposition gazeux sont libérés, donnant lieu à des microcavités dont le nombre est de l'ordre de 10<sup>6</sup>/mm<sup>3</sup> et la taille varie de 1 à 20µm, ce qui laisse introduire de l'eau en quantité notable dans l'isolant (jusqu'à 200 ppm en masse) [24]. Afin d'empêcher qu'ils se forment des occlusions dans l'isolation, il est nécessaire de maintenir une haute pression de vapeur sur tout le cycle de réticulation.

### 2. Réticulation en gaz inerte chauffé

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

### 3. Réticulation par radiation

Le procédé désigné sous les termes de Radiant curing Process (R.C.P) utilise un chauffage par infrarouge d'un gaz inerte (N<sub>2</sub> ou SF<sub>6</sub>) sous pression, de sorte que la réticulation se produise à une température voisine de 300°C, alors que dans le procédé S.C.P, la température que l'on atteint pour scinder le peroxyde dépend de la pression de la vapeur et se trouve limitée à 200°C environ par la tenue mécanique du tube de réticulation. Le refroidissement s'opère ici par l'eau à une pression égale à celle du gaz inerte. Les vitesses de réticulation du procédé sont supérieures à celles du procédé S.C.P [2]. L'avantage de ce procédé réside d'une part dans l'absence de vapeur qui a pour conséquence une diminution importante du taux d'humidité et des microcavités (vacuoles) dans l'isolation, d'autre part,

le chauffage et la pressurisation étant indépendant, la température et la pression peuvent être réglées séparément.

#### 4. Réticulation aux ultrasons

L'idée de base de la méthode est de réduire le temps de réticulation en utilisant un chauffage par mise en vibration du milieu. Elle met à profit les propriétés viscoélastiques du polyéthylène conduisant, comme dans la plus part des polymères, à la production de chaleur lorsque ce matériau est soumis à des vibrations dynamiques telles que les ondes sonores ou ultrasonores. On utilise l'eau comme milieu d'irradiation de sorte que l'onde sonore est transmise en quasi-totalité. Les fréquences utilisées sont comprises entre 400 et 500 kHz. Cependant si l'on ne met en œuvre que les ultra-sons comme moyen de chauffage, la température est plus importante près du conducteur et la réticulation se trouve plus complète au centre ; c'est pour quoi, pour la partie extérieure du câble, on est conduit à adjoindre un chauffage classique par vapeur d'eau. Les avantages de ce procédé sont doubles : d'une part la longueur du tube de réticulation peut être réduite de moitié, d'autre part la vitesse de production peut être augmentée d'un facteur de 1,5 par rapport au procédé S.C.P. Dans ce procédé, la taille des cavités est comprise entre 1 et 15  $\mu\text{m}$  [2].

#### 5. Procédé de réticulation SIOPLAS

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

### 1.2.5 Avantages du PRC sur le PE

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

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

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

1. La réticulation confère au PEbd des propriétés mécaniques améliorées et en particulier une meilleure résistance au fluage (déformation à chaud). Celles-ci peuvent également être améliorées par l'incorporation de charges renforçantes au polymère. Le produit obtenu est un thermoplastique. Sa tenue au vieillissement thermique est améliorée par rapport à celle du PEbd [22].
2. La réticulation fait disparaître complètement la tendance qu'avait la résine à se fissurer au contact d'atmosphères agressives du type oxydants [2].
3. Le PRC possède une meilleure résistance à la fissuration sous l'effet de contraintes mécaniques extérieures, ainsi qu'une meilleure charge de rupture (150 kg/mm<sup>2</sup>).
4. Du fait de la réticulation, la température d'utilisation à la corde est de 90°C et la température tolérée en court-circuit est de 250°C [22].
5. Le PRC chargé de noirs de carbone appropriés ne propage la flamme que difficilement.
6. Les propriétés thermiques et électriques du PRC ne sont pas très différentes de celles du PE. Il semblerait même qu'un PRC résiste mieux à la propagation des arborescences électriques qu'un PE [22].

## **I.3 VIEILLISSEMENT THERMIQUE DES POLYMERES**

### **Généralités**

On convient d'appeler vieillissement thermique toute altération lente et irréversible des propriétés d'un matériau, résultant de son instabilité propre ou d'effet de l'environnement et qui ne fait intervenir que le matériau, l'atmosphère et la température [25]. Le terme vieillissement n'implique pas un mécanisme précis. On est même souvent en présence de phénomènes complexes faisant intervenir simultanément plusieurs mécanismes [26,27]. Le vieillissement thermique peut faire intervenir des phénomènes purement physiques (dégazage, migration de plastifiants, évolution de la morphologie) ou des phénomènes chimiques parmi lesquels l'oxydation par l'oxygène atmosphérique, qui joue souvent un rôle prépondérant. Ces phénomènes peuvent affecter la structure chimique du polymère, ou dans certains cas, concerner seulement les additifs (problèmes d'incompatibilité d'adjuvants). [26,28]. Le vieillissement thermique est souvent un phénomène de surface, autrement dit, le degré de dégradation est plus fort au voisinage de la surface des objets exposés que dans la masse. L'appréciation du matériau sera donc fonction de l'épaisseur de celui-ci et du type d'essai pratiqué [26]. Ce vieillissement est d'autant plus rapide que la température est élevée.

### **1.3.1 Vieillissement physique**

Le terme vieillissement physique englobe tous les processus conduisant à une altération irréversible des propriétés d'utilisation du matériau sans qu'il y ait modification de la structure chimique des macromolécules constituant le matériau [25,29,30]. Le vieillissement physique peut résulter :

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

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

#### **1.3.1.1 Vieillissement physique avec transfert de masse**

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



### **A) Pénétration de solvants**

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

- la structure chimique du motif structural élémentaire : c'est elle qui détermine essentiellement l'affinité du polymère pour le solvant considéré. A la limite, le solvant peut déssoudre totalement le polymère (s'il est linéaire) ;
- la morphologie: les zones cristallines peuvent être considérées comme imperméables, la solubilité globale décroît donc avec le taux de cristallinité ;
- le taux de réticulation: la pénétration de solvants est d'autant plus aisée que le taux de réticulation est faible, sauf si la réticulation fait apparaître de nouveaux groupes fonctionnels ayant une affinité élevée pour le solvant.

La pénétration de solvants a pour conséquence la plastification qui se traduit par une modification du comportement mécanique du matériau à savoir la diminution du module d'élasticité et de la contrainte à la rupture ; une augmentation de l'allongement à la rupture. Une autre conséquence de la plastification est la diminution de la température de transition vitreuse [29].

### **B) Perte d'adjuvants**

La perte d'adjuvants résulte de la migration de ces derniers hors des matériaux. Dans tous les cas, le départ de l'adjuvant se traduit par la perte des propriétés qu'il était censé d'apporter au polymère. Dans le cas de plastifiants, on observera une diminution de l'allongement à la rupture, une augmentation de la température de transition vitreuse et du module de Young. Dans le cas de stabilisants, c'est la stabilité chimique qui diminuera. Dans de nombreux cas, la stabilité globale est gouvernée par la résistance à la migration des adjuvants. Plusieurs mécanismes sont responsables de la migration des adjuvants ; nous pouvons citer l'évaporation, l'extraction et l'exsudation [25]. La vitesse de perte de plastifiants dépend essentiellement de l'épaisseur du matériau, de la température, du confinement de l'atmosphère et de la structure du plastifiant [29].

#### **I.3.1.2 Vieillissement physique sans transfert de masse**

##### **A) Fissuration sous contrainte en milieu tensioactif**

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

la distribution des masses moléculaires et la morphologie du polymère (distribution de tailles de cristallites et sphérolites) [29].

### **B) Vieillissement physique interne (évolution de la morphologie)**

Le vieillissement physique interne est uniquement lié à des causes internes au matériau (mobilité moléculaire), c'est à dire au fait que le matériau est, au terme de sa mise en œuvre, dans un état thermodynamiquement instable. Le vieillissement résulte alors d'une évolution plus ou moins lente vers un état plus stable. On peut prévoir qu'il sera d'autant plus rapide que la température est élevée, et d'autant plus faible que l'histoire thermique en fin de mise en œuvre aura permis au matériau d'atteindre l'état de stabilité. Le vieillissement physique se traduit par une augmentation de la compacité du réseau macromoléculaire, autrement dit par une réduction du volume spécifique qui peut être expliquée par le concept du volume libre (volume disponible par les mouvements de segments de macromolécules). Le vieillissement physique affecte toutes les propriétés dépendant du volume libre et la mobilité moléculaire. La masse volumique augmente, le coefficient de dilatation diminue, le facteur de pertes diélectriques diminue [29].

### **C) Chocs thermiques (Variations de température)**

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

#### **- Gradient de température dans l'épaisseur :**

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

#### **- Matériaux hétérogènes :**

Dans les matériaux composites, soumis à des variations de température, les dilatations différentielles entraînent des contraintes internes susceptibles d'endommager le matériau. Il s'agit d'un phénomène de fatigue mécanique. La dilatation superficielle est alors due à la différence de coefficient de dilatation des phases en présence [30].

## **1.3.2 Vieillissement chimique**

On appelle vieillissement chimique tout phénomène impliquant une modification chimique du matériau (polymère ou ses adjuvants) sous l'influence de l'environnement. En pratique, le vieillissement chimique se superpose souvent à un vieillissement physique

et les deux phénomènes interfèrent [29]. Les principaux types généraux de réactions intervenant lors du vieillissement chimique sont les suivants :

- Coupure de chaînes statistiques ;
- Dépolymérisation ;
- Réticulation ;
- Oxydation.

### **A) Coupure de chaînes statistiques**

Les coupures de chaînes statistiques se produisent sur des sites distribués de manière aléatoire dans le réseau macromoléculaire. Une grande variété de mécanismes chimiques peut être la cause de coupure statistique des chaînes. On peut citer la thermolyse, coupure  $\beta$ , l'hydrolyse, et la radiolyse [31]. Sur le plan de la structure, ces coupures de chaînes provoquent une diminution de la masse moléculaire moyenne dans le cas des polymères linéaires, et une diminution du taux de réticulation dans le cas des polymères tridimensionnels. Les propriétés physiques telles que les propriétés optiques, élastiques et thermiques sont très peu affectées par les coupures de chaînes statistiques. Cependant, les coupures de chaînes affectent considérablement les propriétés mécaniques car elles sont responsables de fragilisation du matériau [29].

### **B) Dépolymérisation**

La dépolymérisation est un cas particulier de la réaction de coupure de chaînes. Elle conduit à l'élimination d'un fragment moléculaire (monomère), et à une diminution très faible et rapide de la masse moléculaire. Une coupure de chaîne crée un site actif qui déstabilise la liaison monomère voisine et entraîne l'élimination séquentielle de molécules de monomère. La dépolymérisation est donc l'inverse de la polymérisation, elle est d'autant plus facile que l'énergie de liaison monomère-monomère est faible [29].

### **C) Réticulation**

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

initialement linéaires, une réticulation modérée peut également conduire à une augmentation de l'allongement à la rupture. Dans le cas réel de vieillissement, le polyéthylène (PE) peut subir simultanément des coupures de chaînes et une réticulation. Ses propriétés évoluent alors en fonction de la part prise par chacun des processus [29].

#### D) Oxydation

L'oxydation est une réaction en chaîne amorcée par la rupture d'une liaison en radicaux libres. Elle se traduit par l'accumulation de groupes tels que  $-OH$  et  $>C=O$ . La stabilité d'un matériau dépend de la présence de liaisons faibles [30]. La dégradation oxydante du PRC conduit à la formation de composés carbonylés. Ces coupures de chaînes ont une importance particulière car les propriétés mécaniques chutent brutalement [32]. D'autres conséquences peuvent être induites lors du processus d'oxydation des polymères ; nous pouvons citer l'apparition de bandes d'absorption diélectriques (augmentation de pertes) et l'abaissement du seuil de température au-delà duquel la dégradation démarre [29]. La cinétique d'oxydation est fréquemment caractérisée par la présence d'un temps d'induction pendant lequel les propriétés évoluent peu. Ce temps d'induction augmente avec les performances du système d'antioxydant [30].

### I.3.3 Endurance thermique et durée de vie des polymères

#### I.3.3.1 Position du problème

Certains auteurs comme B.Fallou [33] et C. Moriane [34] se sont intéressés à l'étude de l'endurance thermique des polymères. La caractéristique du vieillissement ou la stabilité à long terme des isolants solides doit permettre de répondre à l'une des questions simples suivantes:

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

Pour y répondre, il suffit de connaître la relation temps-contrainte  $t = f(C)$  (Figure I.3). La contrainte peut être la température, la tension ou le champ électrique.

Pratiquement, l'établissement de cette relation passe assez souvent par la détermination d'une relation de type de celle présentée à la figure I.4 qui décrit les variations d'une propriété du matériau en fonction du temps de vieillissement et ce pour diverses valeurs  $C_1, C_2, \dots, C_n$  de la contrainte appliquée  $C$ . Si l'on se fixe une valeur de la propriété  $P_0$ , choisie en fonction des critères d'emploi, on obtient la relation  $t(C)$  relative à la valeur de la propriété  $P_0$ . Il s'agit de ce qu'on a coutume d'appeler courbe de durée de vie ou d'endurance thermique. La propriété peut être une propriété électrique (rigidité diélectrique, par exemple) ou une propriété mécanique (résistance à la traction, par exemple).

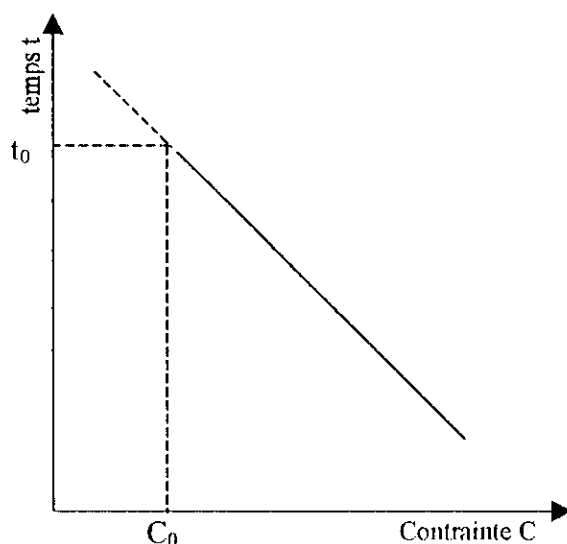


Figure I.3 Variation du temps de vieillissement en fonction de la contrainte appliquée

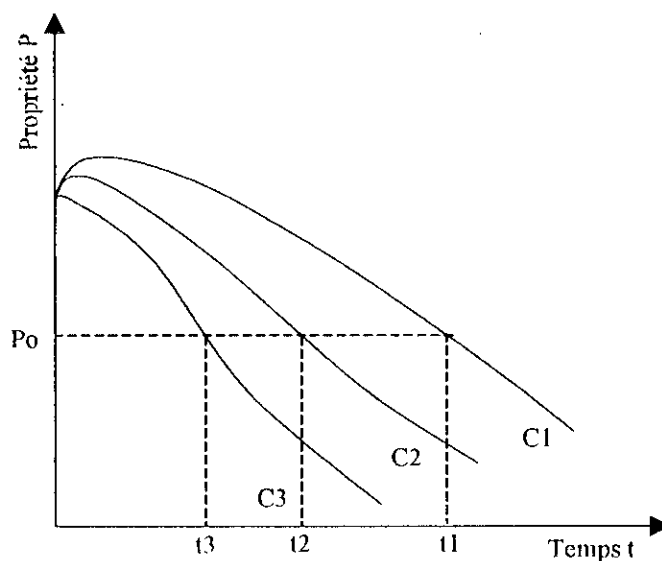


Figure I.4 Variation de la propriété  $P$  en fonction du temps de vieillissement pour différentes valeurs de  $C$

### I.3.3.2 Durée de vie

En 1913, C. P. Steinmetz et B. G. Lamme publient une étude sur le vieillissement des isolations électriques. A partir de 1921, Montsinger pratique des essais de vieillissement sur des échantillons de papier imprégné d'huile minérale qui le conduisent à formuler en 1930 une loi empirique exprimant la réduction de leur durée de vie pour un accroissement de  $8^{\circ}\text{C}$  de la température [23,35].

En 1948, T.W. Dakin est l'un des premiers à formuler une expression de la durée de vie des isolants soumis à la contrainte thermique qui est fondée sur la cinétique des réactions chimiques représentant les phénomènes élémentaires prédominants de la dégradation. La vitesse de la réaction chimique représentant le phénomène de dégradation des polymères varie avec la température de vieillissement  $T$ . Selon la loi d'Arrhénius, cette vitesse est donnée par la relation suivante [25]:

$$V = V_0 \exp(-E/RT) \quad (I.20)$$

Avec:

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

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

$V_0$ : constante.

