

## TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION .....	1
CHAPITRE 1 ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE .....	5
1.1    Énoncé de la problématique.....	5
1.2    Généralités .....	6
1.2.1    Le polyéthylène téréphthalate (PET) .....	7
1.2.2    Propriétés électriques principales des PET .....	7
1.2.3    Propriétés thermiques du PET .....	9
1.2.4    Les propriétés mécaniques du PET .....	10
1.2.5    Recyclage du PET .....	11
1.2.6    Les matériaux composites.....	14
1.3    Les décharges partielles et le mécanisme de la rupture diélectrique .....	15
1.3.1    Les décharges partielles .....	15
1.3.2    Courant et tension d'une décharge couronne.....	17
1.3.3    Décharge couronne, principe et topographie .....	18
1.3.4    Rupture diélectrique ou claquage.....	21
1.3.4.1    Cliquage intrinsèque.....	22
1.3.4.2    Cliquage thermique .....	22
1.3.4.3    Cliquage électromécanique .....	23
1.3.4.4    Cliquage par décharge partielle.....	23
1.4    Synthèse sur la dégradation par vieillissement accéléré et la rupture diélectrique dans le cas des isolants électriques.....	24
1.5    Conclusion .....	29
CHAPITRE 2 DESCRIPTION DES MATERIAUX CANDIDATS .....	31
2.1    Les matériaux candidats.....	31
2.2    Techniques expérimentales.....	34
2.2.1    Observation microscopique .....	34
2.2.2    Analyse thermique .....	38
2.2.2.1    Analyse thermogravimétrique (TGA).....	38
2.2.2.2    Calorimétrie différentielle à balayage (DSC) .....	42
2.2.2.3    Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR) .....	44
2.2.3    Caractérisation électrique.....	46
2.2.3.1    Mesures dans le domaine temporel.....	46
2.2.3.2    Mesures dans le domaine fréquentiel.....	49
2.2.4    Analyse mécanique .....	54
2.3    Conclusion .....	56
CHAPITRE 3 DÉGRADATION SOUS EFFET COURONNE.....	57
3.1    Généralités .....	57
3.2    Description du banc d'essai .....	58



## LISTE DES TABLEAUX

	Page	
Tableau 1.1	Propriétés diélectriques d'un film en PET .....	9
Tableau 1.2	Principales propriétés des matrices thermodurcissables et thermoplastiques	14
Tableau 2.1	Description sommaire des différents matériaux .....	31
Tableau 2.2	Taille des flocons de mica employés dans l'étude.....	32
Tableau 2.3	Teneurs des composants des trois matériaux analysés par TGA .....	41
Tableau 2.4	Résistivité surfacique et volumique des trois échantillons du même matériau VNT840 .....	52
Tableau 2.5	Facteur de dissipation ( $\tan\delta$ ) et constante diélectrique ( $\epsilon$ ) .....	53
Tableau 2.6	Mesures mécaniques Tiré et adapté de David (2009).....	55
Tableau 3.1	Comportement de la décharge pour plusieurs inter électrodes (pointe 2 mm).....	67
Tableau 3.2	Calcul analytique et numérique du champ électrique pour différentes configurations .....	75
Tableau 5.1	Variation de la rugosité en fonction du rayon de courbure de la pointe à 100 °C et 6 kV .....	99
Tableau 5.2	Variation de la rugosité en fonction de l'épaisseur à 100 °C et 6 kV (VNT340SK).....	100
Tableau 5.3	Paramètres d'échelle et de forme dans le cas du VNT340SK .....	111
Tableau 5.4	Paramètres d'échelle et de forme dans le cas du VNT340SK .....	114
Tableau 5.5	Tension de claquage résiduelle (kV/mm) .....	116



## LISTE DES FIGURES

	Page	
Figure 1.1	Chemin de défaillance d'un échantillon fabriqué à partir d'un composite à base de PET recyclé .....	6
Figure 1.2	Méthode de synthèse du polyéthylène téraphthalate par polycondensation ..	7
Figure 1.3	Propriétés diélectriques d'un film en PET .....	8
Figure 1.4	Thermogramme de PET .....	10
Figure 1.5	Effet de la cristallinité sur le comportement mécanique dans le cas du PET (fibre non orienté) .....	11
Figure 1.6	Structure des composants issus du processus de dépolymérisation du PET	12
Figure 1.7	Classification des décharges partielles.....	16
Figure 1.8	Configurations utilisées pour la production des décharges couronnes .....	17
Figure 1.9	Caractéristique du courant –tension d'une décharge couronne .....	18
Figure 1.10	Schéma du principe de la DC dans une configuration pointe plan .....	19
Figure 1.11	Topographie d'une décharge couronne.....	20
Figure 1.12	Rupture diélectrique dans un échantillon de PET en géométrie plan-plan	21
Figure 1.13	Synthèse des différents phénomènes de dégradation et de rupture et de l'hypothèse du vieillissement électrique, répertoriés selon le temps et le champ auxquels ils peuvent avoir lieu .....	24
Figure 1.14	Chemin préféré de l'arc électrique (composite à base de PET chargé de fibre de verre et de mica) .....	25
Figure 1.15	Érosion de surface (modèle dans le cas d'un composite à base de PET chargé de mica et fibre de verre).....	26
Figure 2.1	Comparaison des courbes d'endurance.....	33
Figure 2.2	Microscope électronique à balayage utilisé .....	34
Figure 2.3	Appareil de revêtement d'or modèle EMITECH K550X .....	35
Figure 2.4	Photographie de la surface de VNT840 (X500) .....	35

Figure 2.5	Photographie de la surface de VNT340HD (X500).....	36
Figure 2.6	Photographie de la surface de VNT340SK (X500) .....	36
Figure 2.7	Microscopie électronique d'une coupe de VNT340HD (X100) .....	37
Figure 2.8	Microscopie électronique d'une coupe de VNT340SK (X500) .....	37
Figure 2.9	Microscopie électronique pour une coupe de VNT340SK (X100) .....	38
Figure 2.10	Schéma de principe de l'appareil de TGA .....	39
Figure 2.11	Appareil utilisé pour mesure de TGA.....	40
Figure 2.12	Courbe TGA pour l'échantillon VNT340SK.....	41
Figure 2.13	Schéma de principe de l'appareil de DSC .....	42
Figure 2.14	Analyseur Perkin Elmer Diamond .....	43
Figure 2.15	Analyse Enthalpique Différentielle sur composite à base de PET .....	43
Figure 2.16	Schéma d'un spectromètre à transformée de Fourier .....	44
Figure 2.17	Spectromètre FTIR Nicolet 6700.....	45
Figure 2.18	Spectre FTIR_ATR pour les trois matériaux .....	46
Figure 2.19	Schéma synoptique du banc d'essai pour les mesures de résistivité surfacique et volumique a)Électromètre Keithley modèle 6517B b) Porte échantillon modèle 8009 c) .....	47
Figure 2.20	Schéma du principe des mesures A) Résistivité volumique B) Résistivité surfacique .....	48
Figure 2.21	Synoptique du banc d'essai des mesures électriques.....	49
Figure 2.22	Courant de charge (a) et décharge (b) à 1 kV pour les trois échantillons (A, B et C) dans le cas d'une mesure volumique .....	50
Figure 2.23	Courant de charge (a) et décharge (b) à 1 kV pour les trois échantillons (A, B et C) dans le cas d'une mesure surfacique .....	51
Figure 2.24	Courant de conduction à 1 kV .....	52
Figure 2.25	Résistivité des composites à base de PET Tirée de Martinu et al (2000, p. 3) .....	53

Figure 2.26	Courant et tension dans un diagramme de phase .....	54
Figure 2.27	Courbe contrainte –déformation .....	55
Figure 3.1	Montage typique pour les essais d'endurance sous impulsions haute tension .....	57
Figure 3.2	Schéma synoptique du banc d'essai pour les mesures d'endurance sous effet couronne .....	58
Figure 3.3	Cellule de mesure et configuration pointe plan employée .....	59
Figure 3.4	Description des pointes utilisées lors de cette étude .....	59
Figure 3.5	Moniteur de courant Pearson et les décharges détectées à 5 kV et 300 Hz	60
Figure 3.6	Exemple de la distribution des décharges couronne enregistré par le système des DP à 6 kV et 350 kHz à $\pm 150$ kHz .....	61
Figure 3.7	Image de la décharge couronne à 6 kV, 300Hz et pour une distance inter électrode de 1,65 mm .....	63
Figure 3.8	Distribution des décharges pour différentes tensions (3, 6, 9 et 12 kV) ..	65
Figure 3.9	Distribution des DC dans le cas de deux pointes (1,5 et 2 mm) .....	66
Figure 3.10	Distribution des DC pour différentes températures (23, 70, 100 et 140°C)	67
Figure 3.11	Distribution des décharges pour différentes distance d'électrodes (1,65, 2,1 et 2,6 mm) .....	68
Figure 3.12	Photographie des décharges couronnes pour différentes tensions (a) seuil d'amorçage (3,4) kV (b) 4 kV (c) 5 kV (d) 6 kV (f) 7 kV (e) 8 kV .....	69
Figure 3.13	Pointe avant et après une série d'utilisation .....	70
Figure 3.14	Profil de la pointe avant et après les essais Tirée de Zhiling (p. 81) .....	71
Figure 3.15	Configuration pointe plan et le modèle utilisé pour un isolant en PET ..	72
Figure 3.16	Surfaces équipotentielles (pointe 1,5 mm, 6 kV, isolant 1,65 mm) .....	73
Figure 3.17	Distribution de l'amplitude du champ électrique près de la pointe sur une distance de 12 mm .....	73
Figure 3.18	Répartition du champ électrique autour de la pointe (pointe 2 mm, 6 kV et sans isolant) .....	74

Figure 4.1	Testeur Bauer DTA 100 utilisé pour les essais de rupture diélectrique.....	77
Figure 4.2	Système d'électrodes pour le claquage .....	78
Figure 4.3	Types d'électrodes utilisées .....	78
Figure 4.4	Test à court terme selon la norme ASTM D149 .....	80
Figure 4.5	Test à montées en escalier selon la norme ASTM D149 .....	81
Figure 4.6	Test d'endurance selon la norme ASTM D149 .....	81
Figure 5.1	Tronçonneuse à précision Buehler .....	85
Figure 5.2	Méthode de préparation des échantillons claqués pour l'observation microscopique .....	86
Figure 5.3	Rupture diélectrique dans un échantillon VNT340SK .....	87
Figure 5.4	Photographie de surface d'un échantillon (VNT840) érodé à 25°C pendant 24 heures et à une tension de 6 kV (pointe 1,5 mm).....	87
Figure 5.5	Diamètre de la zone érodée en fonction de la tension et la température....	88
Figure 5.6	Photographie (X10) d'une surface présentant des cratères dus à l'érosion (VNT840 exposé au DC pendant 96 heures à 6 kV et 140°C) .....	89
Figure 5.7	Perforation accompagnée d'une fissure .....	89
Figure 5.8	Trace de claquage sous forme de trou.....	90
Figure 5.9	Photographie MEB d'une coupe d'une perforation dans un composite de PET avec différents grossissements.....	91
Figure 5.10	Érosion à température ambiante pendant 24 heures (X60).....	92
Figure 5.11	Érosion à haute température.....	92
Figure 5.12	Érosion des trois matériaux à 140°C et 6 kV pendant 96 heures.....	93
Figure 5.13	Effet de la température sur l'érosion de surface (exposition au DC pendant 24 heures (X100)).....	94
Figure 5.14	Effet du temps d'exposition sur le taux d'érosion de surface (X100) .....	95
Figure 5.15	Rugosimètre utilisé .....	96

Figure 5.16	Variation de la rugosité en fonction de la température (U= 6 kV, d=1,65 mm et t= 24 h).....	97
Figure 5.17	Variation de la rugosité en fonction de la tension à 100 °C .....	97
Figure 5.18	Variation de la rugosité en fonction du temps à 100 °C .....	98
Figure 5.19	Variation de la rugosité en fonction du temps à 140 °C .....	98
Figure 5.20	Variation de la rugosité en fonction de la distance inter-electrode à 100 °C et 6 kV.....	99
Figure 5.21	Rugosité de surface en fonction du temps pour plusieurs températures dans le cas du VNT340HD.....	101
Figure 5.22	Normalisation des données ( la courbe de référence à 23°C) .....	102
Figure 5.23	Facteurs de déplacement en fonction de l'inverse de la température en Kelvin [1000/T(K)].....	102
Figure 5.24	Moyennes des rigidités diélectriques pour les trois matériaux .....	104
Figure 5.25	Intervalle de confiance à 90% pour le percentile 63,2% pour les trois matériaux (VNT340HD, VNT340SK et VNT840) .....	104
Figure 5.26	Diagramme de Weibull pour les trois matériaux .....	105
Figure 5.27	Moyennes des rigidités diélectriques le long de la ligne .....	106
Figure 5.28	Diagramme de Weibull représentant l'homogénéité le long de la ligne d'extrusion .....	106
Figure 5.29	Diagramme de weibull de VNT340SK .....	108
Figure 5.30	Diagramme de Weibull de VNT340HD .....	108
Figure 5.31	Diagramme de Weibull de VNT840 .....	109
Figure 5.32	Diagramme de Weibull dans le cas du VNT340SK .....	110
Figure 5.33	Diagramme de Weibull (Effet du type d'électrodes dans le cas du VNT340SK).....	111
Figure 5.34	Diagramme de Weibull (effet de l'épaisseur dans le cas du VT340SK).113	
Figure 5.35	Diagramme de Weibull (Test à montée en escalier).....	115
Figure 5.36	Test d'endurance de VNT340HD et VNT340SK .....	115



## **LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES**

d	distance inter électrodes
E	champ électrique dans le cas où $r \ll d$
$E_{moy}$	champ électrique moyen
$I_c$	courant de conduction
$U_0$	amplitude de la tension appliquée
U	tension appliquée sur la pointe
$r_p$	rayon de courbure de la pointe
t	temps
$t_c$	épaisseur de l'échantillon étudié
$T^\circ$	température
Y	module de Young
$\rho_v$	résistivité volumique
$\rho_s$	résistivité surfacique
$\epsilon_0$	permittivité du vide = $8,85418782 \times 10^{-12} \text{ m}^{-3} \text{ kg}^{-1} \text{ s}^4$
$\epsilon_r$	permittivité relative
$\alpha$	facteur d'échelle
$\beta$	facteur de forme
n	nombre d'échantillon testé
$r_i$	nombre d'échantillon claquée

**Acronymes**

ASTM	American Society for Testing and Materials
ATR	Attenuated Total Reflexion
CRSNG	Conseil de recherches en sciences naturelles et en génie du Canada
CTT	Centre de technologie thermique
DC	Décharges couronne
DMT	Diméthyle téraphthalate
DP	Décharges partielles
DSC	Differential Scanning Calorimetry
FTIR	Transformed Infra Red spectroscopy
HT	Haute tension
IR	Infrarouge
IEC	International Electrotechnical Commission
IEE-STD930	IEE guide for Statistical Analysis of Electrical Insulation Breakdown Data.
MEB	Microscopie électronique à balayage
MEG	Monoéthylène glycol
PE	Polyéthylène
PEN	Polyéthylène naphthalate
PET	Polyéthylène téraphthalate
TGA	Thermogravimetric analysis
TPA	Acide téraphthalique

## INTRODUCTION

Certains composites peuvent être assujettis à des hautes tensions et des températures élevées sans trop changer leurs propriétés, ce qui les rendent idéales pour certaines applications dans le domaine électrique et électronique. Les matériaux composites à matrice thermoplastique sont de plus en plus choisis pour remplacer les composites à matrice thermodurcissable car contrairement aux thermodurcissables, les thermoplastiques sont faciles à mettre en forme et peuvent être retransformées après la mise en forme initiale.