$T$ : température absolue, en K.

La dégradation est d'autant plus rapide que la température est élevée. La durée de vie est le temps nécessaire pour qu'une propriété techniquement importante atteigne une valeur limite telle que le matériel puisse encore fonctionner de façon satisfaisante [36]. La durée de vie  $t$  d'un matériau isolant solide en fonction de la température de vieillissement est donnée par une relation du type Arrhénius [37].

$$\ln t = A + \frac{E}{RT} \quad (I.21)$$

Avec:

$A$ : constante caractéristique du matériau.

$R$ : constante des gaz parfaits.

$T$ : température absolue en K.

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

D'autres auteurs [38] ont proposé une relation analogue à I.21

$$t = C \exp^{-B/T} \quad (I.22)$$

Avec:

$C, B$ : constantes caractéristiques du matériau.

$T$ : température absolue en K.

La caractéristique  $\ln t$  en fonction de  $(1/T)$  est généralement une droite qui, dans certains cas, peut avoir une cassure [39]. D'une manière générale, on peut admettre pour le matériel des durées de vie de 25 à 30 ans pour une utilisation annuelle de 2000 à 7500 h environ. Pour du matériel plus petit, des durées de vie de 20000 à 100000 h sont probablement plus réalistes [40].

## *Chapitre II Techniques expérimentales*

---

**D**ANS notre étude, nous nous sommes intéressés aux essais sur câbles portant sur l'influence du vieillissement thermique continu sur les propriétés diélectriques et mécaniques du Polyéthylène Réticulé chimiquement (P.R.C). Nous avons mesuré la tension seuil d'apparition des décharges partielles  $U_{sdp}$ , le facteur de pertes diélectriques  $tg\delta$ , la permittivité relative  $\epsilon_r$ , l'allongement à la rupture et la résistance à la traction.

### **II.1 Présentation du câble**

Nos essais ont porté sur des échantillons de câbles moyenne tension (18/30kV), isolés au Polyéthylène Réticulé Chimiquement (P.R.C), fournis par l'Entreprise des Industries des Câbles (EN.I.CA.B) de Biskra. Ce câble présente les caractéristiques suivantes [41] :

- Câble à champ radial.
- Tension nominale : 30kV.
- Tension spécifiée : 18kV.
- Section de l'âme :  $120\text{mm}^2$  (en aluminium).
- Diamètre de l'âme : 12.7 mm.
- Nombre de brins : 35.
- Diamètre d'un brin : 2.15mm.
- Epaisseur de l'isolant : 8mm.
- Température assignée maximale de l'âme en service normal :  $90^\circ\text{C}$ .
- Température assignée maximale en régime de court-circuit :  $250^\circ\text{C}$ .
- Champ maximal à la surface de l'âme : 3.13 kV/mm.

Pour la mise en œuvre des câbles MT 18/30kV isolés au PRC, L'EN.I.C.A.B utilise le PEbd 4201 Union carbide (USA), sous forme de granulés contenant du peroxyde et d'antioxydant. La réticulation par voie chimique sous gaz inerte chauffé utilisée à Biskra, s'effectue dans un tube rempli du gaz d'azote porté à une température de l'ordre de 300°C sous une pression de 10 bars. Le refroidissement se fait dans un autre tube rempli d'eau également sous une pression de 10 bars.

### II.1.1 Constituants du câble

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

- 1-Ame conductrice en aluminium.
- 2-Ecran semi-conducteur interne extrudé sur âme.
- 3-Enveloppe isolante en PRC
- 4-Ecran semi-conducteur externe extrudé sur isolant.
- 5-Ecran métallique en cuivre.
- 6-Gaine de protection en PVC.

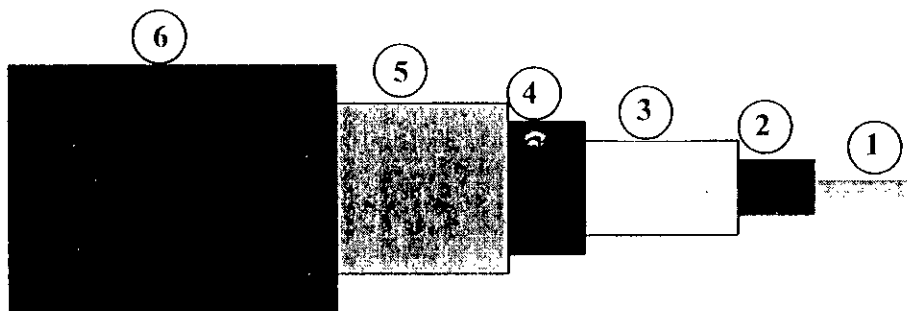


Figure II.1 Schéma du câble 18/30kV isolé au P.R.C

### II.1.2 Propriétés du compound

Les propriétés du matériau (PEbd) constituant l'isolant du câble sont [42] :

- a) Enveloppe isolante : HFDE 4201 EC (Extra Clean).
  - Permittivité relative : 2.30.
  - Facteur de pertes diélectriques à 60 Hz :  $3 \times 10^{-4}$
  - Résistance volumique en courant continu à 23°C  $> 10^{15} \Omega \text{cm}$ .
  - Densité à 23°C :  $0.92 \text{g/cm}^3$ .
  - Résistance à la rupture en traction :  $180 \text{kg/cm}^2$ .
  - Allongement à la rupture : 500%.
  - Degré de réticulation, extraction à la décaline : 12%.
  - Température de fragilité : 90°C.



b) Ecran semi-conducteur : HFDA 0611 BLCK55

- Densité : 1.13.

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

## II.2 Dispositifs expérimentaux

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

### II.2.1 Description du circuit de chauffage

Quatre (4) échantillons de câbles moyenne tension 18/30 kV isolés au PRC d'une longueur de 12 m ont été vieillis thermiquement (à l'abri de l'oxygène) pendant 2000 heures à quatre (4) températures de vieillissement différentes : 80°C, 100°C, 120°C et 140°C (un échantillon par température). Le chauffage se fait par circulation d'un courant induit dans l'âme conductrice jusqu'à ce que la température du câble atteigne la température de consigne de vieillissement. Ce chauffage est réalisé au moyen d'un transformateur de type ET 250FL 250kVA, qui alimente deux spires en court-circuit, l'une formée par l'échantillon de mesure et l'autre par l'échantillon témoin. Les deux échantillons sont identiques et par conséquent portés à la même température. L'échantillon témoin sert à prélever la température de vieillissement au moyen d'un thermocouple relié à un régulateur de température. Le chauffage est interrompu toutes les 200 heures pour effectuer la mesure de la tension seuil d'apparition des décharges partielles, du facteur de dissipation diélectrique  $\text{tg}\delta$  et de la permittivité relative  $\epsilon_r$ . Les essais mécaniques ont été faits avant et après vieillissement.

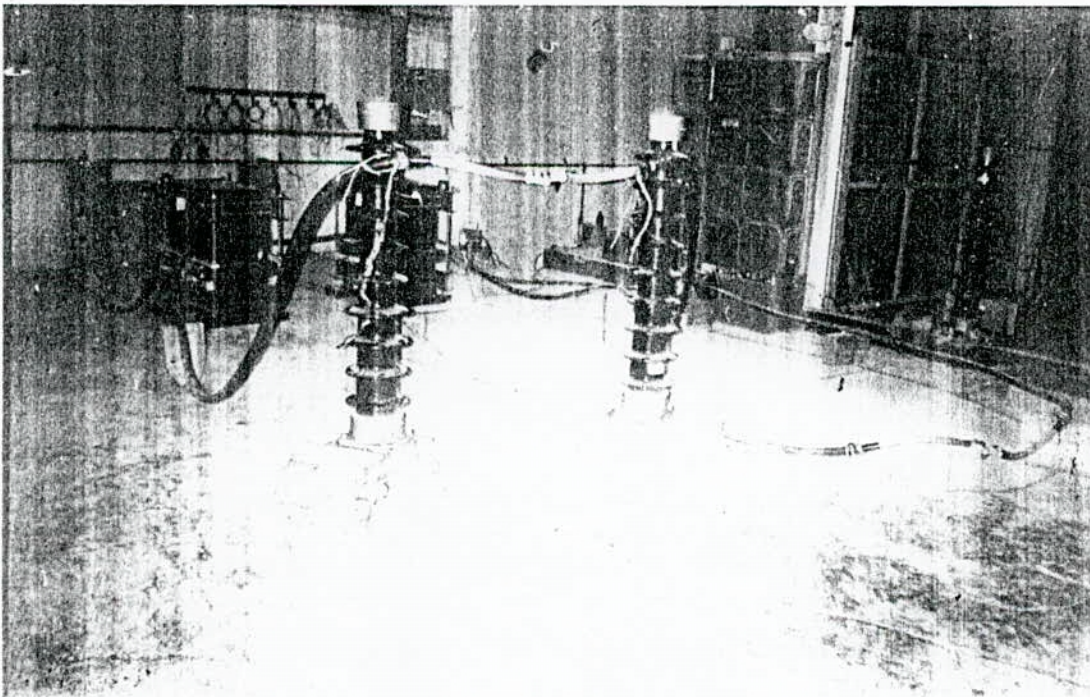
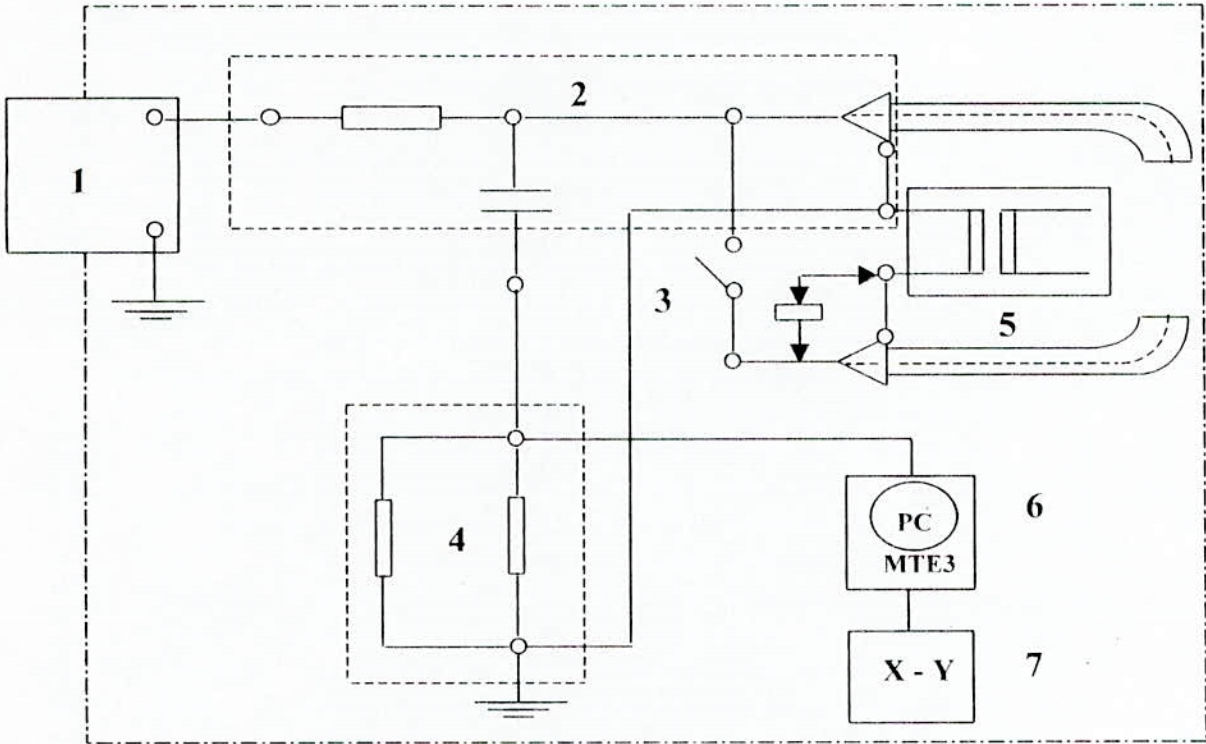


Figure II.2 Vue d'ensemble du circuit de chauffage



## II.2.2 Mesure de la tension seuil d'apparition des décharges partielles

Le système de mesure des décharges partielles est représenté par le schéma de la figure II.3. Il est composé essentiellement de :



- 1 Circuit haute tension
- 2 Condensateur de couplage
- 3 Interrupteur de court-circuit
- 4 Impédance de mesure

- 5 Boîtes d'extrémités où on introduit le câble
- 6 Détecteur d'impulsions de décharges
- 7 Oscilloscope à deux voies

Figure II.3 Schéma de principe pour la mesure des décharges partielles.

Tout ces équipements sont à l'intérieur d'une cabine blindée correspondant à une cage de Faraday. Les essais de décharges partielles ont été faits en augmentant la tension alternative 50Hz progressivement à partir d'une valeur inférieure jusqu'à l'apparition des décharges partielles ayant une charge apparente de 1pC. Les impulsions de courant dues aux décharges partielles engendrent un signal aux bornes de l'impédance de mesure. Ce signal comme visualisé sur un oscilloscope à deux voies représente un train d'impulsions de décharges. On relève la tension seuil  $U_{sdp}$  d'apparition des décharges partielles (D.P) à la température ambiante (20°C) toutes les 200 heures de vieillissement. L'ensemble des équipements de mesure des décharges partielles est donné à la figure II.4.



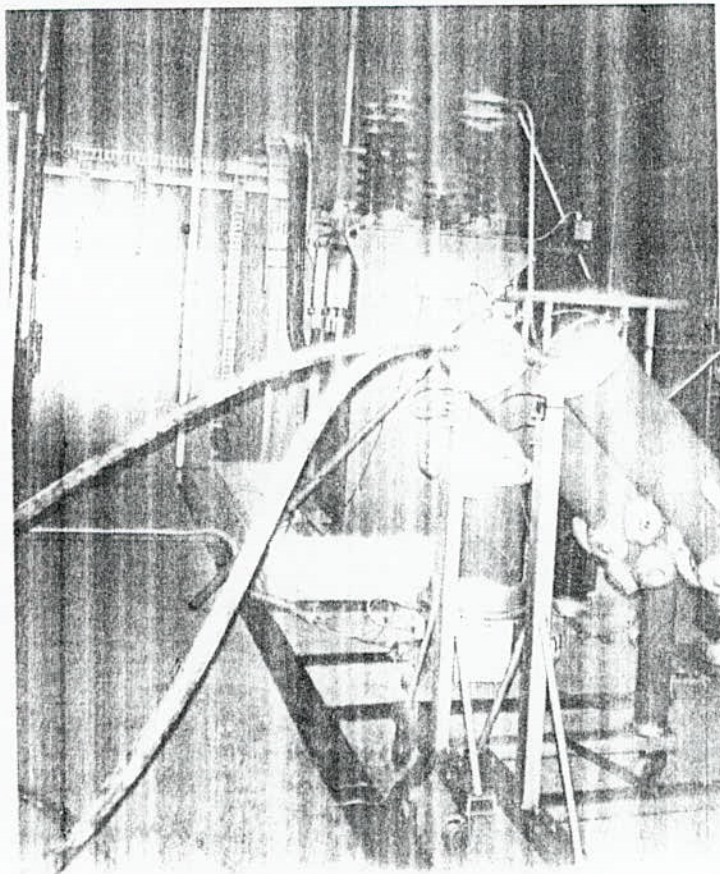
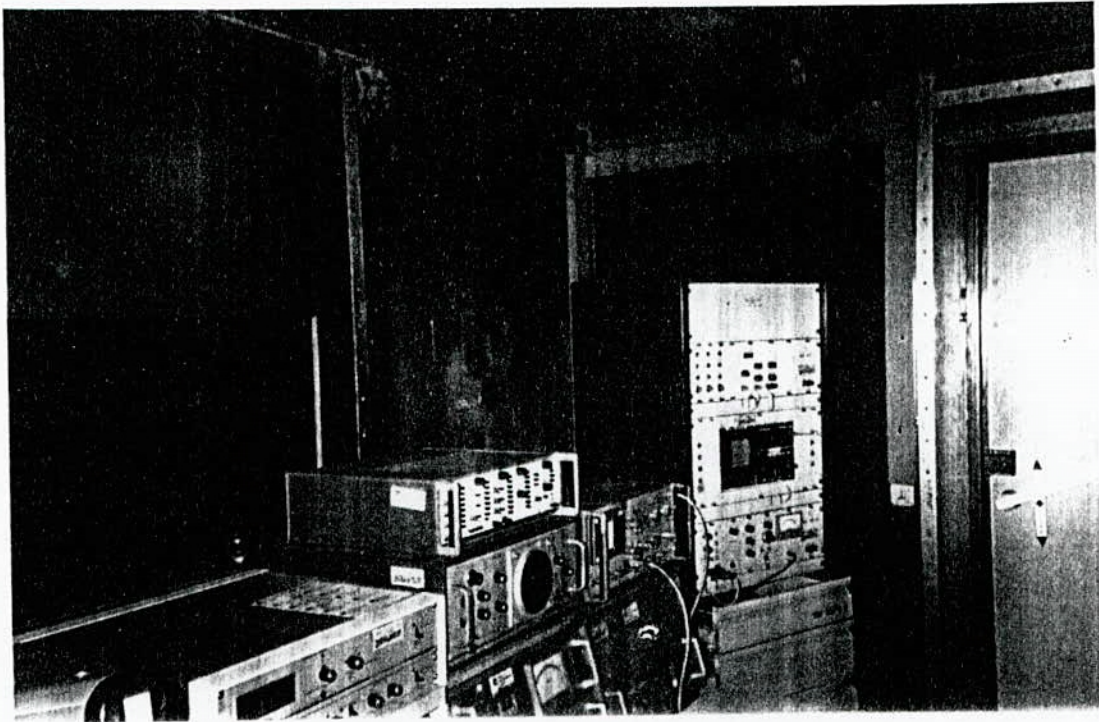
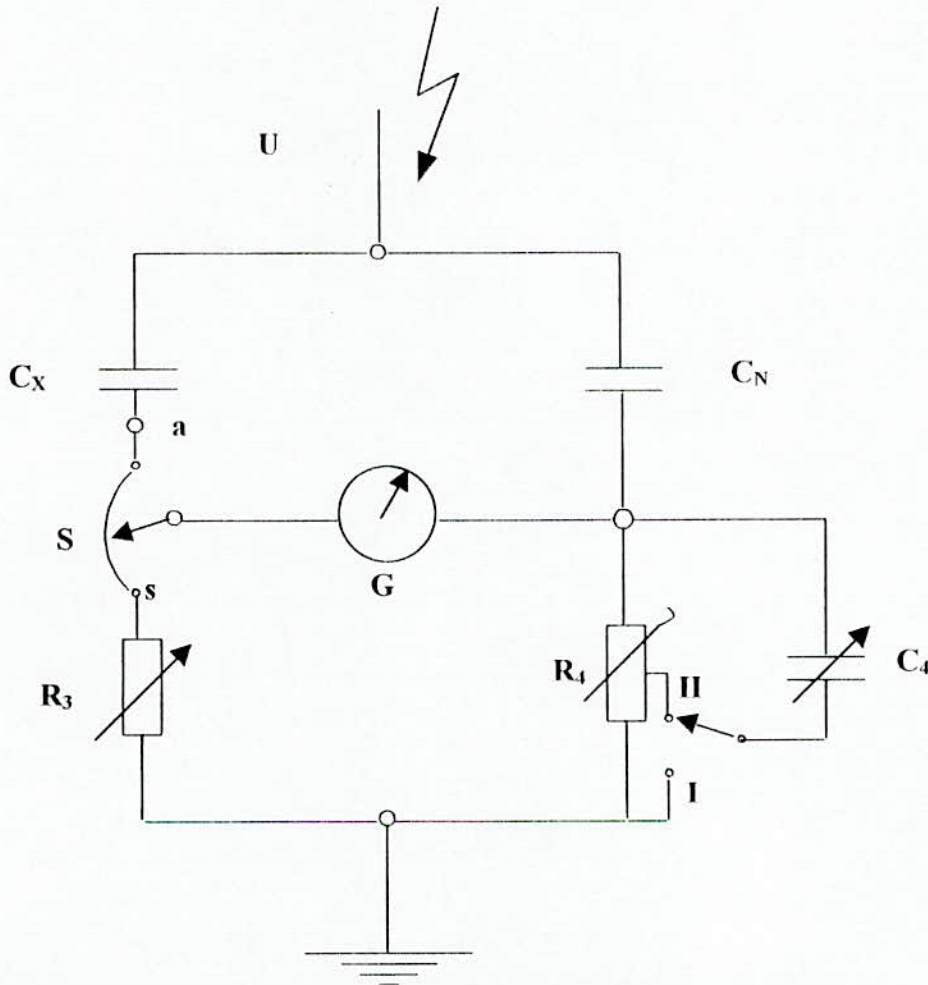


Figure II.4 Vue d'ensemble des équipements de mesure de D.P (Cage de Faraday).

### II.2.3 Mesure du facteur de pertes diélectriques et de la permittivité relative

Pour la mesure du facteur de pertes diélectriques et de la permittivité relative, nous avons utilisé un pont de Schering TETEX AG de type 5512 MO [43] dont le schéma de principe est représenté à la figure II.5. En réalité, nous avons mesuré la capacité du câble, et la valeur de la permittivité relative  $\epsilon_r$  a été calculée en effectuant le rapport  $C_x/C_0$ ; capacité du câble mesurée à l'aide du pont de Schering par la capacité du câble sans le diélectrique calculée (voir Annexe A1). L'ensemble de dispositif de mesure de  $\text{tg}\delta$  et  $\epsilon_r$  est donné à la figure II.6.



- $C_x$  : Capacité du câble à mesurer [pF]
- $C_N$  : Capacité étalon [pF],  $C_N = 100\text{pF}$
- $C_4$  : Capacité variable [pF]
- $R_3 + S$  : Résistances variables à décades [ $\Omega$ ]
- $R_4 = 10^4/\pi$  [ $\Omega$ ]
- $\text{tg}\delta = R_4 C_4 \omega$
- $G$  : Indicateur de zéro

Figure II.5 Schéma de principe de pont de Schering TETEX AG.



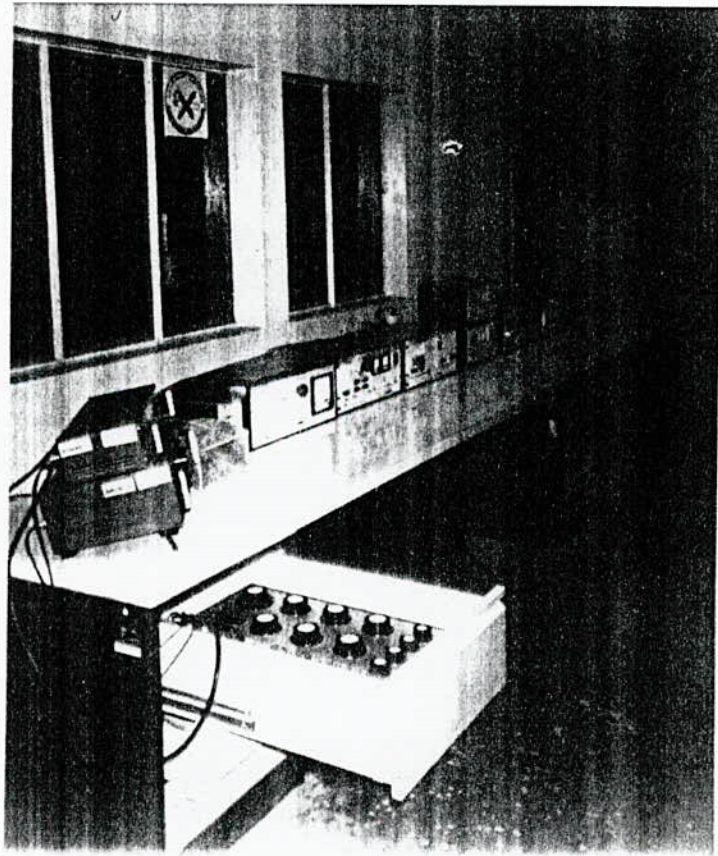
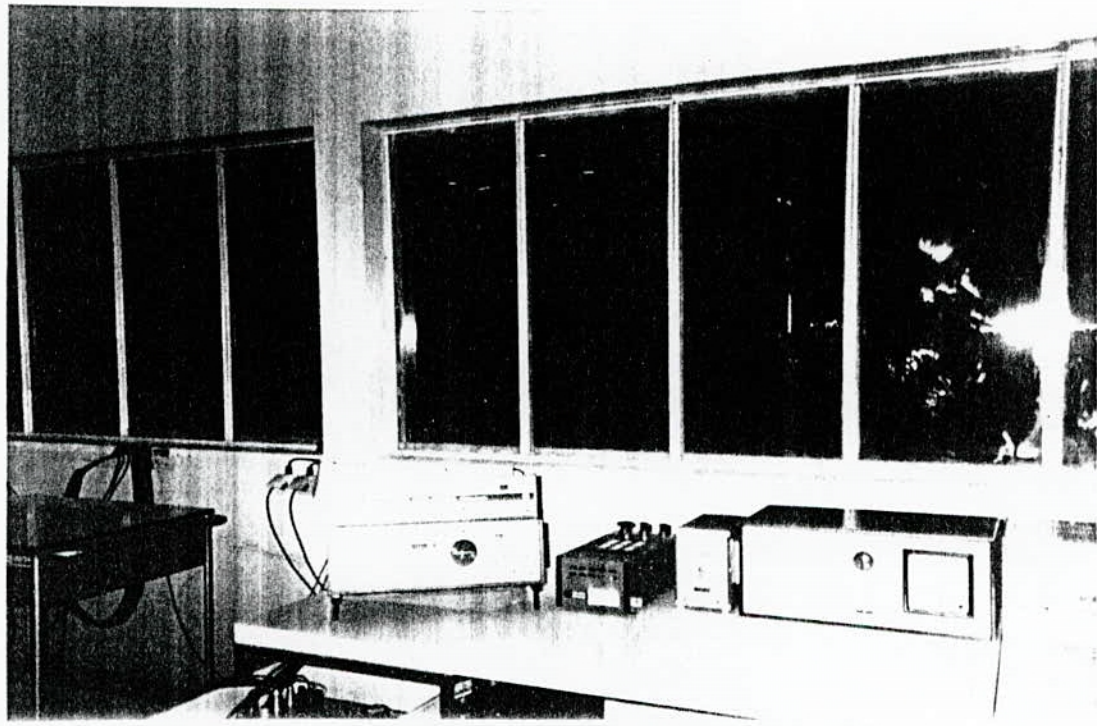


Figure II.6 Vue d'ensemble du dispositif de mesure de  $tg\delta$  et  $\epsilon_r$ .



### II.2.4 Mesure de l'allongement à la rupture et de la résistance à la traction

Pour la mesure de l'allongement à la rupture et de la résistance à la traction, nous avons fait un prélèvement de 5 éprouvettes en forme d'haltère de dimensions normalisées (figure II.7) de chaque câble vieilli et d'un câble non vieilli. Ces éprouvettes ont été prélevées au moyen d'un étau limeur à des endroits différents de l'échantillon et à une même profondeur (5<sup>ème</sup> couche Proche de l'âme conductrice) selon les recommandations de la CEI 540 [44]. Pour cela nous avons découpé le câbles en 12 tronçons de 1m et après avoir éliminé les tronçons d'extrémités, seuls les tronçons pairs ont été sélectionnés, et de chaque tronçon de 1m nous avons prélevé une éprouvette.

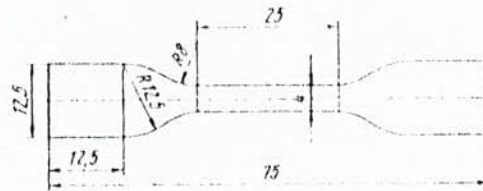


Figure II.7 Eprouvette en forme d'Haltère.

Avant chaque essai de traction, nous avons mesuré la section droite de l'éprouvette à essayer (1 à 1.2 mm). En suite cette dernière a été soumise à l'essai qui consiste à la rompre par traction au moyen d'un dynamomètre (figure II.8). On mesure simultanément l'allongement à la rupture et la charge à la traction sur une même éprouvette. L'allongement à la rupture exprimé en pourcentage est mesuré entre deux repères fixés avant l'étirement à une longueur normalisée (20mm). La résistance à la traction ( $N/mm^2$ ) est obtenue en faisant le rapport de la charge à la rupture par la section droite de l'éprouvette.

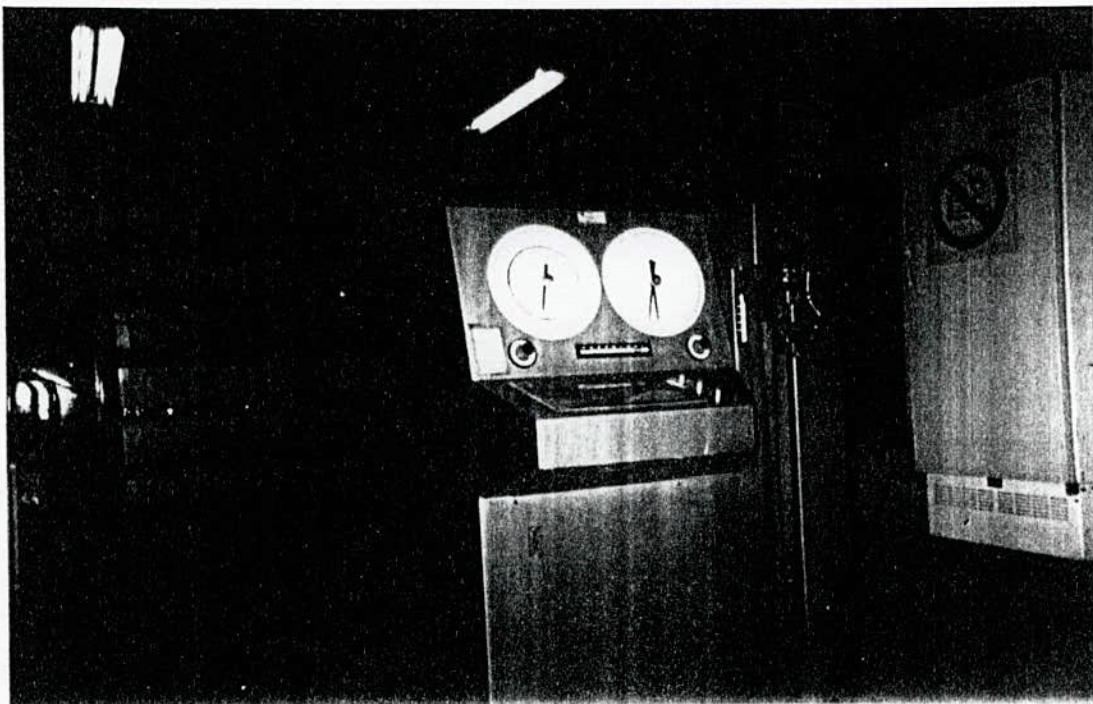


Figure II.8 Dispositif utilisé pour les essais mécaniques

## *Chapitre III Résultats et discussion*

---

**N**OUS présentons dans cette partie les résultats expérimentaux obtenus lors des essais de vieillissement thermique du Polyéthylène Réticulé Chimiquement (P.R.C). Les résultats portent sur l'évolution des propriétés diélectriques (facteur de pertes diélectriques  $\text{tg}\delta$ , permittivité relative  $\epsilon_r$  et tension seuil d'apparition des décharges partielles  $U_{\text{sdp}}$ ) en fonction du temps et de la température de vieillissement, et sur les propriétés mécaniques avant et après vieillissement. Nous tentons aussi d'interpréter et d'analyser ces résultats en se référant aux théories fondamentales de la physique et aux travaux antérieurs.

### **III.1 INFLUENCE DU VIEILLISSEMENT THERMIQUE SUR LES PROPRIETES DIELECTIQUES DU PRC**

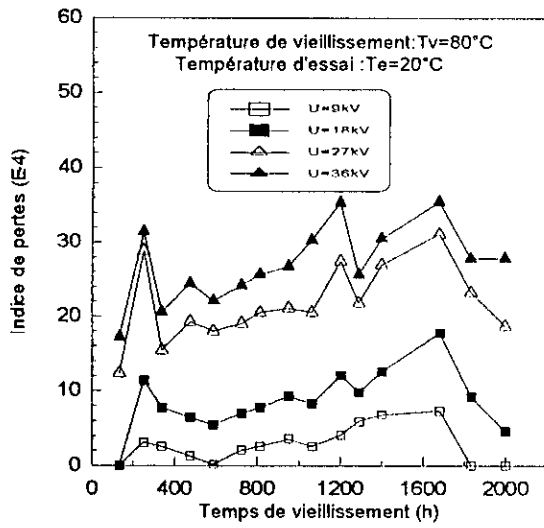
#### **III.1.1 Indice de pertes diélectriques en fonction du temps de vieillissement**

Nous avons étudié l'évolution de l'indice de pertes diélectriques ( $\epsilon_r \text{tg}\delta$ ) en fonction du temps d'exposition à la chaleur pour différentes températures de vieillissement choisies conformément aux recommandations de la C.E.I 216-1 [45]. Pour chaque température de vieillissement, les mesures ont été effectuées à quatre températures d'essais : 20°C, 80°C, 100°C, et 120°C et pour différents niveaux de tension d'essais :  $0.5U_0$ ,  $1U_0$ ,  $1.5U_0$  et  $2U_0$  (9kV, 18kV, 27kV, et 36kV). Les résultats obtenus sont présentés par température de vieillissement et par température d'essai pour les différents paliers de tension (figures III.1.a,b,c,d ; à III.4.a,b,c,d). la tension d'essai appliquée entre l'âme conductrice et l'écran métallique du câble est une tension alternative de fréquence industrielle 50Hz.