De nos jours, l'utilisation des matériaux composites à base de matériaux recyclés est devenue une préoccupation majeure afin de fabriquer de nouveaux produits en minimisant les effets nuisibles sur l'environnement autant que le coût.

Le polyester téréphthalate d'éthylène (PET) est un polymère largement employé en ingénierie électrique (Bellomo, 1995). Les matériaux composites à base de PET sont actuellement utilisés dans de nombreuses applications comme par exemple pour la fabrication des systèmes électriques à haute tension, telles que les supports de bougie d'allumage dans le domaine d'automobile, tel qu'illustre à la figure ci-dessous.

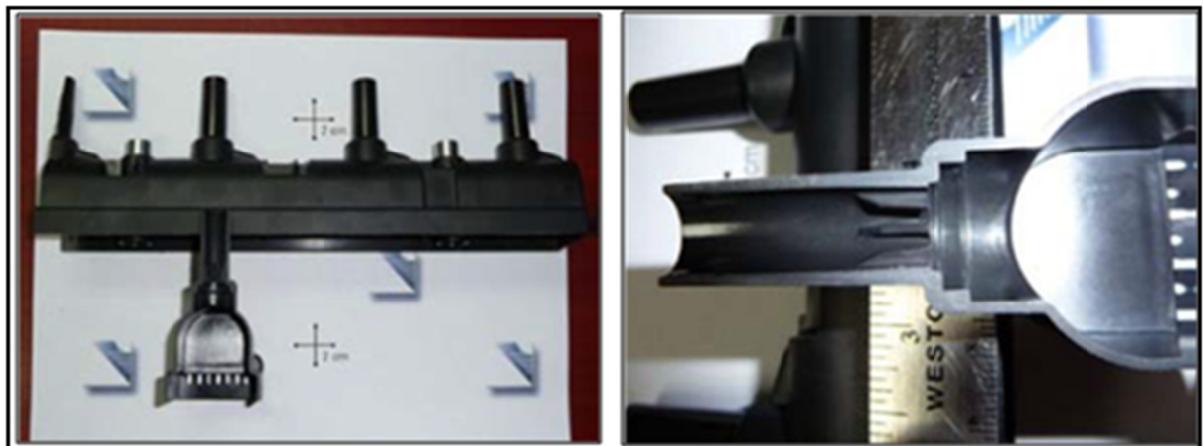


Figure 0 1.1 Support pour le système d'allumage fabriqué à partir de PET recyclé  
Tirée d'Éric David (2009, p. 20)

Ces systèmes d'allumage sont particulièrement vulnérables à la défaillance causée par le vieillissement thermique et électrique. Ainsi la connaissance de la température et la tension de service de ces composants permettra de prédire la durée de vie qui caractérise la qualité du système d'allumage. Les connaissances acquises permettront d'améliorer les combinaisons existentes pour la fabrication des matériaux composites à base de PET renforcés par des fibres de verre et de mica. Ces matériaux devront répondre aux critères de la conception, tout en respectant les conditions de service sous contraintes électriques et thermiques liées au fonctionnement des systèmes d'allumage. L'introduction des renforts améliore souvent les propriétés mécaniques et thermiques des composites. Toutefois, cette amélioration est accompagnée par une diminution du champ de rupture et de l'endurance diélectrique de ce matériau (Roy *et al*, 2005)

L'objectif principal de ce mémoire est la caractérisation diélectrique des matériaux proposés par le Groupe Lavergne, une compagnie canadienne spécialisée dans la fabrication des résines d'ingénierie. Les travaux ont été menés au sein des laboratoires de l'ÉTS (Laboratoire de caractérisation des matériaux, CTT et laboratoire des matériaux). Le mémoire s'inscrit dans le cadre du projet financé par le CRSNG.

Le travail présenté dans ce mémoire consiste à étudier les propriétés diélectriques des matériaux composites à base de polyéthylène téréphthalate (PET) recyclé. Surtout en ce qui concerne leur endurance et rigidité diélectrique. Ainsi, cette analyse diélectrique permettra de définir les caractéristiques des matériaux candidats qui seront développés afin d'obtenir des matériaux performants convenables au fonctionnement des moteurs à combustion interne.

L'étude de la performance des matériaux candidats, plus particulièrement en ce qui concerne l'endurance diélectrique et la rigidité diélectrique devrait être effectuée dans la plage de température du service (Govinda, 2003).

Les principaux points abordés se résument en six étapes:

- Un survol de littérature sur les décharges couronnes et le mécanisme de rupture diélectrique.
- Mise au point du banc d'essai permettant de réaliser des essais de dégradation sous effet couronne à haute température en utilisant une configuration pointe-plan.
- Établissement d'une procédure d'essai pour le montage des décharges couronnes et la réalisation des tests sur les différents matériaux candidats. L'endurance sera estimée à partir des mesures d'érosion de surface due à l'exposition aux décharges couronnes afin de prédire la durée de vie des matériaux testés.
- Modélisation du champ électrique généré au voisinage de la pointe pour différents rayon de courbure et différentes tensions.
- Réalisations des essais de rupture diélectrique tels que définis par la norme ASTM D149.
- Analyse des mécanismes de défaillance par microscopie électronique et analyse statistique de Weibull.



Le manuscrit s'articule autour de cinq chapitres.

Dans un premier chapitre, nous présentons des rappels sur les matériaux composites et le polyester employé pour la fabrication des matériaux candidats. Dans un but de compréhension et de clarification du phénomène de dégradation sous décharges couronne et le mécanisme de rupture diélectrique, des généralités et des définitions seront présentées. Après avoir établi un état de l'art concernant le sujet étudié dans ce mémoire, une synthèse de la revue de littérature concernant la dégradation sous effet couronne et le mécanisme de claquage des polymères et des matériaux composites à base de polymère sera établie.

Le deuxième chapitre est consacré à la présentation des matériaux fournis et les techniques utilisées lors de la caractérisation. Nous commençons d'abord par une description sommaire des composites étudiés. Nous présentons ensuite les outils et les différentes techniques expérimentales pour la caractérisation des propriétés thermiques et électriques ainsi que les résultats d'analyses obtenus.

Le troisième chapitre présente et illustre la mise au point d'un banc d'essai permettant d'étudier la dégradation sous effet couronne ainsi que la procédure suivie lors de l'étude. Ce banc d'essai est constitué principalement d'une configuration pointe-plan permettant de générer un champ électrique intense. Une simulation de la distribution du champ électrique au voisinage de la pointe sera faite par la suite. Les résultats obtenus par les mesures de la profondeur d'érosion pouvant servir à prédire la performance des composites étudiés.

Dans le quatrième chapitre, une description du montage et du protocole expérimental utilisé pour l'étude de la rigidité diélectrique des composites étudiés sera présentée. Nous présenterons également la méthode employée pour le traitement statistique des résultats de la rupture diélectrique.

Enfin, le cinquième chapitre porte sur l'étude des mécanismes de défaillance. Après avoir brossé un tableau des résultats obtenus lors de cette étude soit en ce qui concerne le vieillissement sous effet couronne ou la rupture diélectrique, nous présenterons l'effet des différents paramètres sur l'érosion et la rigidité diélectrique. Une attention particulière sera accordée à l'étude de la rigidité diélectrique et la résistance à l'érosion à haute température. Nous analyserons individuellement les résultats trouvés afin d'établir les critères des temps de vie pour les matériaux candidats. Une présentation des courbes de Weibull permettra l'évaluation de la performance des matériaux candidats.

Dans la conclusion générale, nous soulignons les résultats essentiels de cette étude et les perspectives de recherche qui en découlent. Il s'agit en fait, d'établir une méthodologie simple et rapide afin de tester la performance de ces composites. Sur la base des constatations obtenues, des ajustements des recettes seront établis. Quelques recommandations seront formulées soit sur le plan pratique ou au niveau de la recherche scientifique.

## CHAPITRE 1

### ÉTUDE BIBLIOGRAPHIQUE

#### 1.1 Énoncé de la problématique

Le choix d'un isolant électrique dépend de sa performance dans les conditions d'application dans lesquelles il doit opérer. Dans le cas du Groupe Lavergne, ce sont les risques de rupture sous contraintes électriques et thermiques qui doivent être éliminés. Les défauts et les porosités dans un isolant diminuent ses propriétés diélectriques et peuvent être l'origine d'une éventuelle défaillance surtout quand les matériaux doivent résister à des contraintes électriques et thermiques sévères. L'activité des décharges électriques devient plus intense à l'intérieur de ces défauts, ce qui contribue à dégrader davantage les matériaux.

Les matériaux candidats sont conçus pour remplacer à moindre coût le composite à base de PET vierge destiné à la fabrication des composants pour l'automobile plus particulièrement pour les supports de bougies d'allumage. Certainement, ils doivent opérer à haute tension et dans une plage de températures élevées allant jusqu'à 140°C. Actuellement, il y a un taux de défaillance trop élevé pour des pièces fabriquées à base de PET recyclé ayant fonctionnées sous haute température. La figure 1.1 illustre une cavité à l'intérieur d'une pièce fabriquée à partir d'un composite à base de PET recyclé et la propagation du chemin de défaillance lors d'un essai d'endurance.

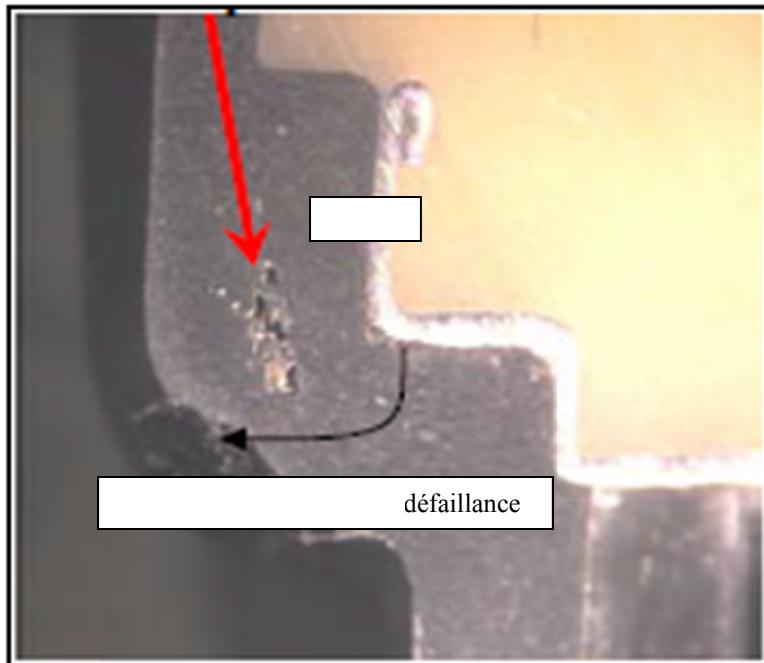


Figure 1.1 Chemin de défaillance d'un échantillon fabriqué à partir d'un composite à base de PET recyclé

Tirée de David (2009, p. 20)

Nous proposons donc dans ce chapitre un état de l'art sur les matériaux composites à base de polymères et les mécanismes de défaillance dans les matériaux isolants. Cette partie du chapitre a pour but de rappeler des notions et des définitions dans le but de mieux comprendre les phénomènes étudiés lors de ce mémoire.

## 1.2 Généralités

L'étude du comportement diélectrique des matériaux a connu une vraie progression au cours des dernières décennies. Les matériaux diélectriques sont de plus en plus utilisés dans le domaine électrique à cause de leur haute résistivité. Comme ils sont caractérisés par une très faible conductivité et une permittivité modérée, ces matériaux permettent au champ électrique de les pénétrer (Orlowska, 2003). Il existe une vaste liste des matériaux diélectrique employés dans de nombreux secteurs industriels tels que les domaines de l'électronique et de l'électrotechnique. Le polyéthylène téréphthalate, abrégé en PET ou PETE

figure parmi les matériaux thermoplastiques les plus utilisés car il est à 100% recyclable en gardant ses bonnes propriétés thermomécaniques et électriques.

### 1.2.1 Le polyéthylène téréphthalate (PET)

Le polyéthylène téréphthalate est un polymère de la famille des polyesters. Ce thermoplastique est obtenu par polycondensation de l'acide téréphthalique et l'éthylène glycol accompagnée de la libération de deux molécules d'eau (élimination d'eau) comme le montre la figure 1.2.

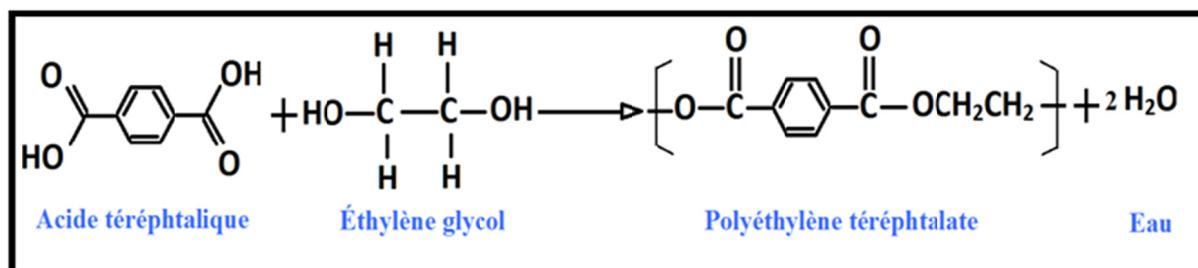


Figure 1.2 Méthode de synthèse du polyéthylène téréphthalate par polycondensation

### 1.2.2 Propriétés électriques principales des PET

Les polyesters thermoplastiques comme le PET possèdent des bonnes propriétés électriques qui demeurent constantes dans une large gamme de température. Cependant, ces propriétés sont influencées par plusieurs facteurs comme l'humidité et l'épaisseur du mur isolant. Les propriétés électriques et, en particulier, la résistivité superficielle diminuent avec l'augmentation de l'humidité relative de l'air (Füzesséry, 1997). L'épaisseur du film isolant et la température sont deux facteurs pouvant affecter la rigidité diélectrique du PET.

La figure 1.3 illustre l'évolution de la permittivité relative selon la température ainsi que l'effet de l'épaisseur du film isolant sur la rigidité diélectrique.

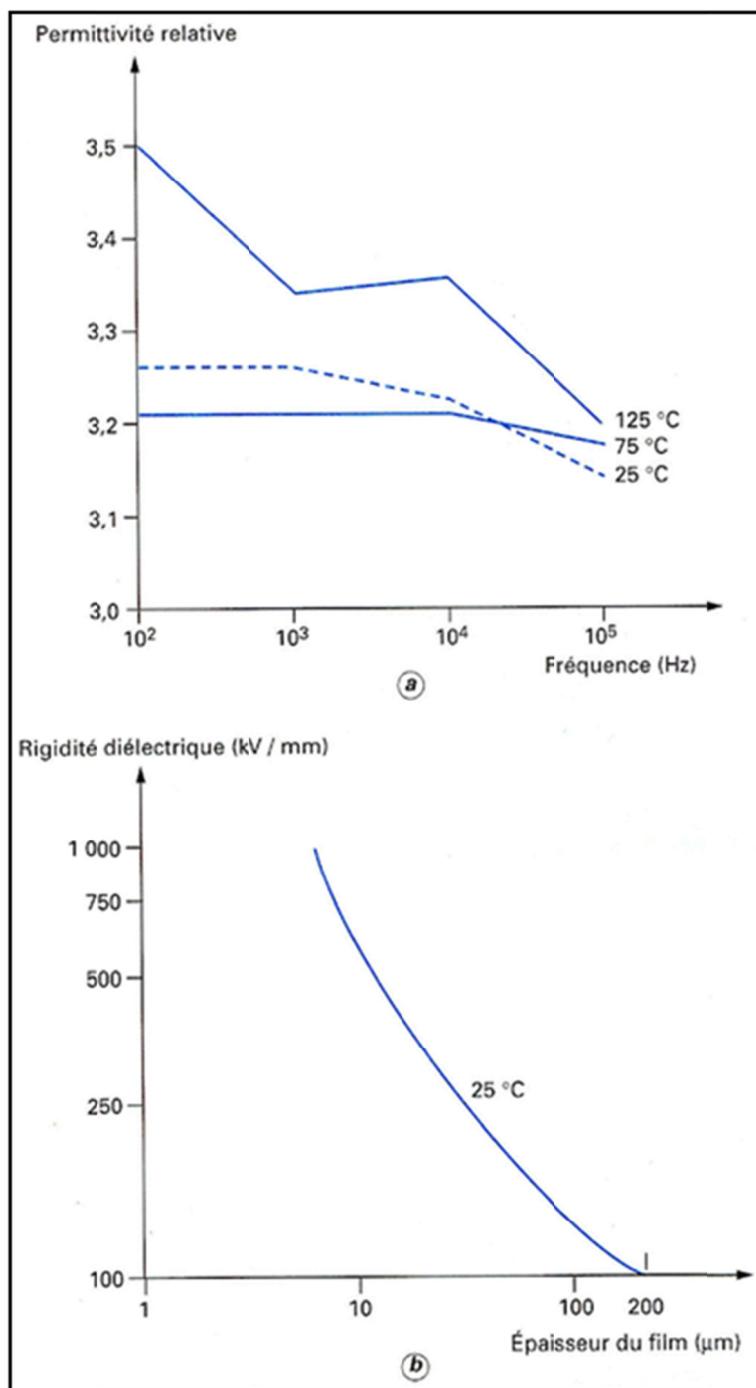


Figure 1.3 Propriétés diélectriques d'un film en PET

Tirée de Füzesséry (1997)

Le tableau 1.1 regroupe les propriétés électriques principales des films de Polyéthylène téréphthalate.

Tableau 1.1 Propriétés diélectriques d'un film en PET

Tiré de Füzessey (1997)

Propriétés à 23 °C et 50 % d'humidité relative	Norme	Unité	Fréquence (en Hz)			Épaisseur du film (en µm)		
			50	10 <sup>3</sup>	10 <sup>6</sup>	10	25	100
Permittivité relative	NF C 26-230		3,3	3,2	2,9			
Facteur de dissipation diélectrique	NF C 26-230		0,0020	0,0052	0,021			
Rigidité diélectrique à 50 Hz	NF C 26-226	kV · mm <sup>-1</sup>				570	300	150
Résistivité transversale	NF C 26-215	Ω cm	10 <sup>18</sup>					
Résistivité superficielle	NF C 26-215	Ω	10 <sup>14</sup>					

### 1.2.3 Propriétés thermiques du PET

Le polyéthylène téréphthalate est un thermoplastique qui peut être amorphe ou semi cristallin. Il peut être gardé amorphe avec un refroidissement rapide directement après sa fusion. Il se caractérise par une température de transition vitreuse d'environ 80°C dans le cas d'un PET amorphe. Cette température est plus élevée pour le PET semi cristallin. Ce polymère possède une température de fusion d'environ 245°C. La cristallisation du PET est une opération délicate fortement dépendante de la vitesse de chauffage/ refroidissement. Sa température de cristallisation froide est située entre 120 et 180°C avec un minimum exothermique à 145°C.

La figure 1.4 illustre le thermogramme de PET.

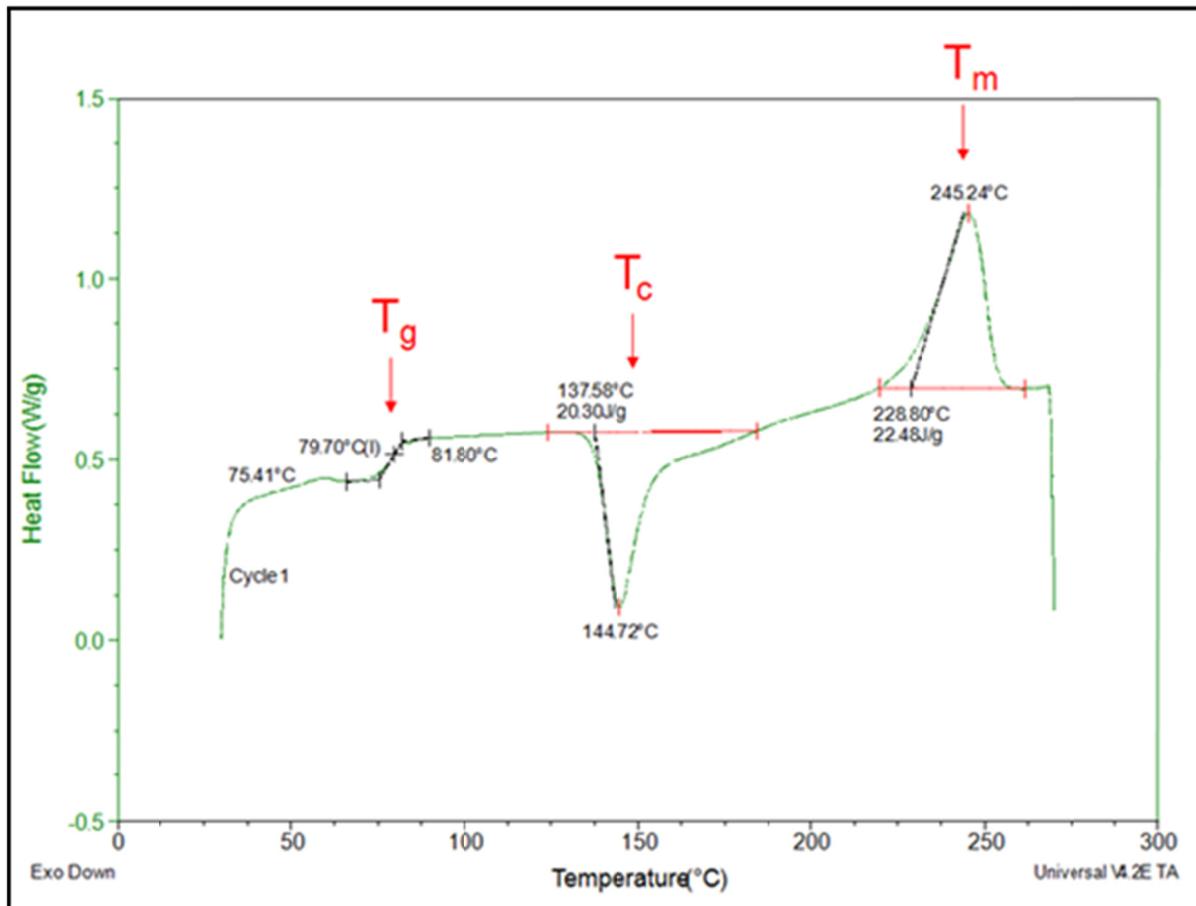


Figure 1.4 Thermogramme de PET

Tirée de Stephen Collins (p. 7)

#### 1.2.4 Les propriétés mécaniques du PET

Allison *et al.* (1967) ont étudié le comportement mécanique du PET en fonction de la cristallinité notamment l'évolution anistropique de la limite élastique et l'augmentation graduelle de l'allongement à la rupture comme le montre les graphiques présentés par la figure 1.5.

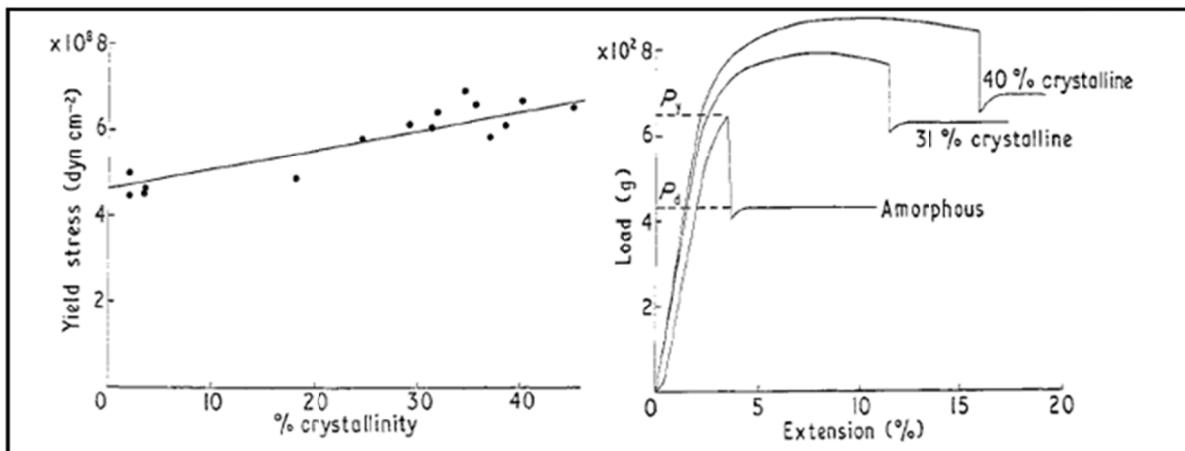


Figure 1.5 Effet de la cristallinité sur le comportement mécanique dans le cas du PET (fibre non orienté)

Tirée de Allison (1967)

### 1.2.5 Recyclage du PET

Le polyéthylène téréphthalate est un thermoplastique recyclable qui garde ses bonnes propriétés électriques et mécaniques. Bien que le recyclage demande des coûts énormes, il reste relativement moins cher que le PET vierge. Le traitement et le recyclage du PET issu des composants post-consommés nécessitent la bonne connaissance et la maîtrise de la chimie et la physique des polymères ainsi que des procédés de fabrication (Awaja, 2005).

La présence de certaines substances lors du retraitement peuvent contaminer et dégrader le PET et nuire à son recyclage. Le recyclage du PET se fait selon deux différents modes. Chimiquement, par dépolymérisation complète afin de récupérer ses monomères qui sont l'acide téréphthalique (TPA), le diméthyle téréphthalate (DMT) et le monoéthylène glycol (MEG) ou partielle pour récupérer les oligomères. Il peut également se faire mécaniquement par la séparation du PET des autres différents composants grâce à leur différence de densité (Swoboda, 2007). La figure 1.6 illustre la structure des composants issus du processus de dépolymérisation complète du PET.

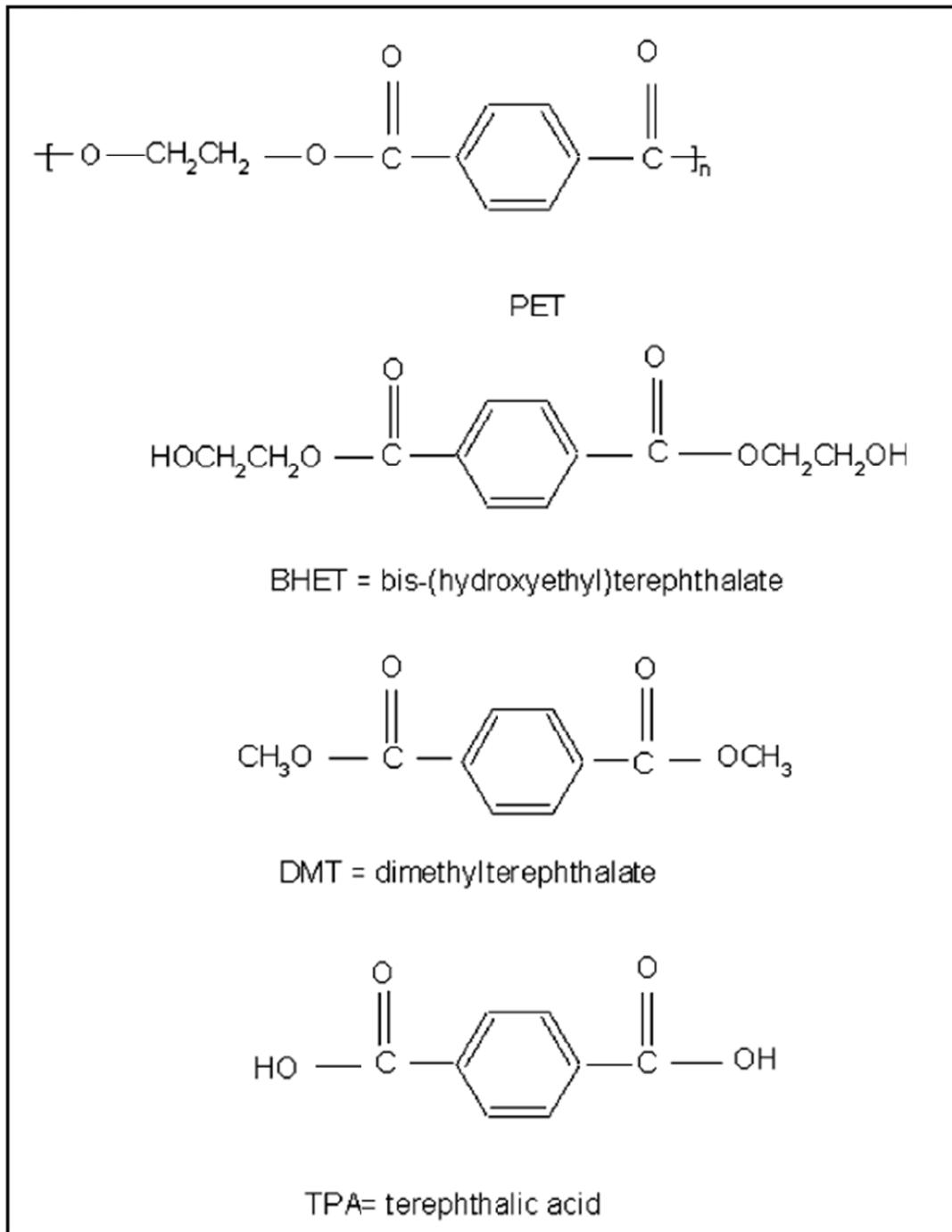


Figure 1.6 Structure des composants issus du processus de dépolymérisation du PET  
Tirée d'Awaja (2005)

La comparaison des propriétés mécaniques et thermiques du PET recyclé et vierge a été réalisée par plusieurs chercheurs. En effet, Torres *et al.* (2000) ont réalisé une étude sur les propriétés thermiques (température de transition vitreuse, de fusion et de cristallinité) et les propriétés mécaniques (module de Young, allongement à la rupture et la résistance au choc) du PET vierge et post consommé. L'effet des contaminants au niveau du PET recyclé a été également étudié. Cette étude a révélé qu'il n'y a aucun effet sur la température de transition vitreuse ni sur la température de fusion. Par contre, une augmentation de la cristallinité a été observée au niveau du PET recyclé. Le module de Young a également augmenté mais l'allongement à la rupture et la résistance au choc ont diminué. La présence des contaminants dans le PET recyclé favorise l'apparition des défauts qui représentent le siège principal de la dégradation des polymères.