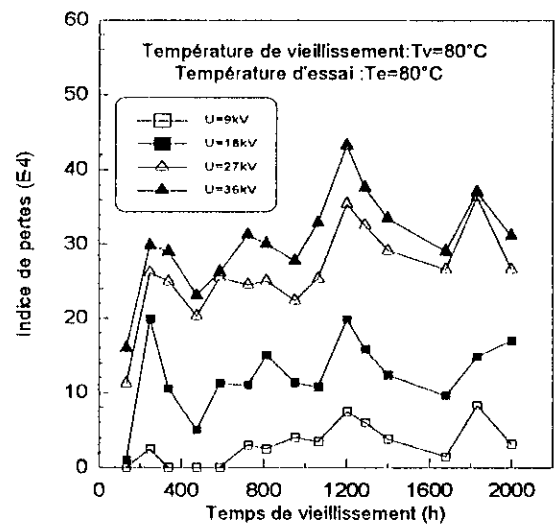
Pour une température de vieillissement donnée, l'indice de pertes diélectriques présente des variations en fonction du temps de vieillissement, suivies parfois des pics, dus à

des mouvements ( rotations, vibrations, translations) de segments plus au moins longs de chaînes principales ou latérales [46]. En fonction de la température d'essai, l'indice de pertes diélectriques augmente. Cette augmentation est attribuée aux faits qu'aux températures élevées, les segments de chaînes macromoléculaires sont plus mouvementés qu'aux basses températures [35]. Concernant l'influence de la tension d'essai, l'indice de pertes diélectriques est d'autant plus élevé que la valeur de la tension est élevée. Cette élévation est expliquée par l'énergie dissipée par les décharges partielles [23]. Pour ce qui est de la température de vieillissement, son influence sur la valeur de l'indice de pertes diélectriques est importante. Ce dernier augmente avec la température de vieillissement. Ceci peut s'expliquer par la diminution de la viscosité du polymère qui a comme conséquence une grande mobilité des porteurs de charges (augmentation du facteur de pertes diélectriques) [35].

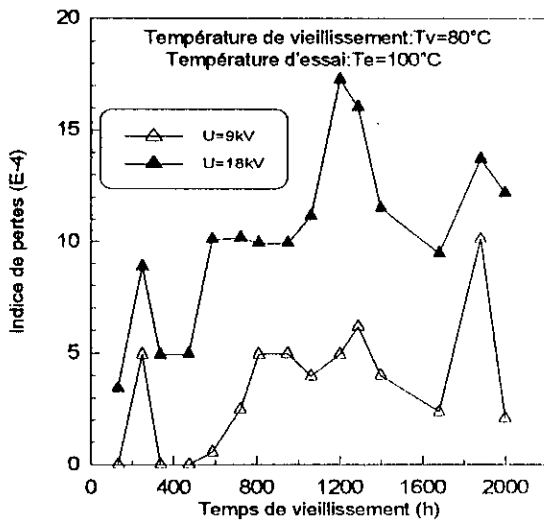




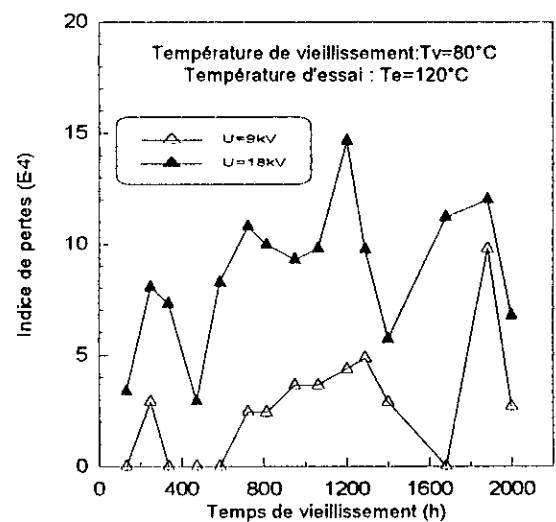
(a)



(b)

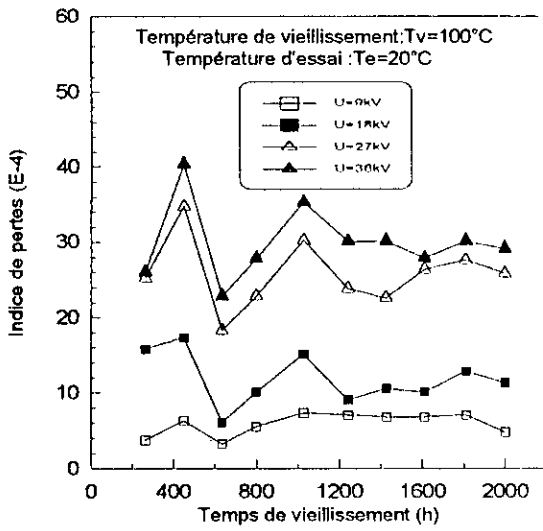


(c)

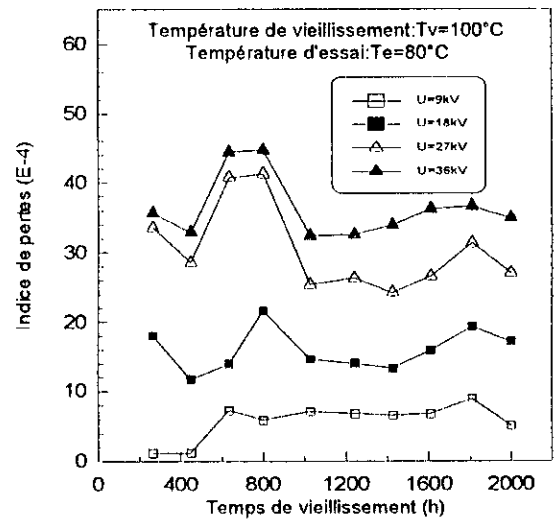


(d)

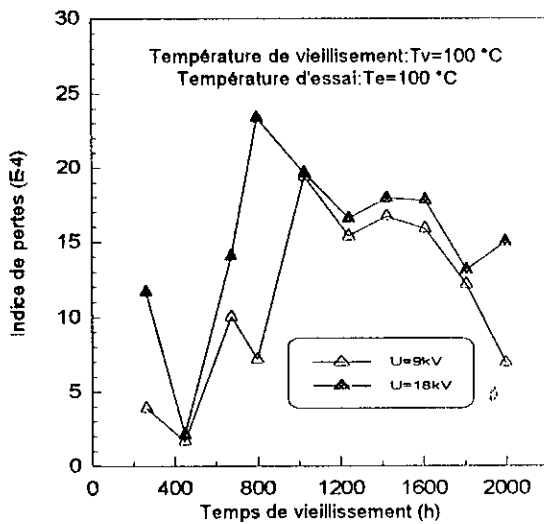
Figure III.1 Variation de l'indice de pertes en fonction du temps de vieillissement à la température  $80^\circ\text{C}$



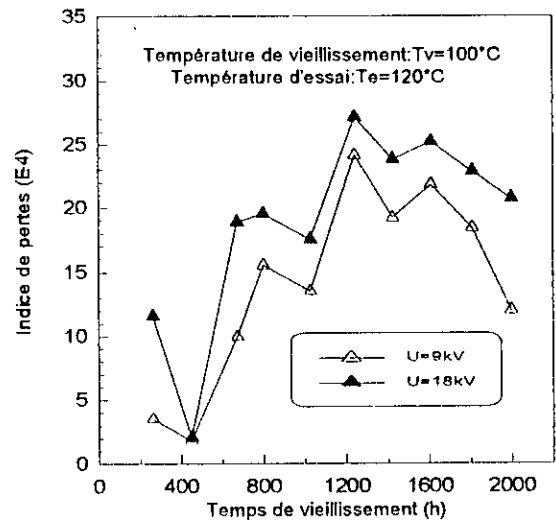
(a)



(b)

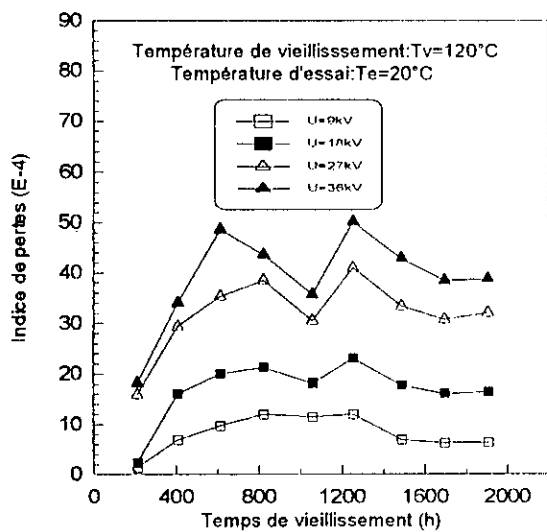


(c)

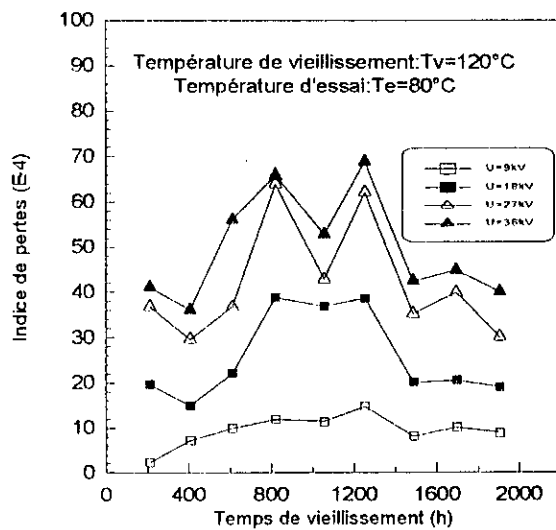


(d)

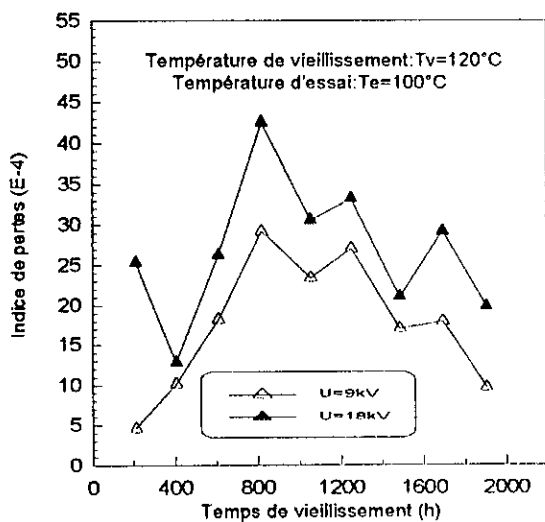
Figure III.2 Variation de l'indice de pertes en fonction du temps de vieillissement à la température  $100^\circ\text{C}$ .



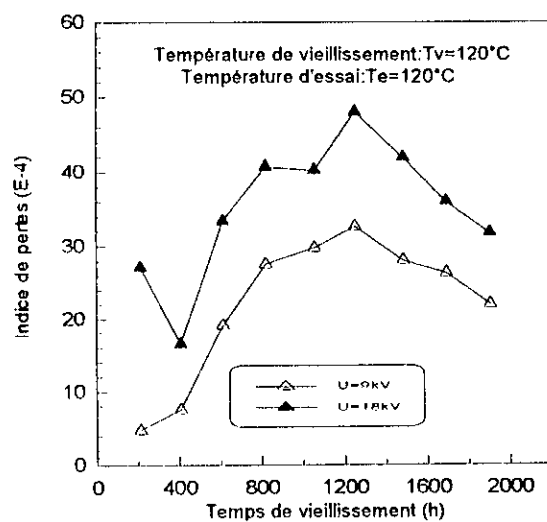
(a)



(b)

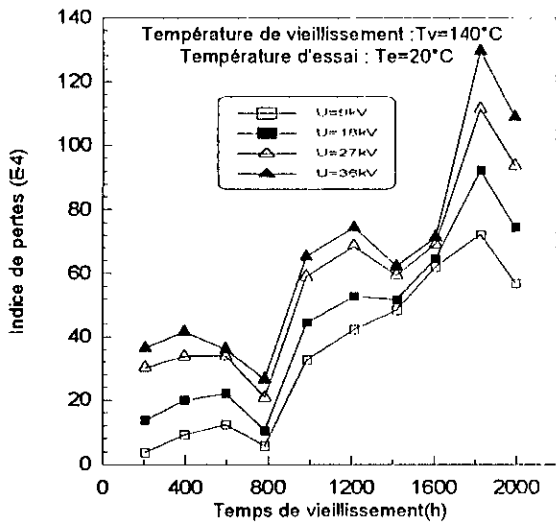


(c)

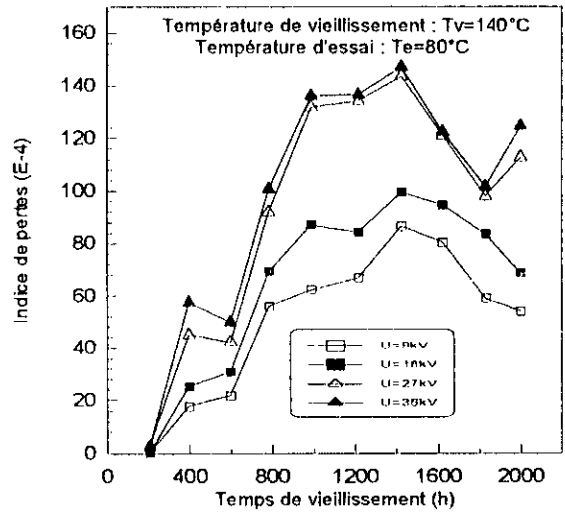


(d)

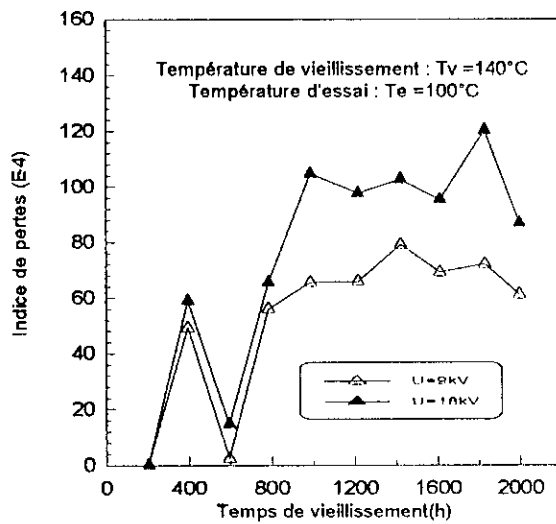
Figure III.3 Variation de l'indice de pertes en fonction du temps de vieillissement à la température  $120^\circ\text{C}$ .



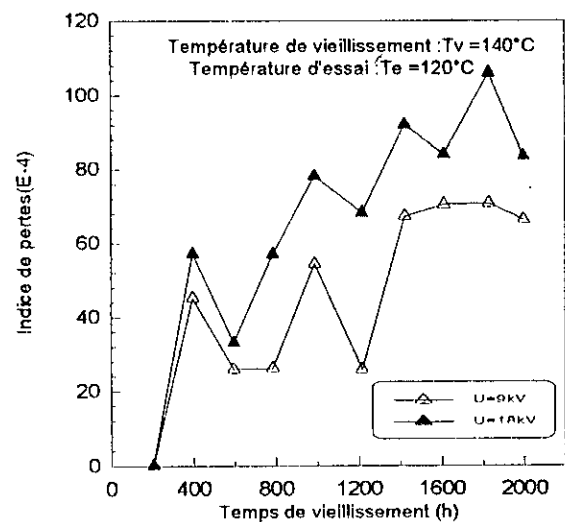
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure III.4 Variation de l'indice de pertes en fonction du temps de vieillissement à la température  $140^\circ\text{C}$

### III.1.2 Variation du facteur de pertes diélectriques en fonction de la tension

Nous avons mesuré le facteur de pertes diélectriques en fonction de la tension, avant et après vieillissement à quatre températures d'essais (20°C, 80°C, 100°C et 120°C). Avant vieillissement pour les quatre températures d'essais, le facteur de pertes diélectriques augmente en fonction de la tension (figure III.5). Cette augmentation est attribuée à l'énergie dissipée par les décharges partielles [23] et est perceptible à partir d'un niveau de tension de 15 kV. Ce dernier représenterait le seuil d'ionisation dans le matériau. Toutefois, le facteur de pertes diélectriques mesuré à la température ambiante à la tension de service  $U_0=18\text{kV}$  vaut ( $1,3 \cdot 10^{-4}$ ) et sa valeur entre  $0,5U_0$  et  $2U_0$  est ( $5,8 \cdot 10^{-4}$ ). Ces résultats sont conformes aux recommandations de la C.E.I 502 [47] (voir Annexe A2).

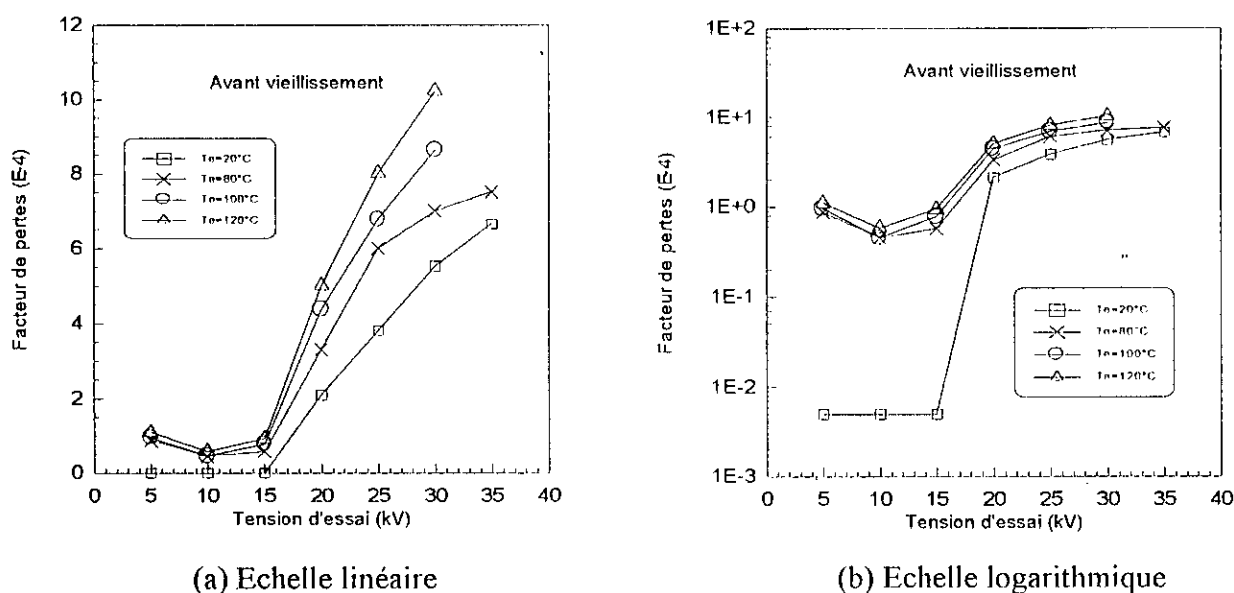
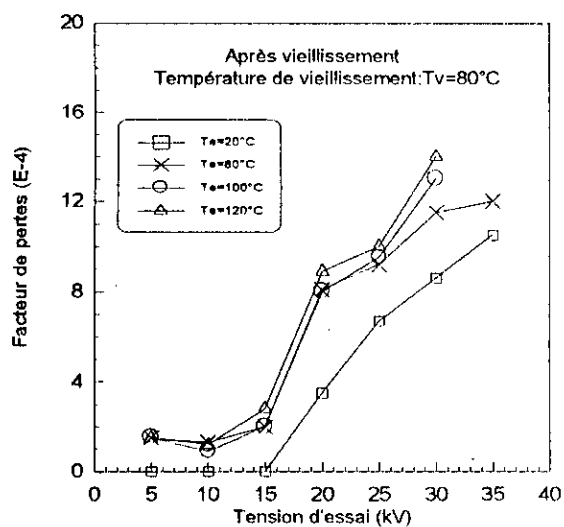
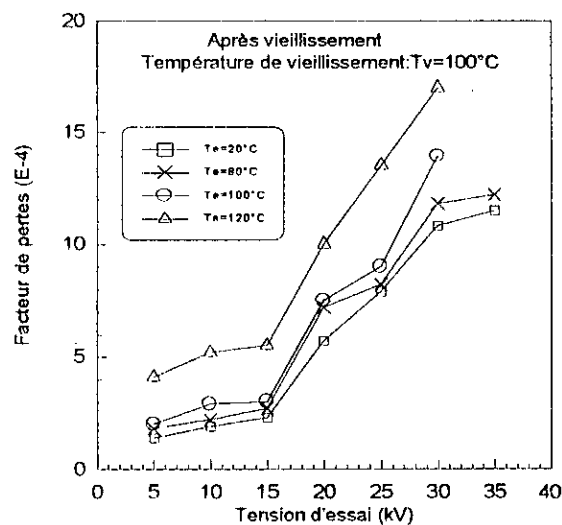


Figure III.5. Variation du facteur de pertes en fonction de la tension avant vieillissement.

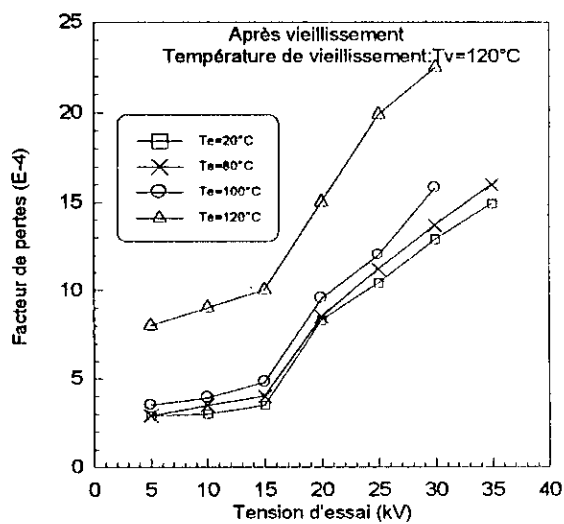
Les figures (III.6 et III.7) montrent respectivement, pour une échelle linéaire et une échelle logarithmique, la variation du facteur de pertes diélectriques  $\text{tg}\delta$  en fonction de la tension après vieillissement à quatre températures différentes. Après vieillissement, le facteur de pertes diélectriques varie d'une façon similaire à celle obtenue avant vieillissement (augmentation brusque à partir du niveau 15kV), avec cependant des amplitudes plus importantes après vieillissement. L'augmentation du facteur de pertes diélectriques après vieillissement pourrait être attribuée à la dégradation chimique et aux phénomènes d'ionisation accompagnant le vieillissement thermique du matériau isolant [23].



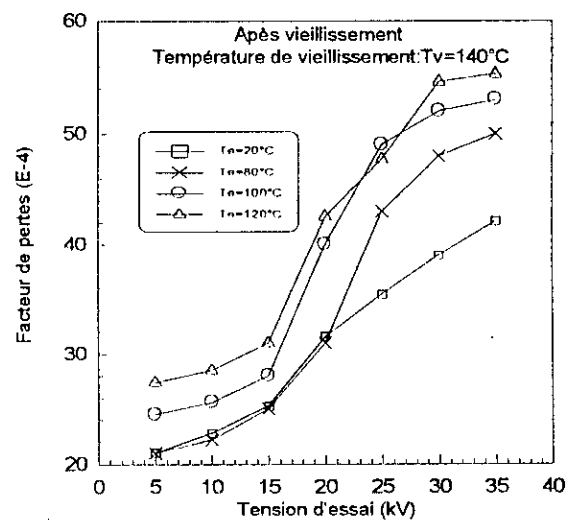
(a)



(b)

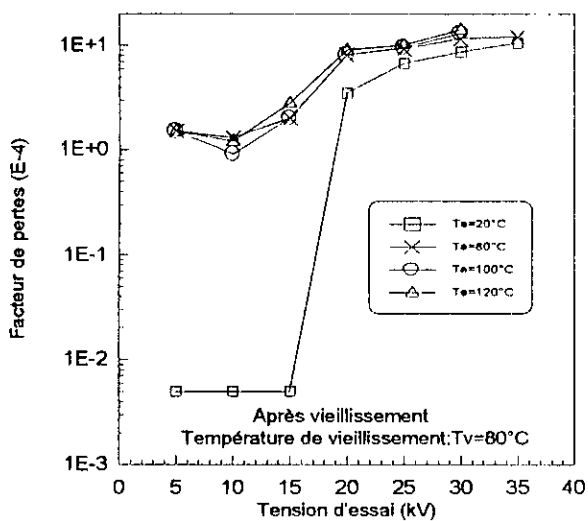


(c)

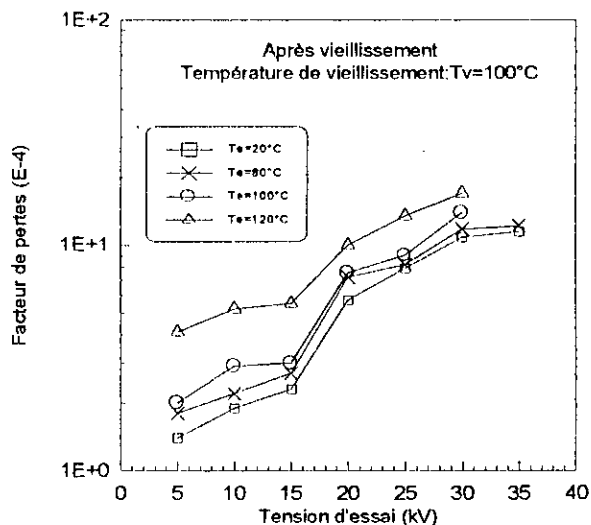


(d)

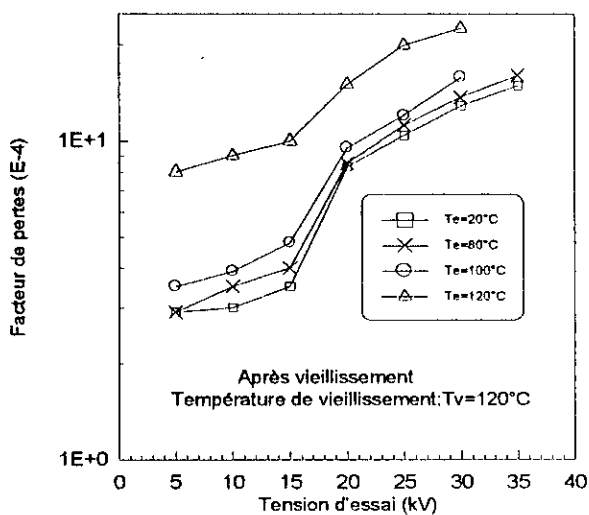
Figure III.6 Variation du facteur de pertes en fonction de la tension après vieillissement.  
(Echelle linéaire)



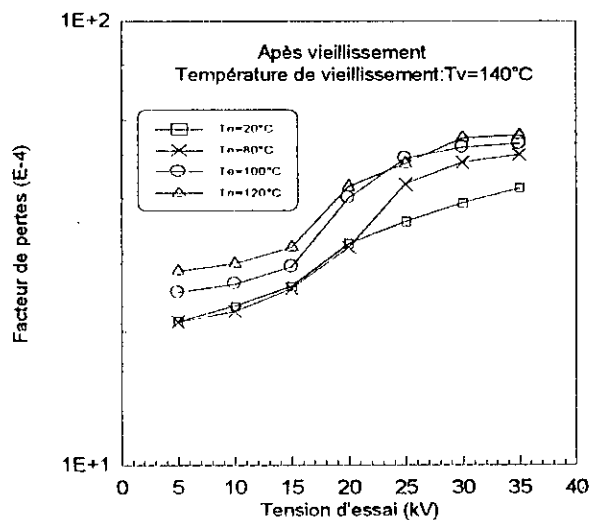
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure III.7 Variation du facteur de pertes en fonction de la tension après vieillissement. (Echelle logarithmique)

### III.1.3 Variation du facteur de pertes diélectriques en fonction de la température

Nous avons mesuré le facteur de pertes diélectriques du PRC en fonction de la température d'essai variant entre 20°C et 140°C, avant et après 2000 heures de vieillissement thermique pour les quatre températures de vieillissement. Les essais ont été effectués à la tension spécifiée  $U_0$  soit 18kV 50Hz.

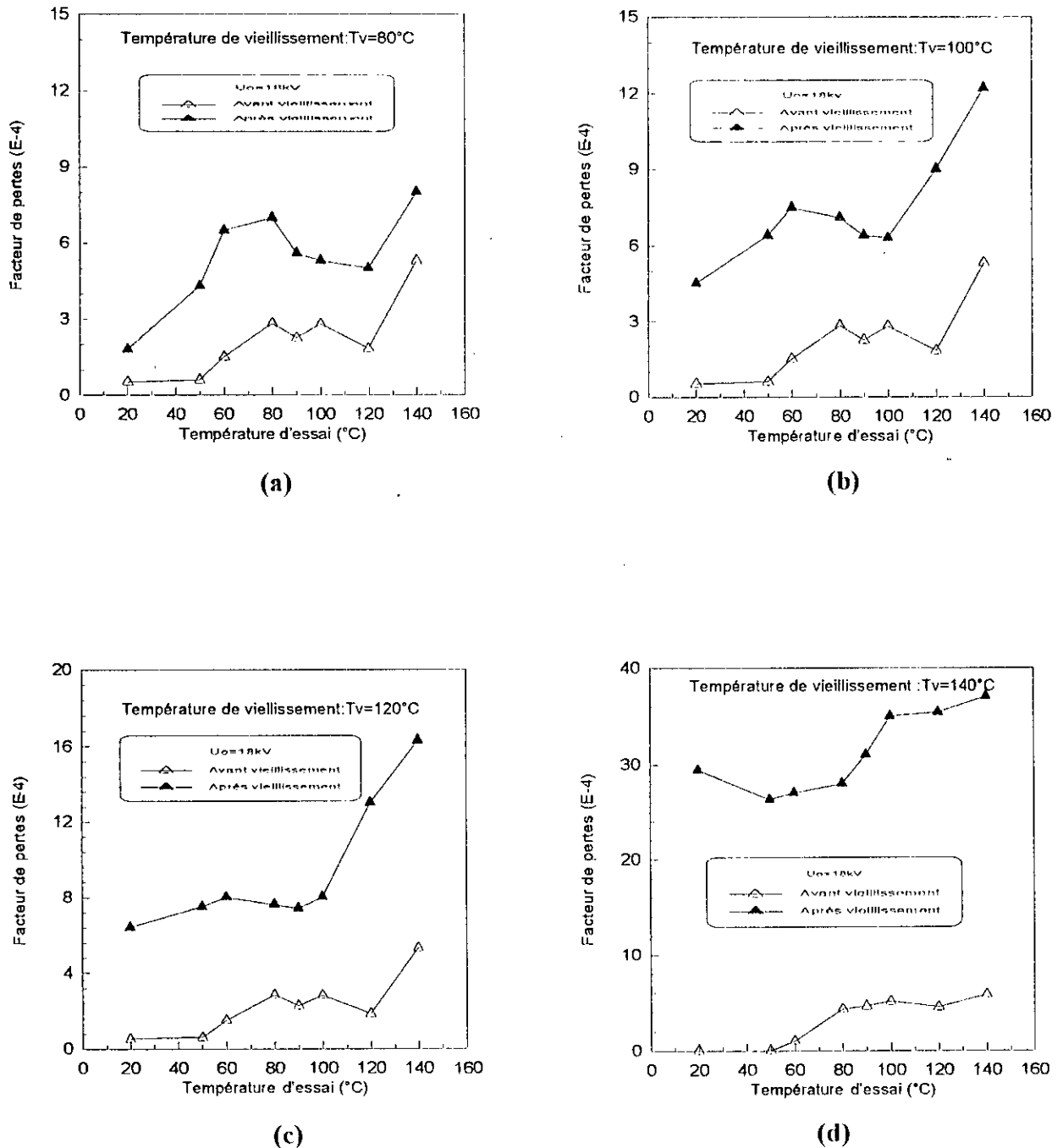


Figure III.8 Variation du facteur de pertes en fonction de la température avant et après vieillissement



Le facteur de pertes diélectriques augmente en fonction de la température de vieillissement, et sa valeur après vieillissement est supérieure à celle obtenue avant vieillissement (figures III.8.a,b,c,d). Ces résultats sont semblables à ceux obtenus par d'autres travaux [11,16]. L'augmentation du facteur de pertes diélectriques en fonction de la température est attribuée à la réduction de la viscosité du matériau causant ainsi une augmentation de la mobilité des porteurs de charges. Il est généralement admis que le facteur de pertes diélectriques représente la somme de différents types de pertes survenant dans le matériau diélectrique à savoir les pertes dues aux impuretés et aux dipôles associés à la morphologie du matériau [13].