Bien qu'il existe quelques études sur les propriétés mécaniques et thermiques du polyéthylène téréphthalate recyclé. Peu d'études ont été effectuées sur les propriétés électriques des composites à base de PET recyclé. Aradoaei *et al.* (2004) ont étudié le comportement diélectrique d'un composite à base de PET recyclé renforcé de bois. L'étude a été centrée sur le rôle des renforts dans la matrice surtout en ce qui concerne le facteur de dissipation.

On peut classer les matériaux selon leurs propriétés essentielles en trois catégories : Les céramiques, les organiques et les métaux. Une matière organique désigne une matière qui se ramollit sous l'action de la température comme les résines. Les composites à matrice thermoplastique et ceux à matrices thermoplastiques sont des composites à matrice organique c- à d matrice polymérique qui a tendance à ramollir ou durcir sous l'effet d'une élévation de température. Les renforts ajoutés à la matrice polymérique sont généralement des matériaux inorganiques qui sont constitués de minéraux comme les céramiques et les métaux. Les fibres de verre et mica sont un exemple de renforts employés dans l'ingénierie électrique.

### 1.2.6 Les matériaux composites

Un matériau composite est un ensemble de deux ou plusieurs constituants anisotropes et non miscibles réunis pour former un matériau ayant des propriétés supérieures à celles des composants. Il comprend généralement une matrice, des renforts et des additifs. La matrice doit être capable de protéger les renforts ajoutés et d'assurer la cohésion entre eux. Dans notre cas, on s'intéresse plus aux matériaux composites à matrice polymérique. Ces matrices peuvent être des matrices thermodurcissables ou thermoplastiques (généralement de la résine organique). Les résines thermodurcissables sont mises en forme en phase liquide et ensuite polymérisées de telle sorte qu'elles ne peuvent être mises en forme qu'une seule fois. Contrairement aux résines thermodurcissables, les résines thermoplastiques sont mises en forme par chauffage à haute température et elles sont solidifiées avec le refroidissement. Elles ont des propriétés mécaniques faibles par rapport aux résines thermodurcissables. Le tableau 1.2 illustre les principales propriétés des matrices thermodurcissables et thermoplastiques selon Maurice Reyne (Consultants, 2001).

Tableau 1.2 Principales propriétés des matrices thermodurcissables et thermoplastiques  
Tirée de Consultants (2001, p. 22)

Matrices	Thermodurcissables TD	Thermoplastiques TP
Etat de base	Liquide visqueux à polymériser	Solide prêt à l'emploi
Stockage	Réduit	Illimité
Mouillabilité des renforts	Aisée	Difficile
Moulage	Chauffage continu	Chauffage + refroidissement
Cycle	Long (polymérisation)	Court
Tenue au choc	Limitée	Assez bonne
Tenue thermique	Meilleure	Réduite (sauf nouveau TP)
Chutes et déchets	Perdus ou utilisés en charges	Recyclables
Conditions de travail	Emanations de solvants	Propreté

Les renforts représentent une armature assurant la résistance mécanique aux efforts. Ils ont souvent une forme filamentaire. Ils peuvent être des fibres de verre, de carbone ou des fibres d'aramide.

Les additifs qui sont des produits divers (colorants, plastifiants ou lubrifiants) sont incorporés à la résine pour en améliorer certaines caractéristiques ou parfois pour modifier son aspect ou même pour diminuer le coût des composites.

L'interface matrice-renforts correspond aux surfaces de contact entre la matrice et les différents renforts ajoutés. Ainsi, elle joue un rôle primordial lors de la dégradation des composites en service soumis à des contraintes.

### **1.3 Les décharges partielles et le mécanisme de la rupture diélectrique**

Dans les applications haute tension, les isolateurs sont soumis à des contraintes électriques et environnementales extrêmement sévères. Les décharges partielles et la rupture diélectrique sont deux mécanismes différents pouvant causer la dégradation et la défaillance des isolants en fonction du temps, à cette différence près que la dégradation par décharge peut durer longtemps contrairement à la rupture diélectrique qui intervient très rapidement.

#### **1.3.1 Les décharges partielles**

Bien que les décharges partielles soient généralement des phénomènes de faible amplitude, elles peuvent causer une détérioration progressive menant éventuellement à la défaillance des isolations (Kreuger, 1989).

Selon Kreuger, les décharges partielles peuvent être classées selon leur localisation dans l'isolant comme le montre la figure ci-dessous.

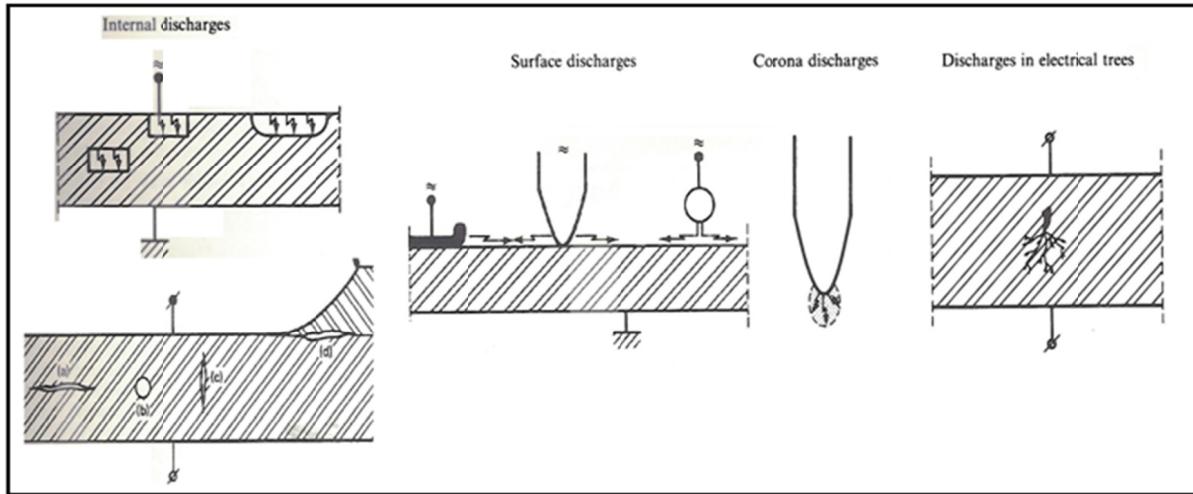


Figure 1.7 Classification des décharges partielles  
Tirée de Kreuger (1989, p. 1 et p. 2)

On distingue donc quatre types de décharges partielles:

- Les décharges internes qui se produisent au niveau des défauts internes comme les cavités où la rigidité diélectrique est moins importante dans le reste de l'isolant.
- Les décharges de surface qui surviennent sur les surfaces des isolants.
- L'arborescence qui prend naissance à partir d'un défaut dans l'isolateur et peut se propager.
- Les décharges couronnes qui se développent dans un espace gazeux sous l'effet d'un champ électrique inhomogène entre deux électrodes asymétriques comme les géométries pointe/plan, multi-pointe/plan, couteau/cylindre, fil/cylindre ou cylindre/cylindre comme le montre la figure 1.8.

Nous restreindrons notre étude aux décharges couronne et à l'arborescence.

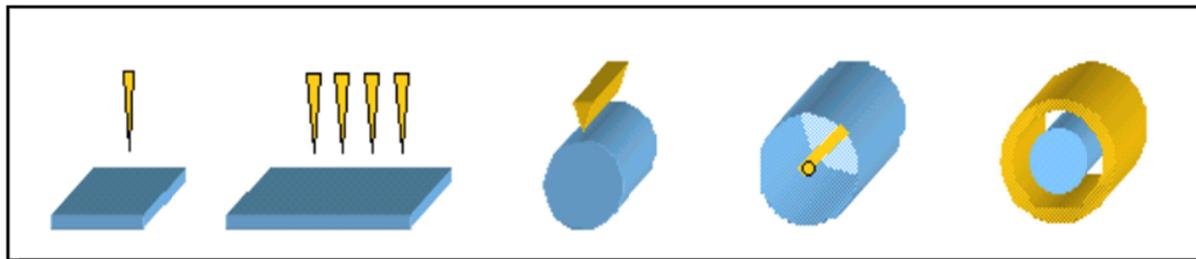


Figure 1.8 Configurations utilisées pour la production des décharges couronnes  
Tirée de Vincent (2002, p. 44)

### 1.3.2 Courant et tension d'une décharge couronne

Le phénomène des décharges couronnes est un processus complexe qui se caractérise par différents régimes. Ces décharges peuvent être représentées, selon l'amplitude de la tension appliquée et le courant, sur une courbe typique en quatre régions distinctes comme il est illustré sur la figure 1.9:

- **Région I :** Au début, à la plus faible tension appliquée, une simple collecte des charges localisées dans le milieu se fait. Cette zone se caractérise par un courant très faible.
- **Région II :** À une tension assez faible désignant la tension seuil  $V_o$ , le courant s'accroît énormément et le mécanisme de l'avalanche électronique débute sans auto-entretien de la décharge.
- **Région III :** Contrairement à la région II, cette zone se caractérise par un régime auto-entretien. Le champ électrique généré au niveau de la pointe est suffisant pour l'ionisation du gaz, donnant naissance à la décharge couronne qui apparaît sous forme de lueur bleue.
- **Région IV :** Au-delà de la tension  $V_R$ , le champ électrique généré devient plus intense de telle sorte qu'il devient possible d'atteindre l'arc électrique. Cette zone est définie par le passage du régime d'une décharge couronne à l'arc électrique.

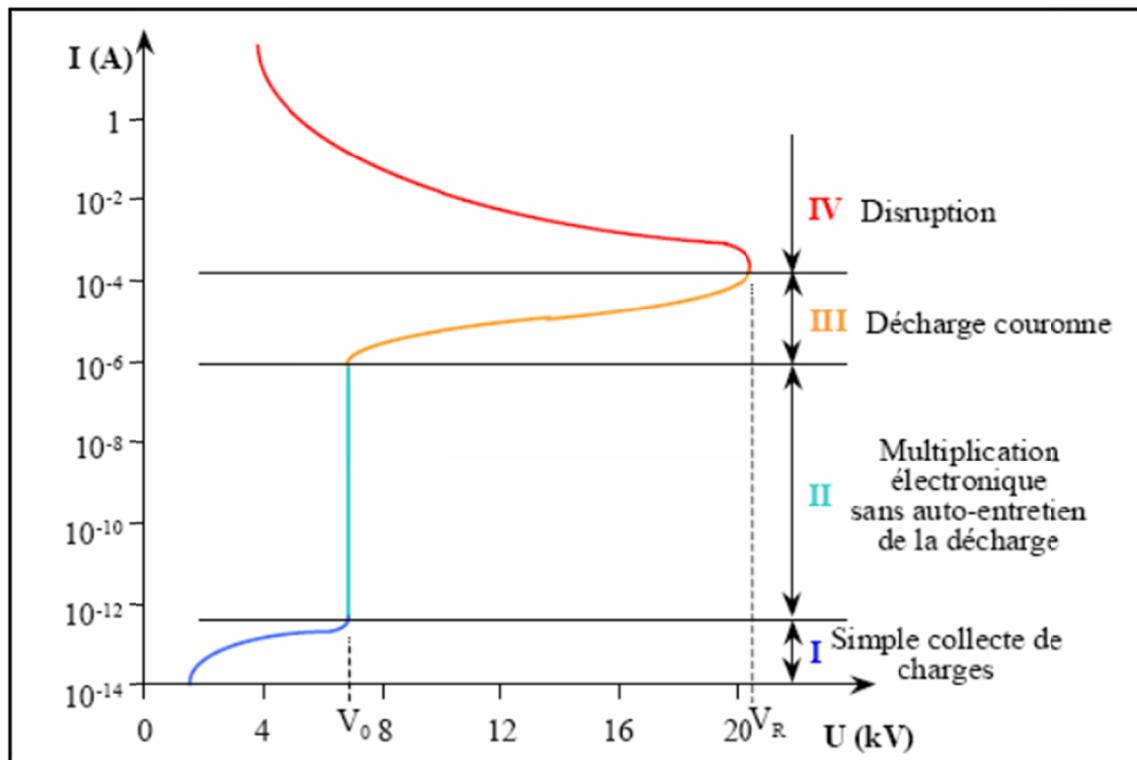


Figure 1.9 Caractéristique du courant-tension d'une décharge couronne  
Tirée de Daill (2007, p. 12)

### 1.3.3 Décharge couronne, principe et topographie

Les décharges couronnes sont des décharges électriques pré-disruptives qui se développent dans l'intervalle gazeux entre deux électrodes fortement asymétriques (Vincent, 2002). La figure 1.10 illustre le principe de la décharge couronne dans la configuration pointe plan.

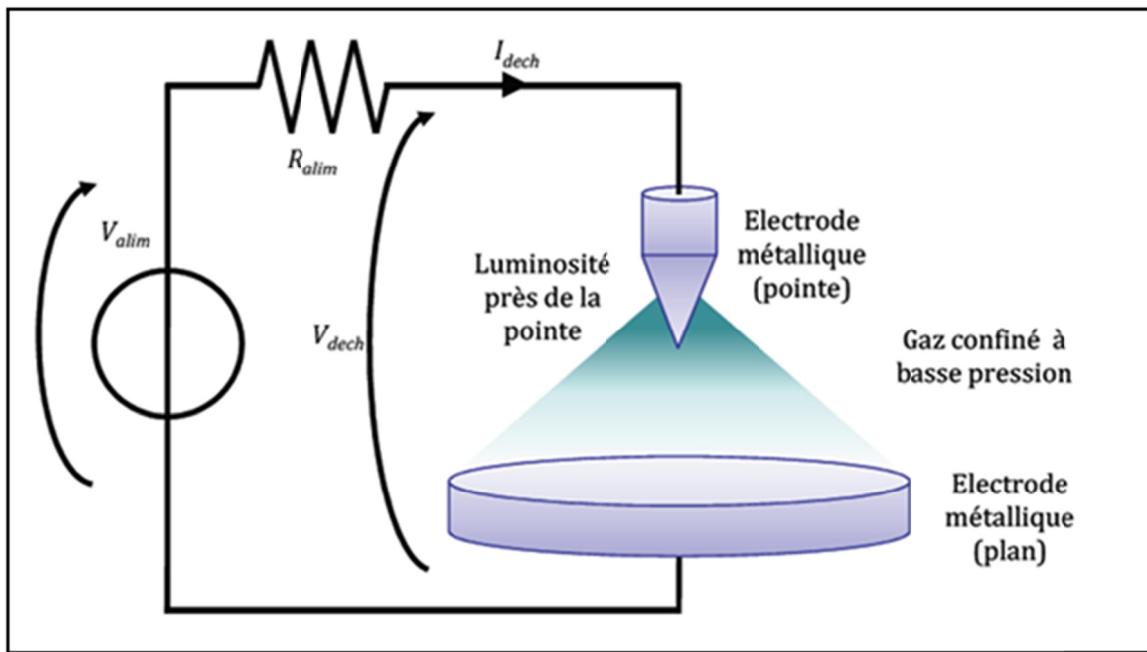


Figure 1.10 Schéma du principe de la DC dans une configuration pointe plan  
Tirée de Medina (2008, p. 9)

En appliquant la haute tension entre deux électrodes d'une géométrie pointe-plan, le champ électrique généré dans l'espace inter-electrode est inhomogène à cause de la dissymétrie des électrodes. La décharge couronne prend naissance au voisinage de la pointe où le champ électrique est extrêmement intense qui permettra l'ionisation du gaz et l'apparition d'une lueur de couleur bleutée sous forme de couronne. Selon la figure 1.11, la zone d'ionisation se caractérise par la formation du plasma et la production des ions et des électrons. Au delà de cette zone, le champ électrique diminue et les particules ionisées dérivent. Cette zone est considérée comme le siège d'une forte activité physico-chimique (Laberge, 2002).