### III.1.4 Permittivité relative en fonction du temps de vieillissement

La permittivité relative (constante diélectrique)  $\epsilon_r$  a été mesurée en même temps et dans les mêmes conditions que le facteur de pertes diélectriques. Pour chaque température de vieillissement et pour différentes températures d'essais, la permittivité relative varie peu en fonction du temps d'exposition à la chaleur (figures III.9.a,b,c,d ; III.12.a,b,c,d). Cette légère variation serait due à la variation du temps de relaxation  $\tau$  (temps moyen séparant deux chocs consécutifs subis par un dipôle) caractérisant l'oscillation des dipôles [17]. Le temps de relaxation dépend de la température et est donné par l'expression suivante [48] :

$$\tau = A \exp(\Delta H / RT)$$

Avec :

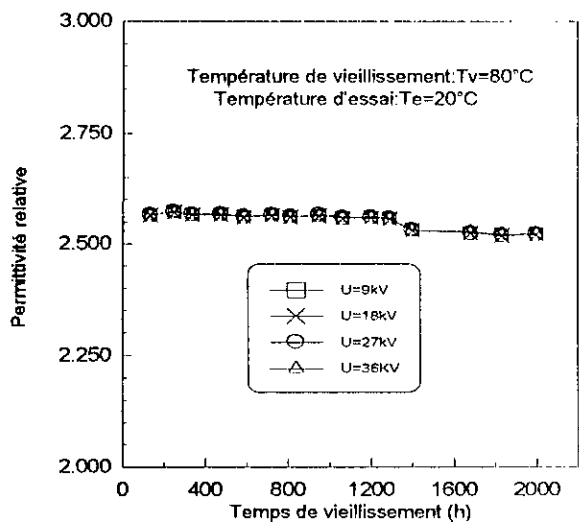
A : constante.

H : énergie caractérisant la bande d'absorption considérée en J/mole.

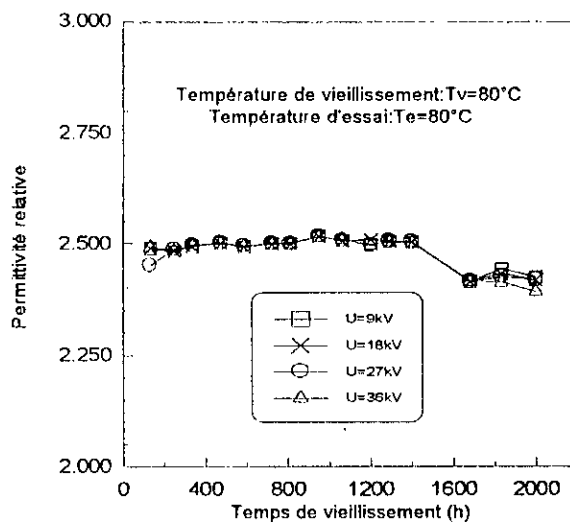
R : constante des gaz parfaits en J/mole K.

T : température absolue en K.

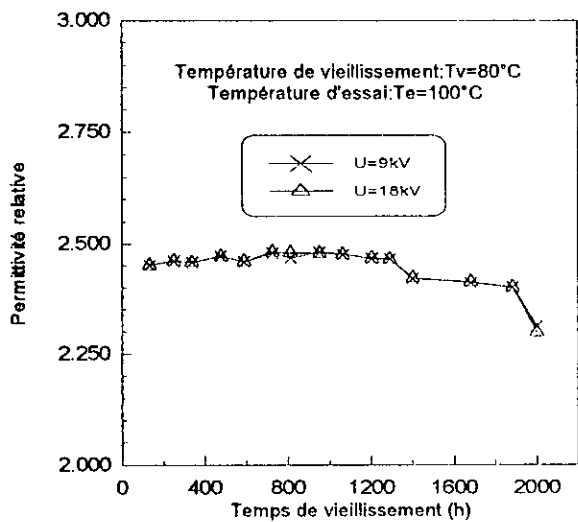
Pour une température de vieillissement donnée, nous avons obtenu une faible diminution de la permittivité relative en fonction de la température d'essai. Contrairement à l'effet de cette dernière, la tension d'essai n'a aucune influence sur la variation de la permittivité relative (figures III.13.a,b,c,d).



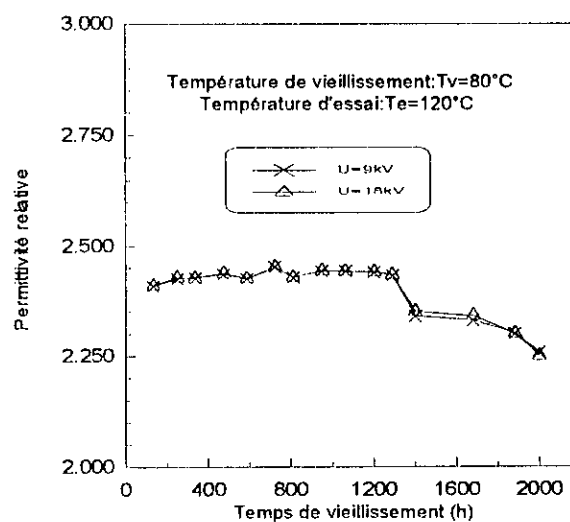
(a)



(b)

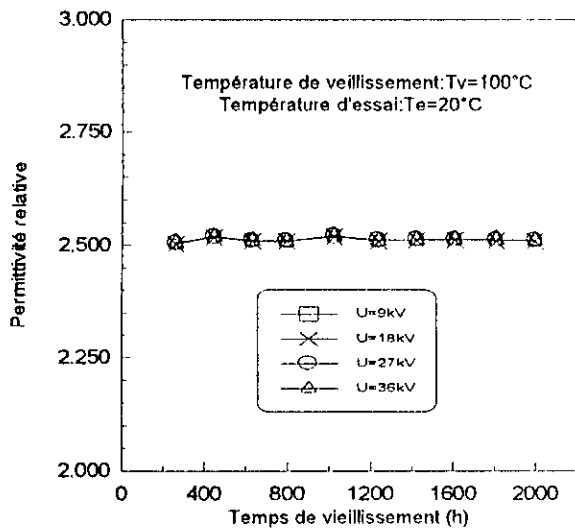


(c)

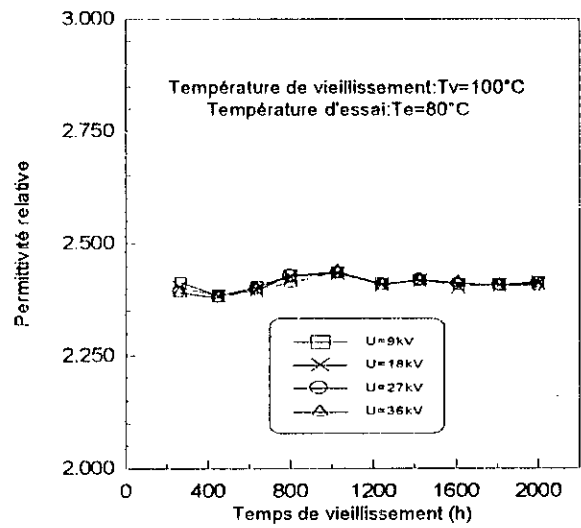


(d)

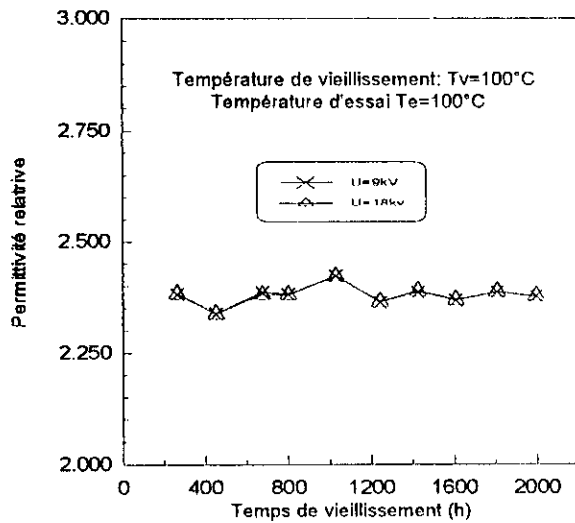
Figure III.9 Variation de la constante diélectrique en fonction du temps de vieillissement à la température  $80^\circ\text{C}$ .



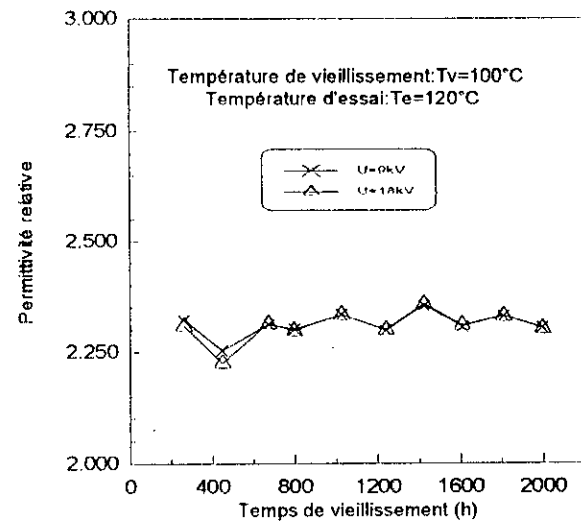
(a)



(b)

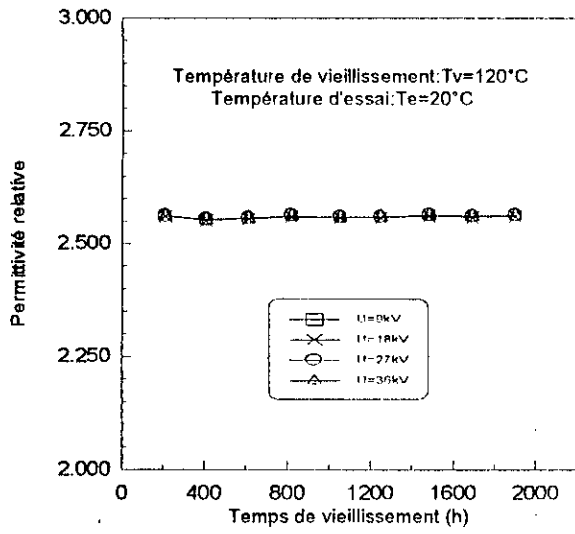


(c)

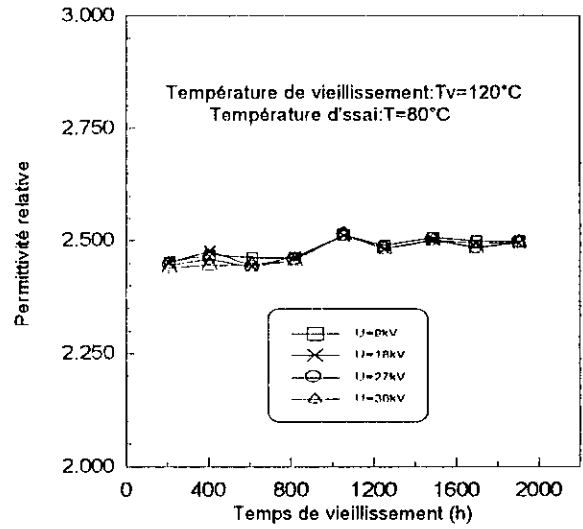


(d)

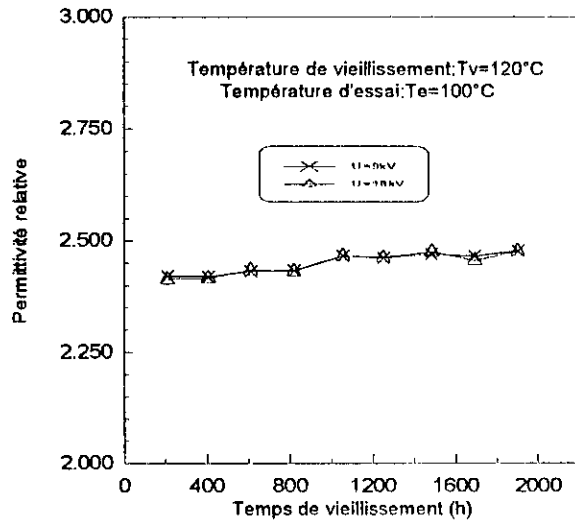
Figure III.10 Variation de la constante diélectrique en fonction du temps de vieillissement à la température  $100^\circ\text{C}$



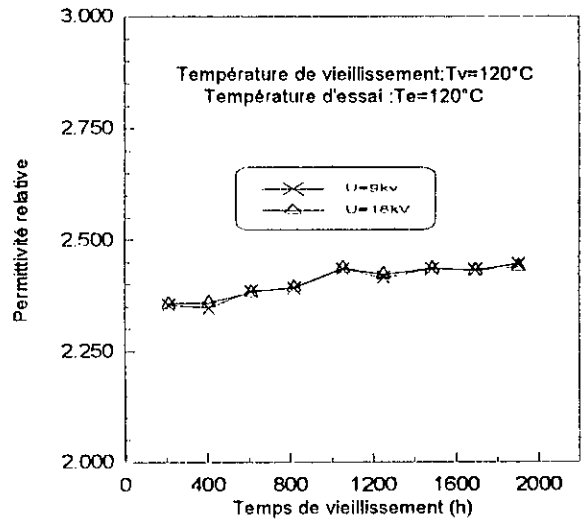
(a)



(b)

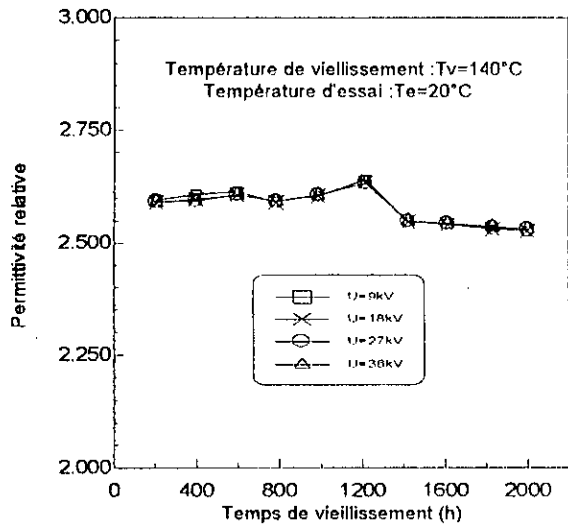


(c)

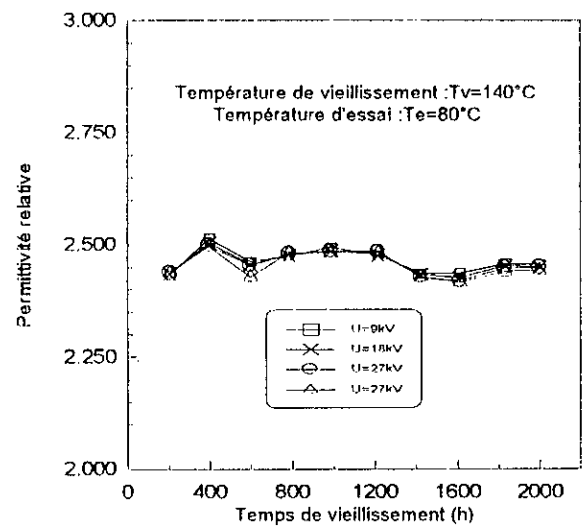


(d)

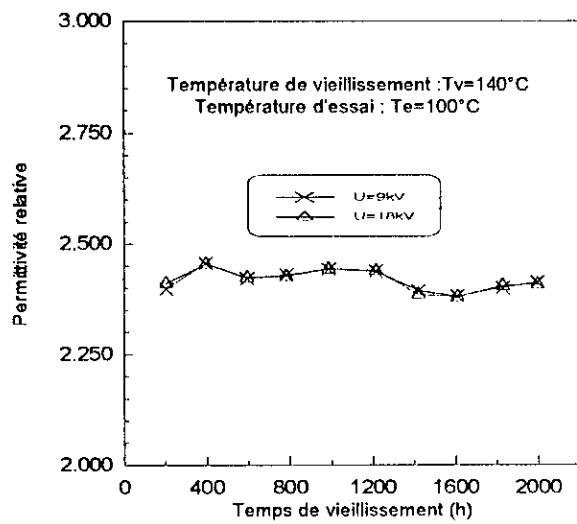
Figure III.11 Variation de la constante diélectrique en fonction du temps de vieillissement à la température  $120^\circ\text{C}$ .



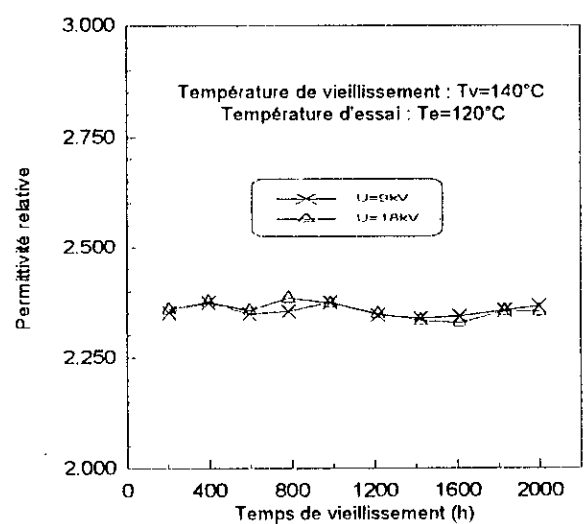
(a)



(b)

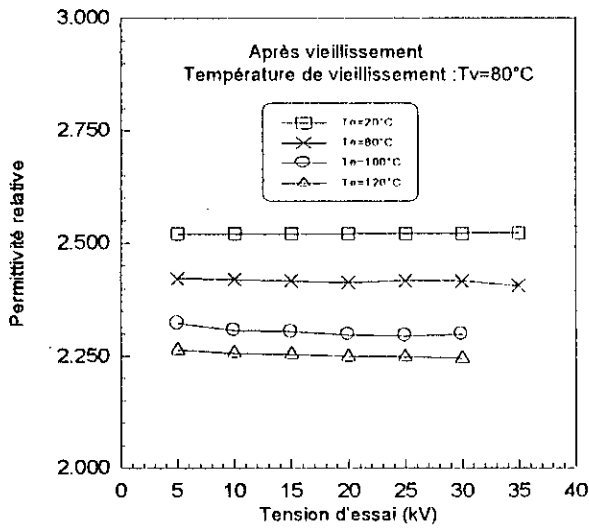


(c)

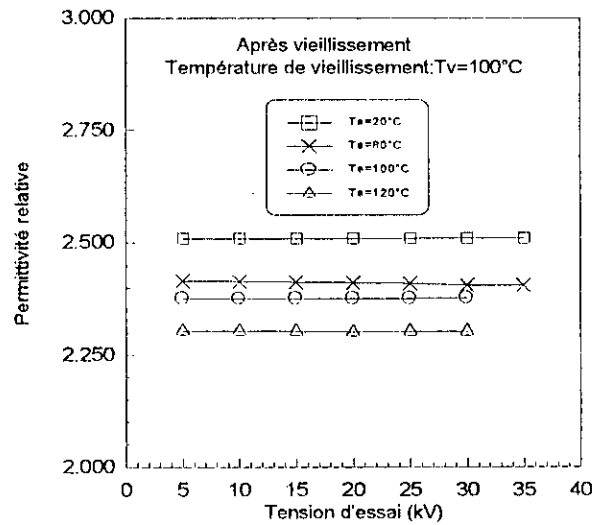


(d)

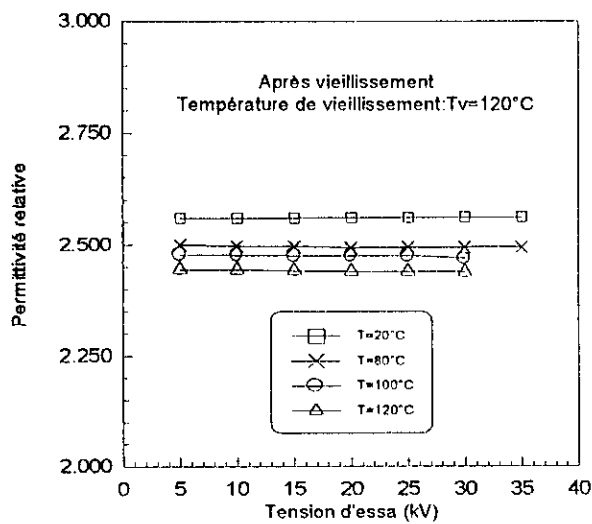
Figure III.12 Variation de la constante diélectrique en fonction du temps de vieillissement à la température  $140^\circ\text{C}$ .



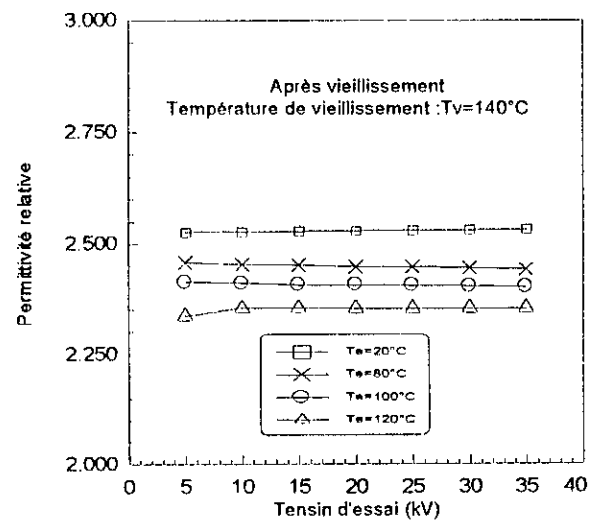
(a)



(b)



(c)

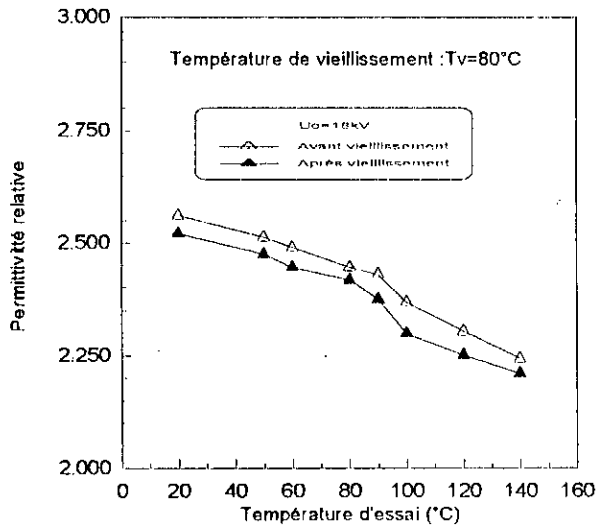


(d)

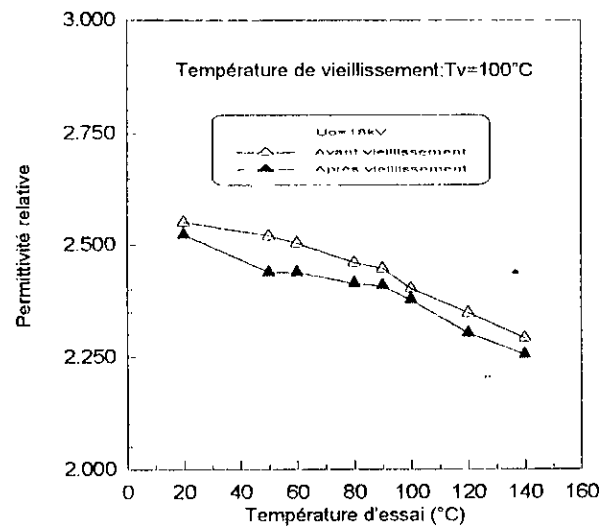
Figure III.13 Variation de la constante diélectrique en fonction de la tension.

### III.1.5 Variation de la constante diélectrique en fonction de la température

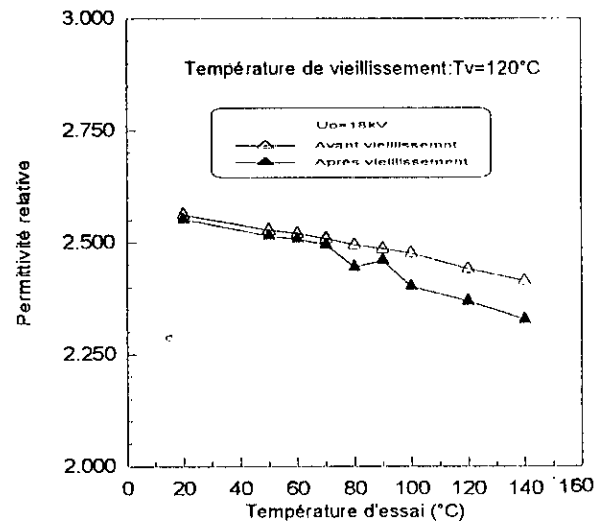
Nous avons mesuré la permittivité relative du PRC en fonction de la température d'essai variant entre 20°C et 140°C, avant et après 2000 heures de vieillissement thermique aux températures 80°C, 100°C, 120°C et 140°C. Les essais ont été faits à la tension spécifiée  $U_0$  soit 18kV 50Hz. Les figures (III.14.a,b,c,d) montrent la variation de la constante diélectrique  $\epsilon_r$  en fonction de la température avant et après vieillissement. La constante diélectrique décroît faiblement avec la température d'essai et sa valeur après vieillissement est inférieure à celle obtenue avant vieillissement.



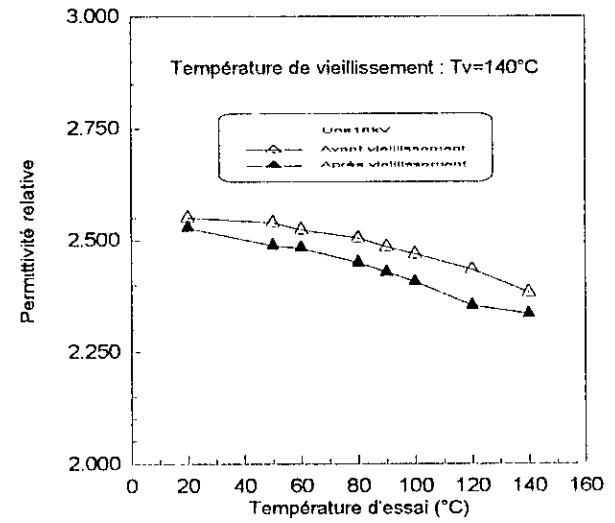
(a)



(b)



(c)



(d)

Figure III.14 Variation de la constante diélectrique en fonction de la température.

### III.1.6 Influence du vieillissement thermique sur la tension seuil d'apparition des décharges partielles

En fonction du temps et de la température de vieillissement, nous avons obtenu une diminution de la tension seuil d'apparition des décharges partielles ( figure III.15). Ce résultat est similaire à celui obtenu par Shuppe et al [49] sur des plaques de PR découpée dans des câbles MT vieillis en service pendant environ 10 ans. Cette diminution est attribuée à la variation des concentrations dans le temps des produits de décomposition du peroxyde et de l'antioxydant sous l'effet combinée de la tension et la température [15]. La diminution de la tension seuil d'apparition des décharges partielles marque une dégradation de l'isolant qui au cours du temps, provoque le changement des propriétés aussi bien mécaniques, électriques que physico-chimiques du matériau. La dégradation des propriétés électriques sous l'effet de décharges partielles peut trouver son origine en des réactions chimiques telles que ; l'oxydation des parois des vacuoles [50,51], ou encore être provoquée par l'action chimique due aux bombardements des particules [14]. De plus, ces réactions peuvent être accélérées dans le cas d'une oxydation, par une augmentation de température due aux décharges, mais restent cependant insuffisantes pour causer une érosion thermique [50,52].

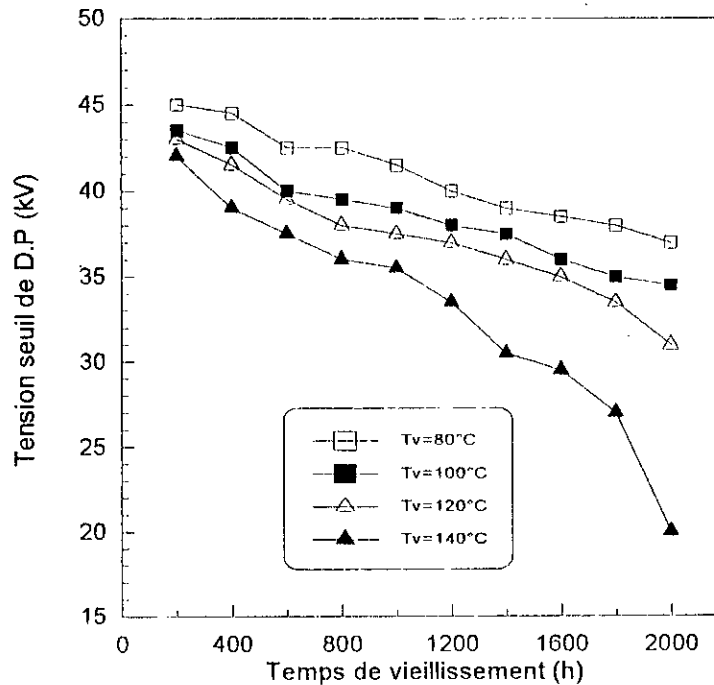


Figure III.15 Tension seuil de D.P en fonction de la température de vieillissement.



### III. INFLUENCE DU VIEILLISSEMENT THERMIQUE SUR LES PROPRIETES MECANIQUES DU PRC

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

Les phénomènes de dégradation mécanique ont le plus souvent des causes mal définies ou inconnues. Elles sont très nombreuses : déformation irréversible, microfissuration, fatigue sous contrainte dynamique ou statique, etc., et se produisent lors de la mise en œuvre ou de l'utilisation si celle-ci impose des contraintes sévères ou prolongées. La dégradation mécanique est souvent accompagnée d'échauffement et il est difficile de séparer les dégradations thermiques et mécaniques, l'analyse des produits de décomposition peut, à ce sujet fournir des informations utiles [53].

Pour vérifier les propriétés mécaniques du PRC (Allongement à la rupture et Résistance à la traction), nous avons effectué des essais de traction sur des éprouvettes prélevées sur des échantillons de câbles et cela avant et après 2000 heures de vieillissement thermique selon la norme C.E.I 502. Les résultats de mesures de l'allongement à la rupture et de la résistance à la traction avant et après vieillissement sont donnés dans le tableau III.1

	Allongement (%)	Résistance (N/mm <sup>2</sup> )	$\Delta L(\%)$	$\Delta R(\%)$
Avant vieillissement	475	17.5		
Après Vieillissement à 80°C	440	15.65	7.36	10.57
Après vieillissement à 100°C	425.5	14.9	10.42	14.85
Après vieillissement à 120°C	413	14.3	13.05	18.28
Après vieillissement à 140°C	388.5	13.5	18.21	22.5

Tableau III.1 Propriétés mécaniques du PRC en fonction de la température de vieillissement.

L'allongement à la rupture et la résistance à la traction du PRC diminuent en fonction de la température du vieillissement. Cette diminution des propriétés mécaniques est d'autant plus accentuée que la température de vieillissement est élevée. Toutefois les variations des propriétés mécaniques sont inférieures aux valeurs limites fixées par la C.E.I 502 [47] (voir Annexe A3).

# CONCLUSION GENERALE

---

**L**E TRAVAIL que nous présentons dans ce mémoire s'inscrit dans le cadre d'un projet de recherche sur le comportement diélectrique et mécanique du Polyéthylène Réticulé Chimiquement (P.R.C), vieilli thermiquement d'une manière continue, utilisé dans l'isolation des câbles moyenne tension (18/30kV), fabriqués par l'Entreprise des Industries des câbles de Biskra (EN.I.C.A.B). Nous nous sommes intéressés à l'étude de l'évolution des propriétés principales (facteur de pertes diélectriques, permittivité relative, tension seuil d'apparition des décharges partielles) en fonction du temps de vieillissement et pour différentes températures d'exposition à la chaleur. Nous avons aussi étudié la variation de  $\text{tg}\delta$  et  $\epsilon_r$  en fonction de la tension et de la température avant et après vieillissement. Les caractéristiques mécaniques en fonction de la température ont été aussi étudiées avant et après vieillissement. Nous nous sommes aussi intéressés au contrôle de la qualité de l'isolant en se référant aux recommandations des normes en vigueur concernant le Polyéthylène Réticulé Chimiquement.

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

Les câbles isolés au PRC connaissent de nos jours à travers le monde, certaines difficultés en termes de durée de vie et les principales causes de leurs vieillissement prématuré sont souvent associées au processus de fabrication.

Le processus de vieillissement thermique des polymères est très complexe et les mécanismes varient avec les différents polymères et suivant les différents condition de service.