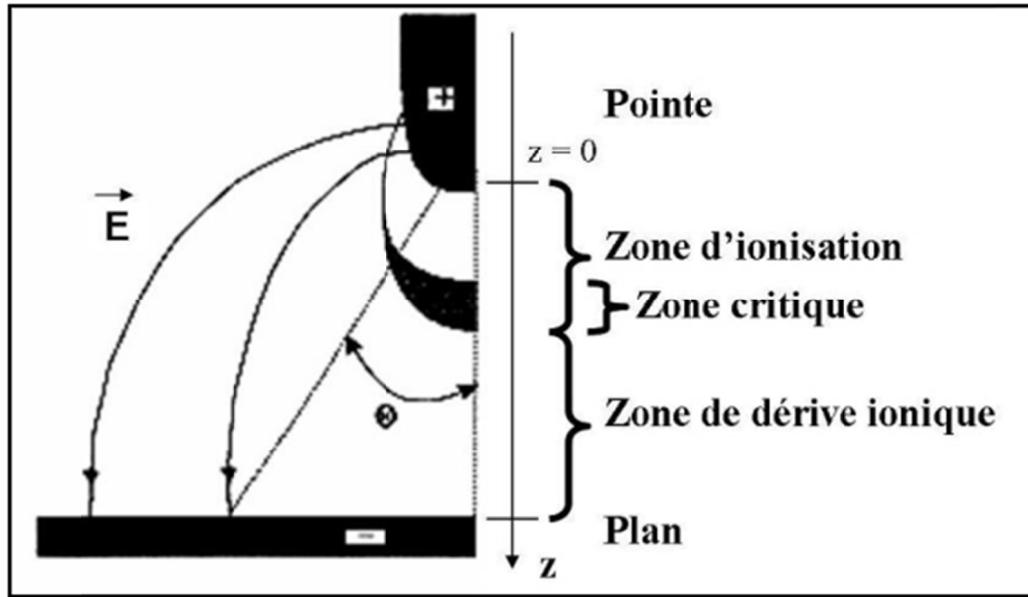


Figure 1.11 Topographie d'une décharge couronne  
Tirée de Dubois (2006, p. 35)

Pour une géométrie pointe-plan, le champ électrique est plus fort au voisinage de la pointe qu'au près de l'électrode passive. Le champ électrique moyen  $E_{moy}$  se calcule en divisant la tension appliquée par la distance inter électrode alors que le champ électrique au niveau de la pointe peut être approximativement calculé à l'aide de la formule de Mason (1955) qui présume une pointe de forme hyperboloïde de révolution (Chen *et al*, 1996).

$$E_p = \frac{2V(1 + \frac{r}{d})^{\frac{1}{2}}}{r \ln \left( \frac{r + 2d + 2d^{\frac{1}{2}} + (d + r)^{\frac{1}{2}}}{r} \right)} \quad (1.1)$$

où V représente la tension appliquée dans l'espacement inter électrode, r est le rayon de courbure de la pointe et d représente la distance inter électrode.

Dans le cas où  $r \ll d$ , l'équation peut être simplifiée :

$$E = \frac{2 * U}{r * \ln \left[ 1 + \frac{4 * d}{r} \right]} \quad (1.2)$$

L'étude du comportement diélectrique d'un isolant est d'une immense importance avant toute conception. Cependant, il n'existe aucune loi permettant de définir le comportement

diélectrique des isolants solides soit en température ou en humidité contrairement aux gaz qui sont décrit par la loi de Paschen. Toutefois, de nombreux modèles se basant sur la loi d'Arrhenius sont disponibles dans la littérature (Dissado, 1992).

#### 1.3.4 Rupture diélectrique ou claquage

La rupture diélectrique d'un isolant correspond à la création d'un arc électrique traversant l'isolant se produisant soit par une perforation ou un contournement. La figure ci-dessous montre la rupture diélectrique dans un échantillon de PET en géométrie plan-plan.

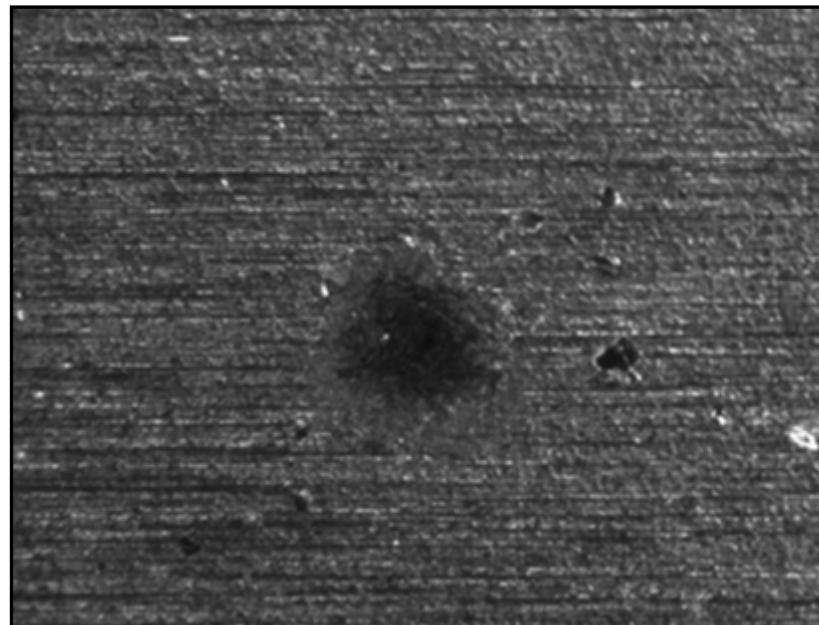


Figure 1.12 Rupture diélectrique dans un échantillon de PET  
en géométrie plan-plan  
Tirée de David (2010, p. 3)

Lorsqu'un isolant est soumis à une tension suffisamment élevée pour générer un champ capable de créer des décharges à la surface, l'érosion de l'isolant débute. Au-delà de cette tension, le champ électrique devient plus intense, l'isolant perd ses propriétés isolantes et permet le passage de l'arc électrique et le claquage se produit. La tension à laquelle la rupture diélectrique se produit présente la tension de claquage.

Dissado (1992) a classé la rupture diélectrique dans les isolants en trois catégories:

- Le modèle à faible niveau de dégradation, dans lequel les propriétés du système d'isolation sont assujetties au champ électrique avec possibilité de contribution de d'autres facteurs.
- Le modèle déterministe, dans lequel la rupture ultime est liée à l'effet direct d'un événement antérieur ou d'une condition qui a été créé suite à un dépassement du champ électrique critique.
- Le modèle stochastique dans lequel une variation du champ électrique causée par des inhomogénéités peut mener à une forte probabilité que la rupture diélectrique se produise.

D'autre part, les modèles déterministes sur les isolants solides peuvent être classés, selon les mécanismes menant à la rupture, en quatre catégories : claquage électrique, claquage thermique, claquage électromécanique et le claquage par décharges partielles.

#### **1.3.4.1 Claquage intrinsèque**

Il s'agit du mécanisme le plus simple parmi les différents mécanismes de claquage existants. Ce type de claquage appelé parfois «claquage purement électrique» ne dépend pas des électrodes ni de l'épaisseur de l'isolant. Sous l'effet du champ électrique, des électrons de la bande de conduction entrent en collision avec les particules de l'isolant produisant le claquage.

#### **1.3.4.2 Claquage thermique**

Le claquage thermique se produit lorsque la chaleur fournie par effet joule lors du passage du courant, dans un isolant, dépasse celle qui doit être évacuée. La température de l'isolant augmente entraînant une augmentation de sa conductivité donnant la possibilité de rupture par emballement thermique.

### 1.3.4.3 Claquage électromécanique

En plus des contraintes électriques, ce type de claquage dépend fortement des propriétés mécaniques notamment le module de Young (Dissado, 1992). Il est la résultante de l'effet des deux contraintes électriques et thermiques. Lorsque l'isolant est assujetti à un champ électrique intense, son épaisseur tend à diminuer sous l'effet de l'attraction électrostatique entre les électrodes. Cela entraîne un renforcement du champ électrique menant à sa rupture. À l'équilibre, la pression créée par les forces électrostatiques est égale à la réponse élastique de l'isolant. Ainsi, on peut écrire:

$$\varepsilon_0 \varepsilon_r \left(\frac{V}{d}\right)^2 = Y \log \left\{\frac{d_0}{d}\right\} \quad (1.3)$$

Y est le module de Young,  $d_0$  est l'épaisseur initiale de l'isolant et d représente l'épaisseur finale de l'isolant après l'application de la tension V.

D'où

$$V = d \left( \frac{2Y}{\varepsilon_0 \varepsilon_r} \log \left( \frac{d_0}{d} \right) \right)^{1/2} \quad (1.4)$$

Où  $\varepsilon_r$  est la permittivité relative et  $\varepsilon_0$  représente la permittivité du vide qui est égale à  $8,85 \times 10^{-12}$  F.m<sup>-1</sup>.

### 1.3.4.4 Claquage par décharge partielle

L'inhomogénéité dans un isolant qui se présente sous forme de vides ou défauts dans la structure d'un isolant peut être la cause principale d'une défaillance à long terme. Les décharges partielles apparaissent dans les isolants solides lorsque le champ électrique dépasse la valeur critique (valeur d'amorçage d'une décharge). Tant que l'isolant est soumis à des DP, des cratères vont être formés à travers l'isolant causant la destruction de l'isolant.

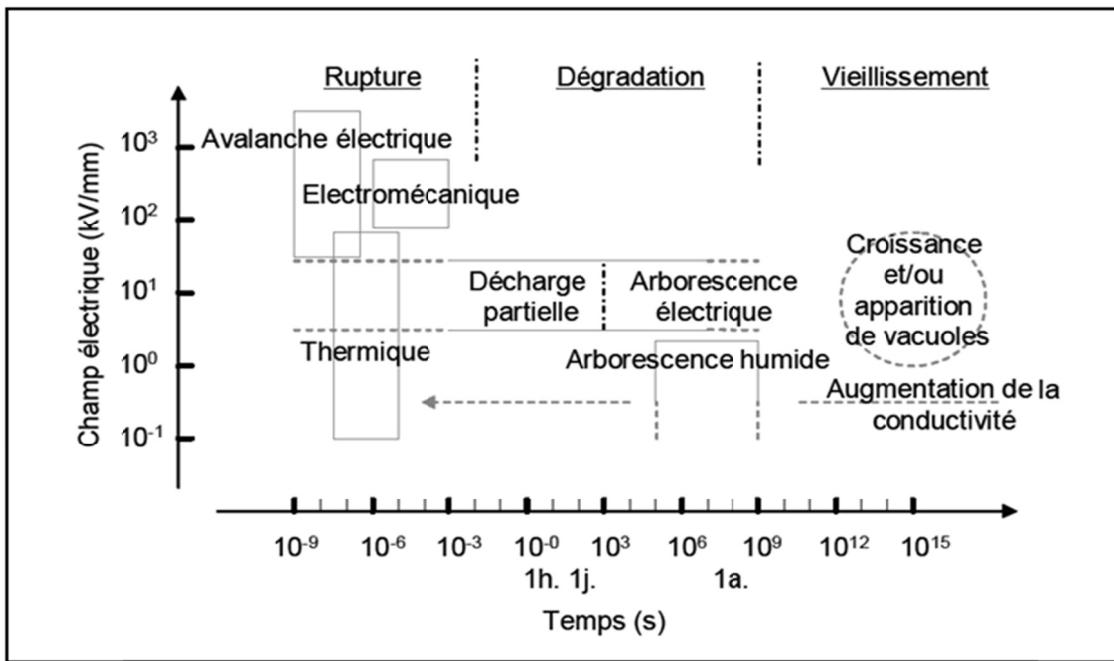


Figure 1.13 Synthèse des différents phénomènes de dégradation et de rupture et de l'hypothèse du vieillissement électrique, répertoriés selon le temps et le champ auxquels ils peuvent avoir lieu  
Tirée de Gallot-lavallee (2004)

En plus de la contrainte électrique (champ électrique) à laquelle un matériau isolant est assujetti, le temps est un facteur important à prendre en considération. En effet, un bon isolant se distingue par sa rigidité diélectrique qui a tendance à s'affaiblir avec le temps. Gallot-lavallee (2004) a proposé une synthèse des différents mécanismes intervenants lors de la dégradation des isolations avec le temps, allant du vieillissement jusqu'au claquage selon l'amplitude du champ électrique, tel qu'illustré à la figure 1.13.

#### 1.4      **Synthèse sur la dégradation par vieillissement accéléré et la rupture diélectrique dans le cas des isolants électriques**

Les mécanismes de dégradation par décharges partielles (DP) et la rupture diélectrique dans les équipements haute tension ont été largement étudiés (Dissado, 1992). Des polymères ou des composites à base de polymères comme le polyéthylène (PE), l'époxy, le polytétrafluoroéthylène (PTFE), le polyéthylène basse densité (PEBD), le polycarbonate

(PC) et le polyéthylène téréphthalate (PET), tous utilisés dans le domaine de l'industrie électrique et électrotechnique, ont été étudiés, particulièrement en ce qui concerne leur rigidité diélectrique et leur endurance aux décharges partielles.

Plusieurs facteurs sont connus pour avoir un impact sur le comportement diélectrique des polymères tel que la présence d'impuretés ou les défauts, l'humidité, la température et certainement les renforts ajoutés dans le cas des composites.

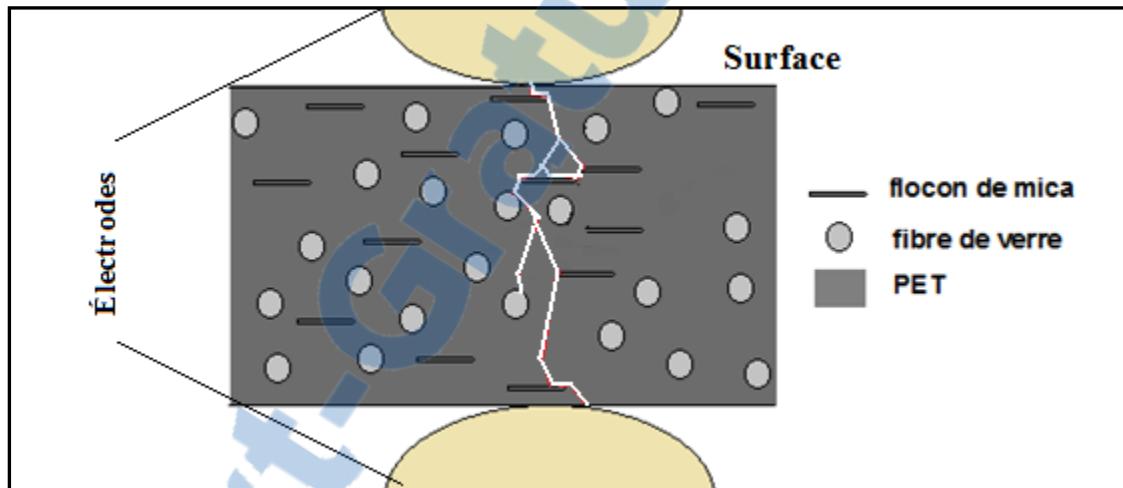


Figure 1.14 Chemin préféré de l'arc électrique (composite à base de PET chargé de fibre de verre et de mica)

Pour un isolant organique solide soumis à des contraintes électriques, l'arborescence est le mécanisme électrique le plus probable. Dans le but de prolonger la durée de vie de ces diélectriques, des renforts inorganiques de dimensions nanométriques, micrométriques, flocons ou fibres sont ajoutés afin que les arborescences se déclenchent à des tensions plus élevées ou bien que la croissance de ces arborescences soit plus faible une fois qu'elles ont été amorcées. La figure 1.14 illustre le chemin préféré de l'arc électrique dans le cas d'un composite à base de PET chargé de fibre de verre et de mica.