Dans la littérature, il existe peu de théories sur le vieillissement thermique des polymères. Toutes les théories existantes découlent de la loi d'Arrhénius.

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

La variation de l'indice de pertes diélectriques en fonction du temps de vieillissement thermique a mis en évidence l'existence des phénomènes de relaxation.

La constante diélectrique reste pratiquement constante en fonction du temps de vieillissement et diminue faiblement en fonction de la température. Contrairement à l'effet de cette dernière, la tension d'essai n'a aucune influence sur la variation de la constante diélectrique.

Le facteur de pertes diélectriques du PRC a été considérablement affecté sous l'action du vieillissement thermique. Ce facteur est d'autant plus accentué que la température est élevée. Nous avons pu constater une augmentation du facteur de dissipation diélectrique par rapport à celui du matériau non traité thermiquement. Cette augmentation devient rapide en dépassant un seuil d'ionisation de 15kV. Ce résultat est très important dans la mesure où il constitue un paramètre nous renseignant sur la qualité du câble fabriqué par l'EN.I.C.A.B. Et pour une meilleure qualité du câble (augmentation du seuil d'ionisation), il est très important que le mélange polymère-antioxydant-peroxyde utilisé soit le pur possible et que les conditions technologiques de mise en œuvre du câble (extrusion et refroidissement) soient bien définies et contrôlées de manière à éviter la formation de vacuoles (siège de décharges partielles) qui pourraient nuire à la qualité du câble.

En exploitant la caractéristique du facteur de pertes en fonction de la température, nous avons pu vérifier que les pertes diélectriques présentent un minimum aux alentours de la température de service qui est de 90°C au delà de la quelle les pertes diélectriques augmentent rapidement.

La tension seuil d'apparition des décharges partielles diminue en fonction du temps et de la température de vieillissement. Cette diminution nous renseigne sur la dégradation qu'a subi le matériau, qui au cours du temps provoque, le changement des propriétés électriques, mécaniques et physico-chimiques du matériau, entraînant l'évolution de nombreux paramètres.

Les propriétés mécaniques du PRC (Allongement à la rupture et Résistance à la traction) diminuent en fonction de la température de vieillissement. Toutefois les variations des propriétés mécaniques sont inférieures aux valeurs limites fixées par la norme C.E.I 502.

D'après nos résultats, pour la température de vieillissement de 80°C, les propriétés du PRC sont pratiquement conservées, tandis que pour la température de 140°C, la dégradation de l'isolant a été atteinte en un temps très court.

Il ressort de notre étude que le PRC fabriqué par l'EN.I.C.A.B de Biskra présente un bon vieillissement thermique aux alentours de la température de service (90°C). Cependant, il serait souhaitable de pousser le vieillissement au delà de 2000 heures, afin de pouvoir suivre l'évolution des propriétés du PRC en fonction du temps, et vérifier s'il répond aux normes en vigueur. Il serait aussi souhaitable de confronter ces résultats à ceux obtenus sur câbles vieillis en service, étant donné que l'augmentation de la contrainte thermique peut modifier la cinétique du vieillissement par rapport aux conditions de service réelles.

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

En perspective, et afin d'obtenir une meilleure identification de l'isolation, des essais de plus longue durée de vieillissement, et des essais sur éprouvettes sont suggérés. Ces essais permettront de déterminer la durée de vie du matériau et éventuellement seraient complétés par des analyses physico-chimiques permettant de confirmer les phénomènes de dégradation.

## ***REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES***

---

- [1] **M. Pays**, "Câble de transport d'énergie / Technologie et Caractéristiques", Techniques de l'ingénieur D4520, 1996.
- [2] **G. Garcia**, *Sur le comportement du Polyéthylène Réticulé Chimiquement soumis à l'action des décharges partielles*, Thèse de Doctorat de spécialité de 3<sup>ème</sup> cycle, U.P.S Toulouse, 1980.
- [3] **G. Bahder, G.S. Eager, D.A. Silver, R.G. Lukac**, "Criteria for determining performance in service of Cross-Linked Polyethylene", IEEE. Trans. on Power Apparatus and Systems, Vol. PAS.95, PP.1552-1566, 1976.
- [4] **B. Yoda, K. Muraki**, "Development of EHV Cross-Linked Polyethylene Insulated Power Cables", IEEE. Trans. on Power Apparatus and Systems, Vol. PAS.92, N° 2, PP.506-513, 1973.
- [5] **W.A. Thue, J.W. Bankoske, R.R. Burghardt**, "Operating testing experience on solid dielectric cable", CIGRE, Report 21-10, PP.1-9, August 1980.
- [6] **S. Péliou et al**, "Caractérisation de câbles extrudés vieillis en service", Rapport final IREQ-4742, Décembre 1990.

- [7] **J.D. Mintz**, "Failure analysis of polymeric insulated power cables", IEEE. Trans. on Power Apparatus and Systems, Vol. PAS.103, N° 12, PP.3448-3453, December 1984.
- [8] **R.D. Nabour**, "The influence of water on the electrical strength of polymeric cable insulation", report of Electricity Council Research Centre, R 1877, 1984.
- [9] **J.H. Lawson**, "Utility URD cable experience", IEEE Trans on Elect. Insul., Vol. EI.4, N°4, PP.16-23, 1988.
- [10] **J.C. Chan, E.T. Cometa, M.D. Hartley, L.J. Hivala**, "Field failure analysis of medium voltage XLPE insulated power cables", IEEE Int. Symp., Toronto, Canada, PP.277-280, 1990.
- [11] **H. St-Onge and al**, "Research to determine the acceptable emergency operating temperatures for extruded dielectric cables", EPRI, Final Report EL-938, Project 933-1, November 1978.
- [12] **T. Takahashi, H. Ohtsuka, H. Takahana, T. Niwa**, "Study on improvements to the dielectric breakdown strength of extruded dielectric cables", IEEE Trans. on Power Apparatus and Systems, Vol. PAS.104, 1985.
- [13] **J.P. Crine, S. Pelissou and J.L. Parpal**, "Influence of insulation morphology, impurities and oxidation on some electric properties of cables", IEEE Trans. on Elect. Insul., Vol. EI.26, N°1, 1991.
- [14] **A. Medjdoub**, *Influence des vieillissements thermique et électrique sur les propriétés diélectriques et mécaniques du Polyéthylène Réticulé Chimiquement utilisé dans l'isolation des câbles moyenne tension*, Thèse de Magister, C.U.B, Béjaïa, 1997.
- [15] **A. Boubakeur, A. Medjdoub, M. Boumerzoug**, "Influence du vieillissement thermique sur les propriétés diélectriques et mécaniques du PRC", 1<sup>ère</sup> Conférence sur la haute tension, C.U.B, Béjaïa, 1995.
- [16] **A. Boubakeur, A. Medjdoub, M. Boumerzoug**, "Influence of thermal ageing on the properties of Cross-Linked Polyethylene used as electrical insulation of Medium Voltage cables", 10<sup>th</sup> International Symposium on High Voltage (ISH), Montreal, Canada, 1997.

- [17] **P. Robert**, Matériaux de l'électrotechnique, Edition Géorgie, Traité d'électricité, EPF Lausanne 1982.
- [18] **J.C. Dubois**, "Propriétés diélectriques", Techniques de l'ingénieur A3140, 1984.
- [19] **R. Fournié**, Les isolants en électrotechnique. Concepts et théories, Edition Eyrolles. 1986.
- [20] **A. Von Hippel**, Les diélectriques et leurs application, traduit par M. Sausade, Edition Dunod, Paris, 1961.
- [21] **J.J. O'Dwyer**, "The theory of electrical conduction and breakdown in solid dielectrics", Clarendon Press, Oxford, 1973.
- [22] **N. Demay et J.C. Bobo**, "Câbles haute tension à isolation au Polyéthylène. Matériaux pour câbles haute tension à isolation Polyéthylène ou Polyéthylène Réticulé Chimiquement", RGE- Tome 85 N°9, PP.731-736, Septembre 1976.
- [23] **R. Fournié**, Les isolants en électrotechnique-Essais, Mécanismes de dégradation, Applications Industrielles, Edition Eyrolles, 1990.
- [24] **S. Kageyama, M. Ono, S. Chabata**, "Microvoids in Cross-Linked Polyethylene Insulated Cables", IEEE Trans. on Power Apparatus and Systems, Vol. PAS.94, N°4, July/ August, PP.1258-1263, 1975.
- [25] **J. Verdu**, "Comportement à long terme", Techniques de l'ingénieur A3150, 1975.
- [26] **M. Chatin**, "Plastiques", Techniques de l'ingénieur A3000, 1986.
- [27] **J. Gossot**, les matières plastiques-Fabrication et technologie, Edition Dunod Technique. 1977.
- [28] **N. Nanda kumar**, "Ageing and stabilisation of PVC electrical insulation... a review", Popular Plastics, PP.3-9, May 1982.
- [29] **J. Verdu**, Vieillissement des plastiques, AFNOR technique, Edition Eyrolles, Paris 1984.

- [30] **J.P. Trotignon**, Précis de matières plastiques-structures, Propriétés, Mise en œuvre et Normalisation, Edition Nathan, 1982.
- [31] **J. Verdu**, "Vieillissement chimique", Techniques de l'ingénieur A3151, 1980.
- [32] **V. Langlois, L. Audouin, J. Verdu, M. Meyer**, "Vieillissement thermique du Polyéthylène Réticulé", Journées d'Etudes des Polymères (JEPO18), Groupement Français d'études et d'applications des Polymères (G.F.P), Eveux-L'arbresle, Septembre 1990.
- [33] **B. Fallou**, "Comportement spécifique des matériaux isolants soumis à diverses contraintes (chaleur, champs électrique, radiation)", RGE N°10, PP.756-767, Octobre 1985.
- [34] **E. Moriane**, "L'endurance thermique des isolants et systèmes d'isolations. Incidence dans la construction des matériels, indice de température, Contrôle du vieillissement thermique de différents matériaux isolants ", RGE N° 7/8, Juillet-Août, PP. 452-466, 1975.
- [35] **M. Nedjar**, *Influence du vieillissement thermique sur les propriétés du Polychlorure de vinyle utilisé dans l'isolation des câbles de haute tension*, Thèse de Magister, U.T.O, Tizi-Ouzou, Décembre 1991.
- [36] **C. Stevens, A.G. Day, et B. Fallou**, "Méthodes complémentaires aux essais d'endurance thermique des matériaux isolants", CIGRE, Rapport 15-05, PP.1-8, Septembre 1982.
- [37] **L. Deschamps et al**, "L'utilisation des matériaux synthétiques pour l'isolation des câbles HT et THT", RGE N°5, PP.343-359, Mai 1983.
- [38] **L. Simoni**, "Ageing theory of engineering materials", Altra frequenza, Vol.42, N°10, PP.501-509, October 1973.
- [39] **R.A. Sellers et al**, Report, General Electric Company, Major Appliance Laboratory, 1976.
- [40] **J. Carlier**, "L'endurance thermique des isolants et systèmes d'isolation. Incidence dans la construction des matériels. Classification thermique des systèmes d'isolation des machines électriques de grande puissance", RGE N°7/8, Juillet/Août, PP.467-469, 1974.



- [41] B.P Polyethylene, Wire and cable compounds, Technigram WP 14/1F, December 1984.
- [42] Union Carbide Corporation Polyolifine Division, Polyethylene compound HFDE-4201 natural EC. for Power Cable Insulation, 1981.
- [43] Tettex AG. Instruments, Pont de Schering de mesure de précision commutable pour la HT et BT type 2801.
- [44] C.E.I 540, "Méthodes d'essais pour les enveloppes isolantes et les gaines des câbles électriques rigides et souples (Mélanges élastomères et thermoplastiques)", 1983.
- [45] C.E.I 216-1, "Méthodes générales pour la détermination des propriétés d'endurance thermique, des indices de températures et des profils d'endurance thermique", 1974.
- [46] J.F. May et G. Vallet, "Contribution à l'étude des propriétés électriques de certains types de polymères à l'état solide", RGE N°4, PP.255-261, Avril 1972.
- [47] C.E.I 502, "Câbles de transport d'énergie isolés par diélectriques massifs pour des tensions assignées de 1 kV à 30 kV", 1983.
- [48] J. Dubois, "Spectrométrie électronique et hertzienne", Techniques de l'ingénieur A3274, 1989.
- [49] W.D Schuppe et al, "Méthodes analytiques et physiques pour les modifications d'état dans des plaques ou des isolants de câbles en Polyoléfine", CIGRE, Rapport 15-03, PP.1-10, 1988.
- [50] I. Sakai et Y. Torayama, "Temperature rise of insulator exposed to partial discharges between rod to plane electrodes", Elec. Eng. in Japan. Vol.90, N°6, 1970.
- [51] Y. Tsuki et Y. Koho, "Deterioration of insulating materials due to partial discharges in nitrogen gas", Elec. Eng. in Japan. Vol.92, N°4, 1972.
- [52] C. Mayoux et Bui Ai, "Scanning electron microscope observation on the effect of discharges on Polyethylene", J. App. Phys., Vol.44, N°8, August 1972
- [53] J.P. Mercier, E. Maréchal, Chimie des Polymères-Synthèse, Réaction, Dégradation, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 1988.

# ***ANNEXE***



## A1. Calcul de la permittivité relative du PRC utilisé dans l'isolation des câbles MT

La permittivité relative  $\epsilon_r$  du PRC est obtenu en effectuant le rapport  $C_x/C_0$ .

Où

$C_x$  est la capacité du câble mesurée à l'aide du pont de Schering.

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

$$C_0 \text{ [pF]} = \frac{2\pi \epsilon_0 L}{\ln(D/d)} \quad (\text{A1})$$

$\epsilon_0$ : permittivité du vide (8.85 pF/m).

L : longueur du câble en m (L=12m).

D: diamètre extérieur du câble en mm.

d: diamètre intérieur en mm.

En tenant compte des dimensions du câble (Figure A1), on calcul  $C_0$  qui est égale à 737.48 pF.

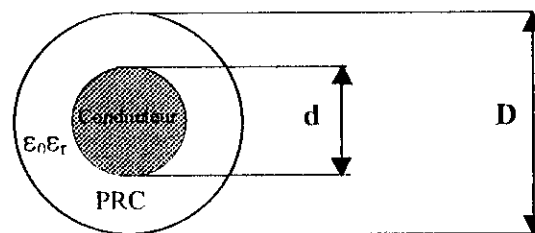


Figure. A1

## A2. Prescription pour les essais électriques de type [47].

<i>Propriété fondamentale du mélange</i>	Thermoplastique	Elastomère
<i>Désignation du mélange isolant</i>	PE	PRC (XLPE)
<i>Température assignée maximale du conducteur (°C)</i>	70	90
<i>Résistivité transversale (<math>\Omega\text{cm}</math>)</i> - à 20°C	-	-
- à la température assignée maximale de service	-	$10^{12}$
<i>Constante d'isolement <math>K_i</math> (<math>\text{M}\Omega\text{Km}</math>)</i> - à 20°C	-	-
- à la température assignée maximale de service	-	3.67
<i>Pertes diélectriques en fonction de la tension, à la température ambiante</i> - $\text{tg } \delta$ maximale à $U_0$ ( $10^{-4}$ )	10	40
- Variation maximale de $\text{tg } \delta$ ( $10^{-4}$ ) entre $0.5U_0$ et $2U_0$	20	20
<i>Pertes diélectriques en fonction de la température à 2 kV</i> - $\text{tg } \delta$ maximale à la température ambiante ( $10^{-4}$ )	10	40
- $\text{tg } \delta$ maximale à la température assignée maximale de service ( $10^{-4}$ )	10	80
<i>Essais de décharges partielles</i> Décharge maximale à $1,5U_0$ (pC)	20	20

### A3. Prescription d'essai pour les caractéristiques mécaniques des matériaux pour enveloppes isolantes avant et après vieillissement [47].

	Désignation du mélange isolant		PE	PRC (XLPE)
	Température assignée maximale de l'âme	(°C)	70	90
1.	<i>Sans vieillissement</i>			
1.1	Résistance à la traction minimale	(N/mm <sup>2</sup> )	10	12.5
1.2	Allongement à la rupture minimale	(%)	300	200
2.	<i>Après vieillissement en étuve d'air</i>			
2.0	- température	(°C)	100	135
	- tolérance	(°C)	± 2	± 3
	- durée	jours	10	7
2.1	Résistance à la traction :			
	a) valeur minimale après vieillissement	(N/mm <sup>2</sup> )	-	-
	b) variation maximale	(%)	-	± 25
2.2	Allongement à la rupture :			
	a) valeur minimale après vieillissement	(%)	300	-
	b) variation maximale	(%)	-	± 25