Plusieurs modèles physiques ont été proposés par des chercheurs afin d'expliquer le mécanisme de dégradation de surface et la rupture diélectrique. Kozako *et al.* (2004) ont étudié la dégradation aux DP des polyamides et ils ont discuté l'effet de l'ajout des renforts

de dimensions nanométriques ou du mica sur la résistance aux DP en proposant un modèle du procédé de dégradation causé par les décharges partielles dans le cas d'une géométrie sphère-plan selon la norme IEC (b).

Un autre modèle physique a été proposé par Preetha *et al.* (2011) afin d'expliquer la dégradation de surface des échantillons en composite à base d'époxy renforcé d'alumine. L'étude a abouti à la constatation que l'ajout des renforts à l'échelle nanométrique améliore la résistance à la dégradation de surface causée par DP. L'effet de la taille des renforts ainsi que la distance entre les particules sur le taux de dégradation a été vérifié. Selon eux, l'amélioration de la résistance à la dégradation de surface par effet de DP peut être attribuée à l'interaction entre les particules et les chaînes de l'époxy.

Zhe *et al.* (2009) ont également établi un modèle décrivant l'érosion de surface causée par les décharges partielles et le chemin de la propagation de l'arborescence causée par la rupture diélectrique dans le cas des composites à base d'époxy chargé d'alumine ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).

En nous inspirant des travaux antérieurs (Zhe, 2009), nous avons tenté de présenter un modèle physique qui permet d'expliquer l'érosion de surface dans le cas des composites à base de PET renforcés de fibres de verre et mica. La figure 1.15 présente le modèle proposé.

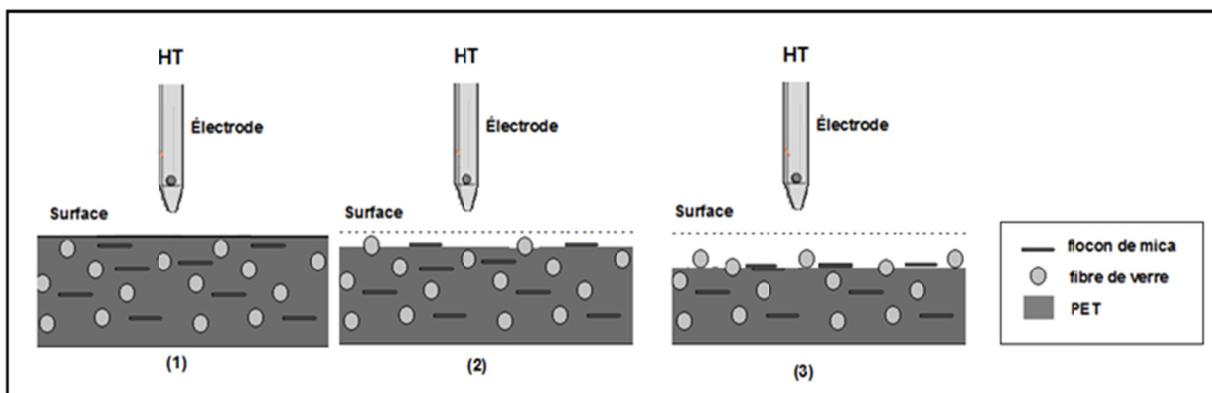


Figure 1.15 Érosion de surface (modèle dans le cas d'un composite à base de PET chargé de mica et fibre de verre)

Le rôle des renforts dans l'amélioration du comportement diélectrique à long terme a été également investigué par Lorenzo *et al.* (2007). Des polymères comme la polyoléfine et le cyclo-oléfine renforcés de nanocharges (oxyde métallique et silicates lamellaires) ont été employés dans leur étude. Le chargement des polymères a abouti à une augmentation du temps nécessaire à la dégradation superficielle par DP.

Tanaka *et al.* (2006) ont évalué l'effet des renforts inorganiques ajoutés à la résine polymérique sur l'amélioration de l'endurance à la dégradation par DP. Deux sortes de système d'électrode du type sphère-plan ont été employées pour effectuer une comparaison entre des nanocomposites à base d'époxy ou de polyimide chargé soit de silice, d'oxyde de titane ou d'alumine sur l'effet des nanocharges sur l'amélioration de la résistance aux DP. Il s'est avéré que la morphologie des nanocomposites et la taille des renforts jouent un rôle important dans l'amélioration de la résistance à la dégradation aux DP.

Plusieurs études ont été effectués sur l'étude de l'érosion de surface sous effet couronne dans l'air. L'érosion de surface causée par les décharges couronne des échantillons de PE chargé de silice ( $\text{SiO}_2$ ), a été étudiée par Sami *et al.* (2010). La rugosité de surface a été discutée en fonction des pourcentages des renforts de  $\text{SiO}_2$  ajoutés à la résine de PE. Les chercheurs ont constaté que l'introduction de petite quantité de renforts nanométriques de silice peut améliorer les propriétés diélectriques de la résine de PE.

La présence d'impuretés et des défauts dans les isolations peut accélérer fortement leur dégradation. En effet, une étude statistique sur la rupture diélectrique du polyéthylène téréphthalate (PET) et le polyéthylène basse densité (LDPE) a été menée par KaZuo *et al.* (2008). Les essais de la rupture diélectrique ont été réalisés en utilisant une géométrie plan-plan et les résultats ont été évalués en fonction des paramètres de la distribution de Weibull. L'influence du nombre et de taille des impuretés sur la rupture diélectrique a été discutée. Les résultats ont indiqué que le facteur d'échelle et le facteur de forme ne dépendent pas du nombre d'impuretés mais plutôt de leur taille.

Une série de tests a été menée par Ahikari *et al.* (2011) afin d'examiner la résistance aux DP des isolations en PET utilisés dans les installations sous-marines. Cette étude comparative a été réalisée dans les mêmes conditions (contraintes électriques et thermiques), sur des échantillons contenant des vides artificiels. Cette étude a mis en évidence le rôle des facteurs contribuant au contrôle de l'activité des DP comme la pression et le type de gaz présent.

Suzuoki *et al.* (2008) ont également vérifié le changement de l'activité des décharges au niveau des vides et l'influence de l'atmosphère. L'étude a compris également une inspection de la relation entre l'amplitude de l'activité des décharges partielle et la tension appliquée pour initier la décharge et celle nécessaire au claquage.

Grybowski *et al.* (1999) ont présenté une analyse statistique de la rupture diélectrique réalisée sur des échantillons de PET. L'effet de l'humidité et les défauts ont été investigués. Selon eux, la présence des défauts comme les défauts à l'échelle micrométrique peuvent largement modifier les résultats des essais de la rupture diélectrique.

Une étude de la rigidité diélectrique, du facteur de dissipation et des décharges partielles sur des films de PET a été réalisée par Gefle *et al.* (2005). D'après cette étude, les paramètres de la rupture des films polymériques peuvent être largement modifiés à cause du contact non idéal entre les isolants et les électrodes.

La dégradation d'un isolant débute lorsque la tension appliquée atteint une tension critique appelée tension d'initiation des DP. Danikas *et al.* (2004) ont examiné la possibilité de dégradation en dessous du champ d'amorçage d'un isolant assujetti à des DP. Une configuration pointe-plan a été employée afin de vérifier l'activité des décharges en dessous du champ d'amorçage en fonction du rayon de courbure de la pointe et l'espace inter-electrodes. L'étude a confirmé la possibilité de la présence des DP sous forme d'impulsion même si la tension appliquée est en dessous de la tension d'initiation.

## 1.5 Conclusion

Ce chapitre nous a donné l'occasion de faire un état de l'art sur les matériaux composites à matrice polymérique et de décrire les principaux mécanismes intervenant lors de la dégradation des matériaux polymériques sous haute tension comme le vieillissement accéléré par DP et la rupture diélectrique qui constituent les principales tâches qu'on devrait faire durant ce travail.

Bien que plusieurs études ont été effectuées sur les mécanismes de dégradation sous décharges et la rupture diélectrique des nanocomposites et des composites à matrice thermodurcissable, nous remarquons que peu d'informations existent concernant les composites à base de résine thermoplastique renforcés de matières inorganiques comme les fibres de verre et le mica. Toutefois, quelques études concernant des thermoplastiques non chargés ont été effectuées.

L'objectif du chapitre suivant est de faire une description des matériaux composites à base de PET recyclé renforcés de fibre de verre et mica tout en présentant les différentes techniques et équipements utilisés lors de la caractérisation de ces matériaux candidats.



## CHAPITRE 2

### DESCRIPTION DES MATÉRIAUX CANDIDATS

Nous proposons dans ce chapitre une description des matériaux retenus pour la présente étude ainsi que les différentes techniques employées pour la caractérisation des propriétés thermiques et électriques. Nous commençons d'abord par une description sommaire des différents matériaux candidats. Ensuite, nous présentons les différentes techniques utilisées pour la caractérisation, chacune sera suivie des résultats relatifs aux analyses thermiques et mesures électriques dans le domaine temporel et fréquentiel.

#### 2.1 Les matériaux candidats

Pour des raisons de confidentialité, les conditions de préparation des composites étudiés et les recettes détaillées ne seront pas divulguées. Par contre, une description sommaire des matériaux candidats incluant les proportions des principales constituantes sera donnée dans le tableau 2.1.

Tableau 2.1 Description sommaire des différents matériaux

Produit	Fibre de verre (%)	Mica (%)	Autres
VNT 340HD	26,5	14 (150S)	PET et additif
VNT 840	26,5	14 (150S)	PET et additif
VNT 340SK	26,5	14 (60S)	PET et additif

Le matériau VNT840 comprend trois lots soit la boîte#4, boîte#16 et boîte#28. Ces lots correspondent à des échantillons du début, de milieu et de la fin de la ligne d'extrusion. Il s'agit de composites à base de polyéthylène téréphthalate recyclé (PET) comme matrice, renforcés de fibres de verre, de mica et de noir de carbone. Ces composites sont destinés à la fabrication des supports de bougies d'allumage pour l'automobile.

Les échantillons étudiés sont des disques de 101 mm de diamètres et 1,6 mm d'épaisseur. Ils sont fabriqués par le Groupe Lavergne selon le procédé d'injection à partir de granules de PET recyclé, contenant des flocons de mica et des fibres de verre. Du noir de carbone ainsi que des additifs comme des plastifiants sont aussi incorporés afin d'améliorer l'aspect de surface.

Les fibres de verre ont des bonnes propriétés mécaniques et une bonne résistance thermique. Ils ont un champ de claquage élevé et un facteur de dissipation faible. Les fibres de verre utilisées dans les matériaux candidats sont du type E sans sodium. Ce type de fibre de verre est employé pour améliorer les propriétés mécaniques des composites.

Le mica est utilisé sous forme de flocons de deux tailles différentes 60S et 150S ce qui correspond à 254 µm et 89 µm (voir tableau 2.2). Le mica, qui joue le rôle de barrière diélectrique grâce à son champ de claquage élevé et sa résistance aux décharges partielles, a un facteur de perte constant jusqu'à 50MHz et une stabilité thermique jusqu'à 600°C (Pham, 2005).

Tableau 2.2 Taille des flocons de mica employés dans l'étude

Taille (Grit)	Pouce	Micron
60	0,010	254
150	0,0035	89

Ul Haq *et al.* (2011) ont étudié l'effet des renforts de mica sur l'endurance des composites à base de PET. Cette étude a révélé que l'endurance électrique a été significativement améliorée par l'ajout du mica, comme il est illustré sur la figure 2.1.

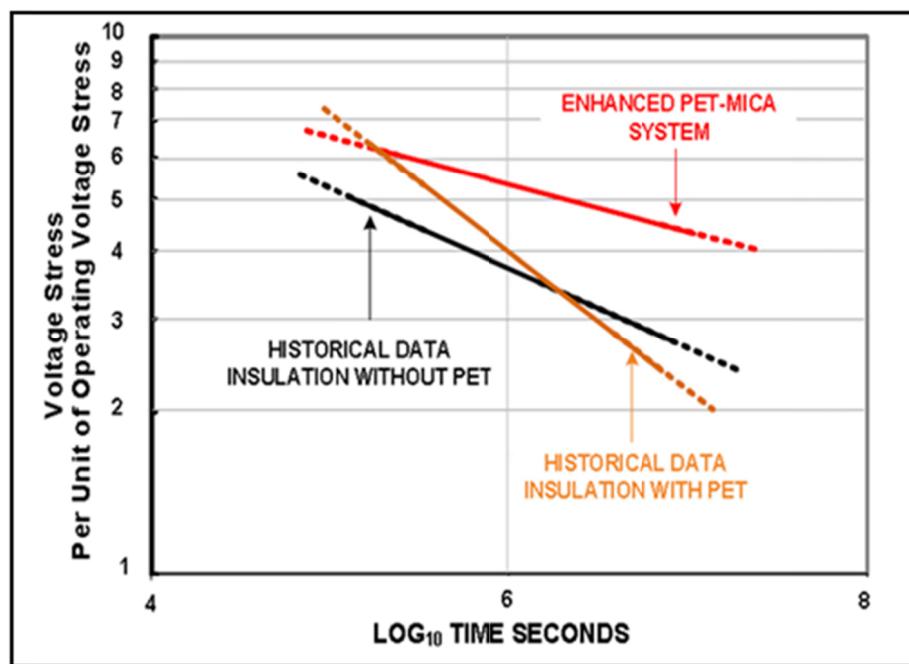


Figure 2.1 Comparaison des courbes d'endurance  
Tirée de Ul Haq (2011, p. 3)

Le noir de carbone qui est incorporé avec une concentration moins importante rend le composite opaque et permet d'améliorer la résistance à la dégradation causée par les rayonnements ultraviolets.

L'interface matrice-renforts joue un rôle déterminant dans les propriétés finales d'un composite (Heman, 2008). De nombreuses études ont été effectuées sur le rôle de l'interface matrice-renforts dans les composites. Il est bien connu que l'interface entre les fibres et la matrice de résine joue un rôle important sur les propriétés électriques et mécaniques des composites. La qualité de l'interface est importante particulièrement dans le cas d'arborescence électrique (Hermann *et al*, 1990). Les résultats obtenus ont montré que le chemin préférentiel des arbres est le long de l'interface résine-fibre de verre. Dans notre travail, l'étude de l'interface matrice-renforts sera limitée par l'analyse microscopique.

## 2.2 Techniques expérimentales

L'objectif de cette section est de déterminer les propriétés thermiques, électriques et mécaniques des matériaux composites de notre étude. Nous vérifierons d'abord la présence des défauts et la dispersion des renforts dans la matrice par l'observation microscopique des trois matériaux. Ensuite, nous présenterons les différentes techniques d'analyse utilisées pour la caractérisation. Pour chaque technique, le principe sera décrit et le dispositif expérimental sera présenté suivi des résultats relatif à l'analyse.

### 2.2.1 Observation microscopique

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique d'observation de la topographie des surfaces. Lorsque le faisceau d'électrons bombarde la préparation, il pénètre dans l'échantillon et interagit avec la matière. Deux types d'émissions électroniques sont collectées à partir de cette interaction: les électrons secondaires qui serviront à construire l'image et les électrons rétrodiffusés qui permettront d'obtenir différents niveaux de gris en fonction de la densité atomique des éléments de l'échantillon (Paqueton *et al.* 2006). La figure 2.2 illustre le microscope électronique à balayage utilisé lors de notre étude.

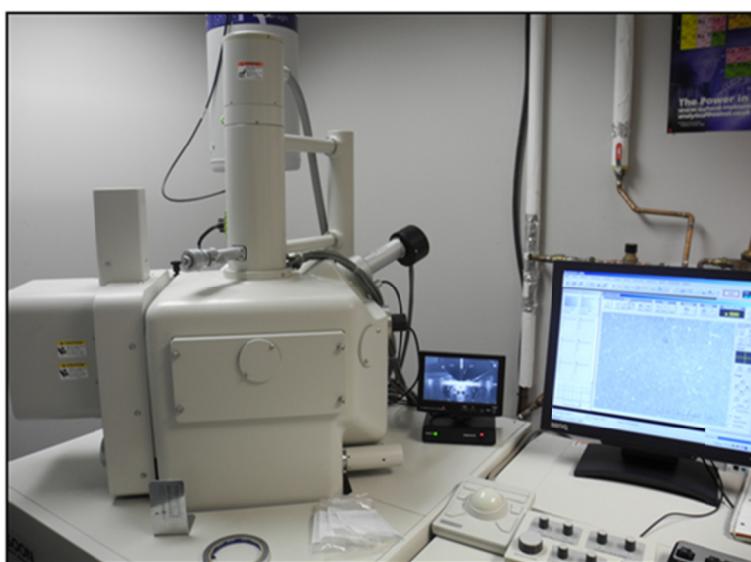


Figure 2.2 Microscope électronique à balayage utilisé

Étant donné que les échantillons ne sont pas conducteurs, un recouvrement d'une couche d'or était nécessaire avant d'utiliser le microscope électronique. Cela a été effectué à l'aide d'un appareil de revêtement d'or modèle EMITECH K550X illustré par la figure 2.3.



Figure 2.3 Appareil de revêtement d'or modèle  
EMITECH K550X

Ci-dessous sont présentées des photographies prises à l'aide du microscope électronique à balayage (MEB). Le but de cette observation est de vérifier la dispersion des composants inorganiques (fibre de verre et mica) dans la matrice thermoplastique (PET) et d'essayer de détecter les défauts et les porosités se trouvant dans les échantillons de chaque matériau.

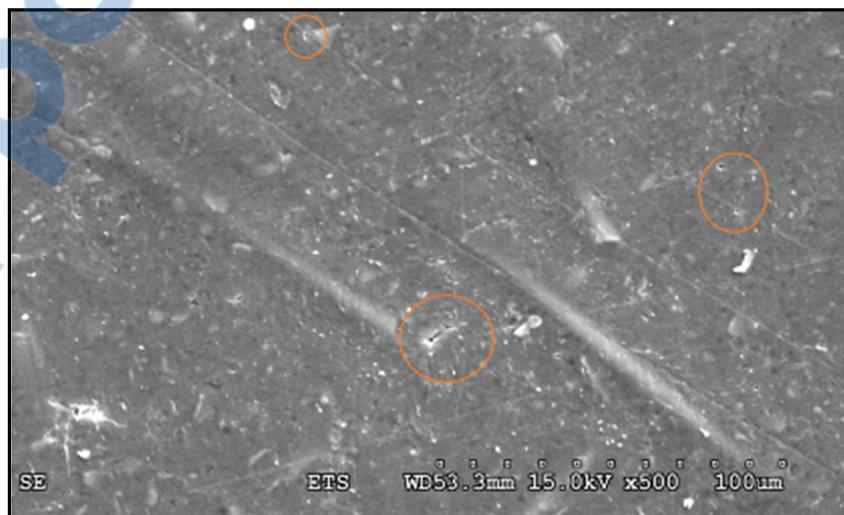


Figure 2.4 Photographie de la surface de VNT840 (X500)



Figure 2.5 Photographie de la surface de VNT340HD (X500)



Figure 2.6 Photographie de la surface de VNT340SK (X500)

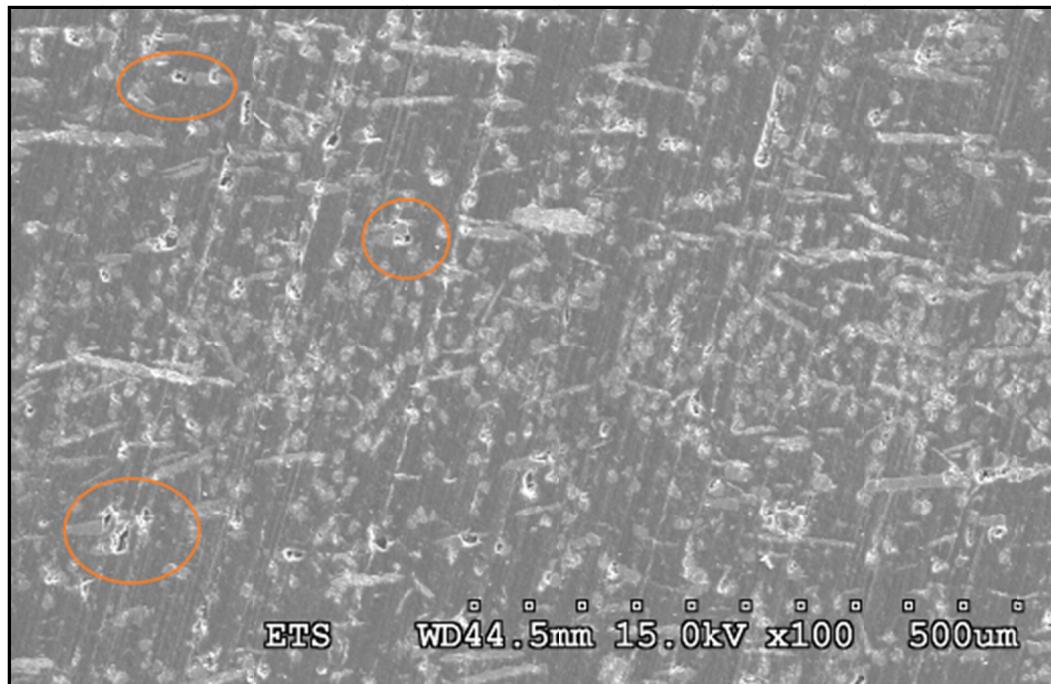


Figure 2.7 Microscopie électronique d'une coupe de VNT340HD (X100)

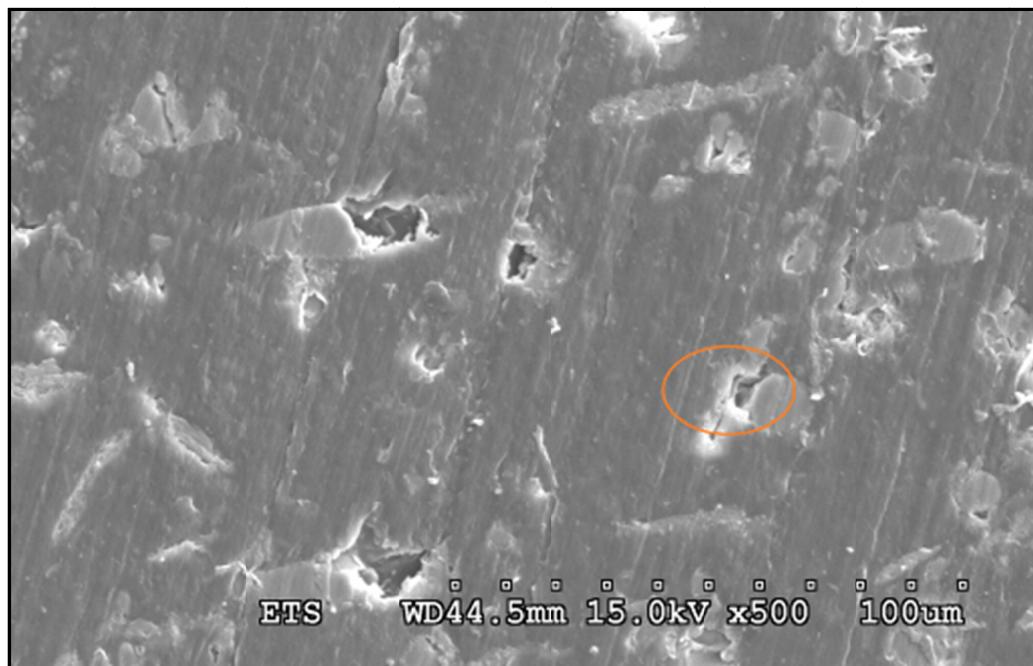


Figure 2.8 Microscopie électronique d'une coupe de VNT340SK (X500)

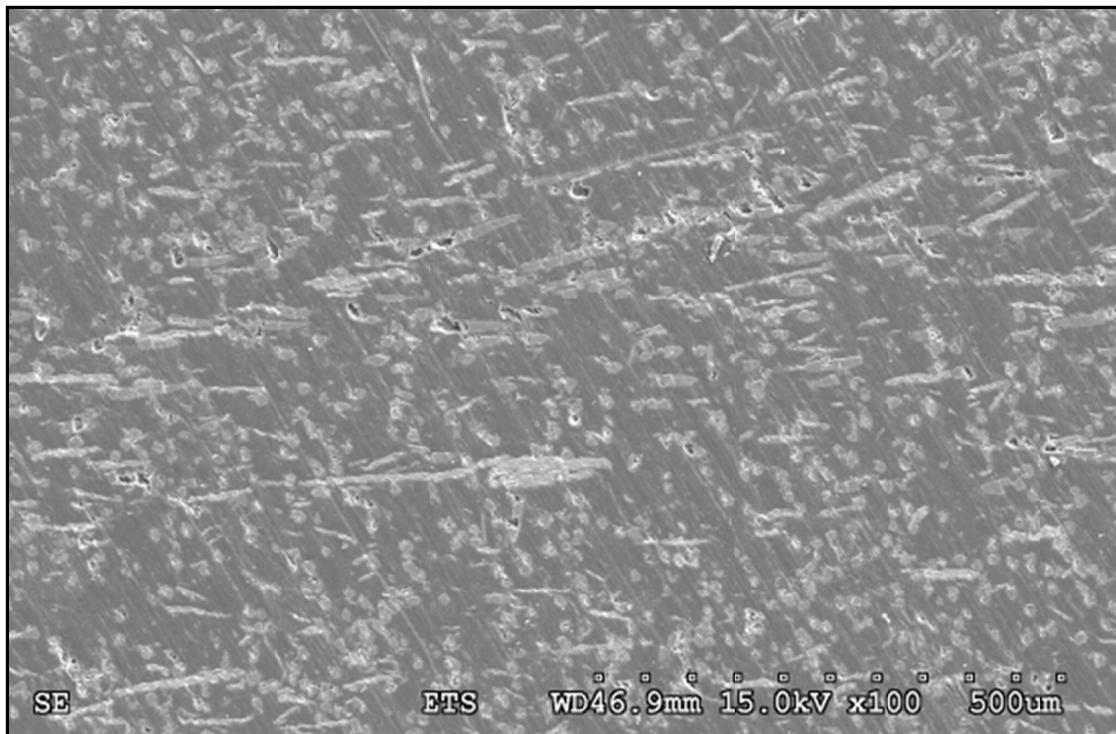


Figure 2.9 Microscopie électronique pour une coupe de VNT340SK (X100)

Les figures 2.4 à 2.9 illustrent la morphologie des surfaces et des coupes des trois matériaux candidats. Quelques décollements des fibres de verre ont été observés. Quelques cavités sous forme irrégulière se présentent au niveau de la matrice d'une façon non uniforme. Ces porosités peuvent provenir du procédé d'injection utilisé pour la fabrication des échantillons.

## 2.2.2 Analyse thermique

### 2.2.2.1 Analyse thermogravimétrique (TGA)

C'est une technique permettant de mesurer la variation de la masse d'un spécimen lorsqu'un régime de température est appliqué sous atmosphère contrôlée. Lorsque l'échantillon est chauffé, il peut survenir des réactions chimiques comme l'évaporation, la décomposition ou l'oxydation résultant en variation de la masse et en changement de phase de l'échantillon.

Cette variation est mesurée et tracée en fonction du temps ou de la température. La figure 2.10 montre le schéma du principe de l'appareil TGA.

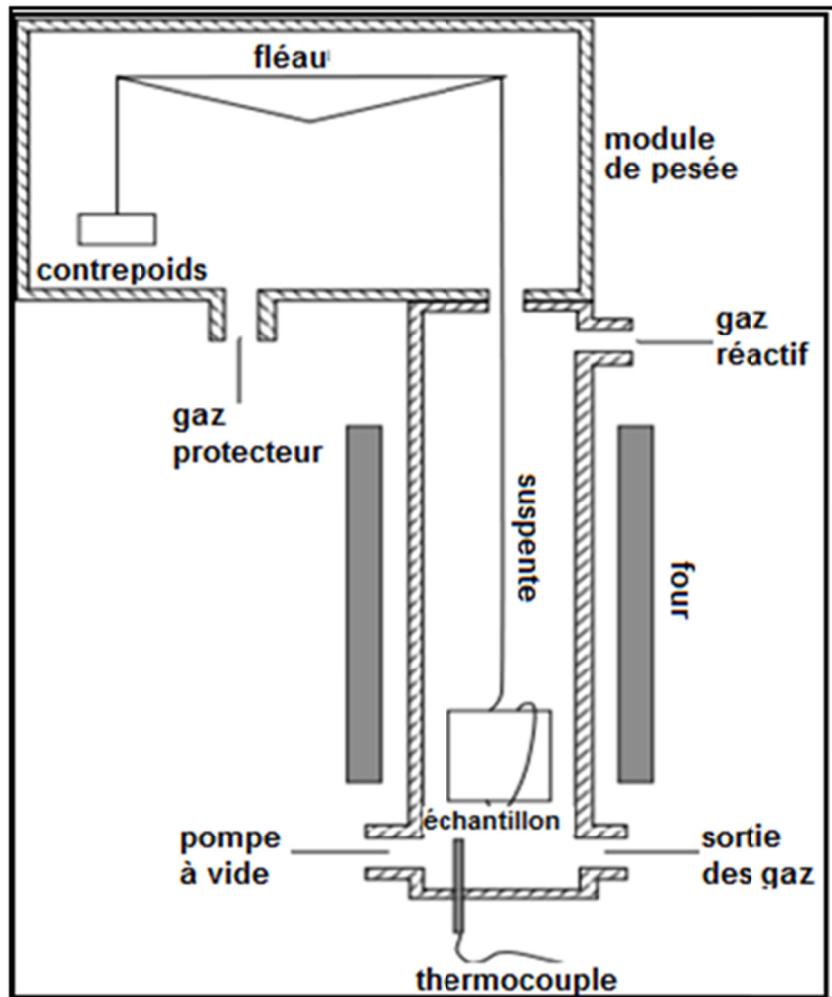


Figure 2.10 Schéma de principe de l'appareil de TGA  
Tirée et adaptée de Wikipédia

Les mesures ont été effectuées selon la norme ASTM E1131-03 entre 25 et 900°C en utilisant l'analyseur thermogravimétrique Perkin Elmer présenté sur la figure 2.11. L'échantillon a été d'abord chauffé dans des conditions inertes ( $N_2$ ) à 600 °C avec une rampe de montée de  $10\text{ C}^\circ.\text{min}^{-1}$ . Après, l'atmosphère a été commutée sur une atmosphère oxydante à 600°C. Ensuite, l'échantillon a été réchauffé jusqu'à 900°C avec une vitesse de balayage de  $40\text{ C}^\circ.\text{min}^{-1}$ .

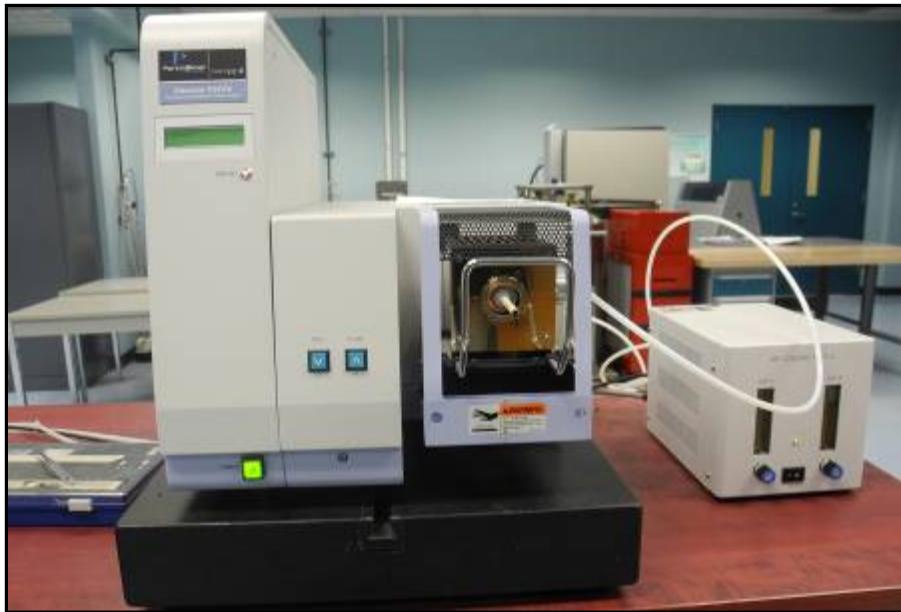


Figure 2.11 Appareil utilisé pour mesure de TGA

La figure 2.12 illustre la variation de la masse en fonction de la température. La forme de la courbe TGA révèle qu'il y a une décomposition chimique en trois paliers. La forme du premier palier montre qu'il y a une évaporation du liquide présent dans l'échantillon. Sur le deuxième palier, une perte de masse importante est observée à partir de 350°C. La décomposition de la résine PET se fait entre 350 et 500°C. Le troisième palier illustre la combustion du noir de carbone lors du changement du gaz.

Lors de l'analyse du matériau VNT340HD, l'échantillon a perdu approximativement 2% de sa masse vers 350°C. Il s'agit de la perte d'humidité et la volatilisation des plastifiants ajoutés. Une décomposition des spécimens à 52 % a eu lieu entre 350 et 600°C. La combustion du noir de carbone ajouté au PET est faite lors du changement du gaz. Il reste un résidu de 40%, ce qui correspond aux fibres de verre et mica ajouté à la résine de PET. L'inspection visuelle du résidu révèle qu'il est d'aspect vitreux.

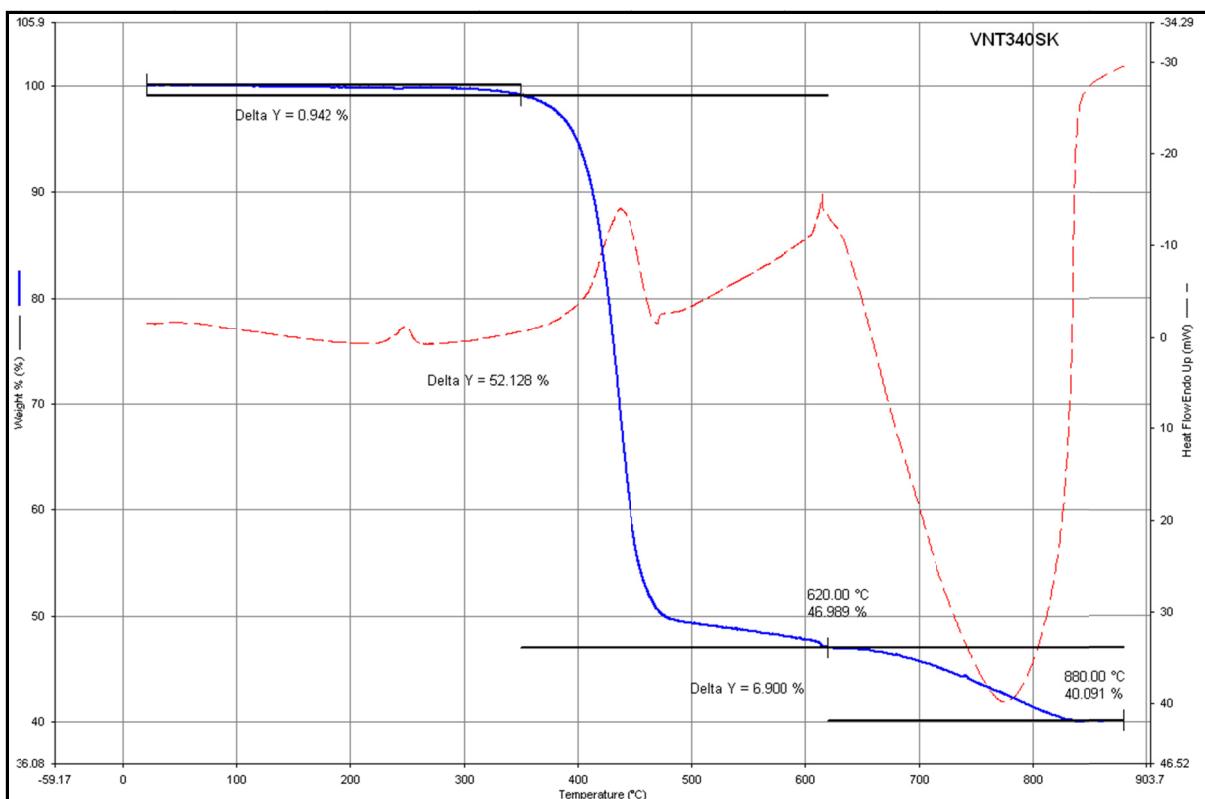


Figure 2.12 Courbe TGA pour l'échantillon VNT340SK

Les teneurs de la matrice organique (PET) et les renforts inorganiques sont déterminés avec une grande précision vue que dans ces conditions expérimentales, la résine est complètement décomposée alors que les renforts comme les fibres de verre et le mica ne se dégradent pas. Le tableau 2.3 illustre les teneurs des constituants des trois matériaux analysés par TGA. Le premier palier thermogravimétrique (25-350°C) montre que le VNT340HD présente le plus grand pourcentage des plastifiants et le pourcentage du résidu confirme que les trois matériaux contiennent 40% de la matière inorganique (fibre de verre et mica).

Tableau 2.3 Teneurs des composants des trois matériaux analysés par TGA

	Paliers thermogravimétriques (%)		
	25-350°C	350-620°C	620-900°C
VNT340HD	1,820	48,96	7,6
VNT340SK	0,942	52,12	6,9
VNT840	0,335	52,01	7,3

### 2.2.2.2 Calorimétrie différentielle à balayage (DSC)

L'analyse DSC (Differential Scanning Calorimetry) est une méthode qui sert à déterminer la variation du flux de chaleur absorbée ou dégagée par le spécimen en fonction de la température ou du temps lorsqu'il est soumis à un programme de température sous atmosphère contrôlée. Lorsque le spécimen est chauffé, il peut survenir des changements de phases endothermiques ou exothermiques accompagnés d'échange de chaleur. L'appareil dispose de deux cellules de mesure, l'une qui est vide est prise comme référence et l'autre contenant l'échantillon à analyser. Cette méthode nous permet de déterminer la température des différentes transformations survenues et de quantifier le flux de chaleur. La figure 2.13 illustre un schéma du principe de l'appareil de DSC.

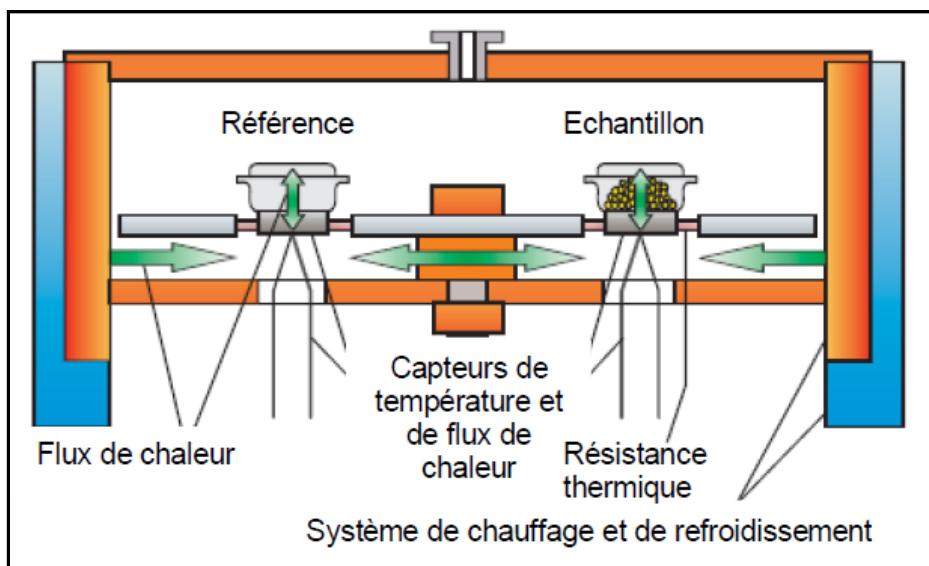


Figure 2.13 Schéma de principe de l'appareil de DSC  
Tirée du secteur de polymères et matériaux composites

Les mesures de DSC ont été réalisées avec un analyseur Perkin Elmer Diamond entre 0 et 300°C sous atmosphère inerte ( $N_2$ ) avec une vitesse de balayage de  $10^{\circ}\text{C. min}^{-1}$ . La figure 2.14 présente l'analyseur utilisé lors de cette étude.

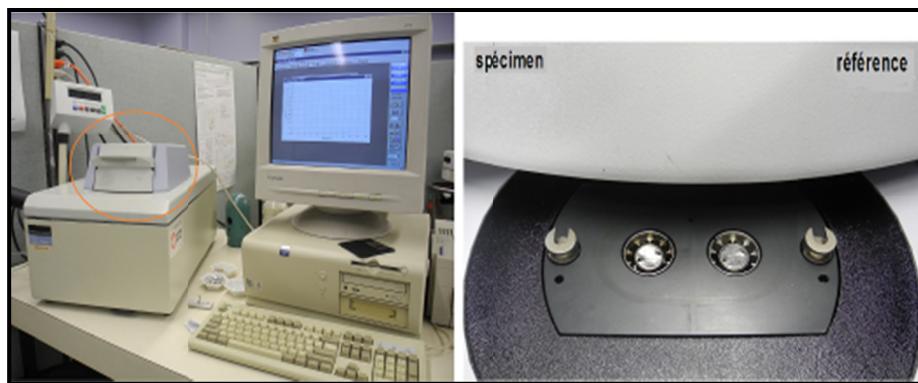


Figure 2.14 Analyseur Perkin Elmer Diamond

La figure 2.15 représente le spectre obtenu par la technique DSC. Ceci révèle la présence d'un saut de flux à environ  $80^{\circ}\text{C}$ , qui correspond à la température de transition vitreuse du composite analysé. On observe clairement le pic exothermique qui caractérise la cristallisation entre  $110$  et  $150^{\circ}\text{C}$ . Le pic endothermique qui définit la fusion est situé entre  $240$  et  $265^{\circ}$  avec un maximum de  $252^{\circ}\text{C}$ . Les spectres enregistrés pour les trois composites montrent une grande similitude avec le celui du PET. Tenant en compte des résultats, nous pouvant affirmer que les propriétés thermiques des composites à base de PET restent proches de celles du PET.

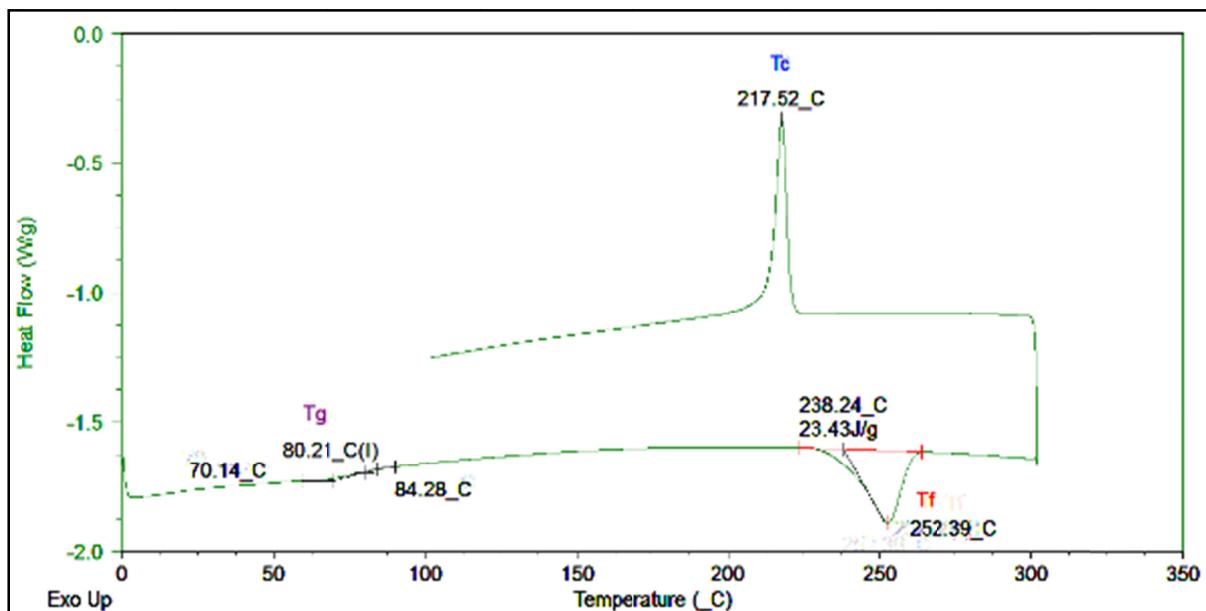


Figure 2.15 Analyse Enthalpique Différentielle sur composite à base de PET

### 2.2.2.3 Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)

La Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (ou FTIR : Fourier Transformed Infra Red spectroscopy) est une méthode non destructive servant à analyser des matériaux. Grâce aux vibrations de la structure moléculaire causées par l'absorption des rayonnements infrarouges, une large gamme de matériaux organiques ou inorganiques peuvent être identifiés selon leurs liaisons chimiques qui sont enregistrées sous forme de spectre infrarouge. Il existe trois modes de mesure en spectroscopie FTIR, la transmission (TR), la réflexion (R) et la réflexion totale atténuée (ou ATR : Attenuated Total Reflexion). Le mode de mesure sera choisi en fonction de l'épaisseur et de la transparence de l'échantillon (dans le cas des matériaux solides).

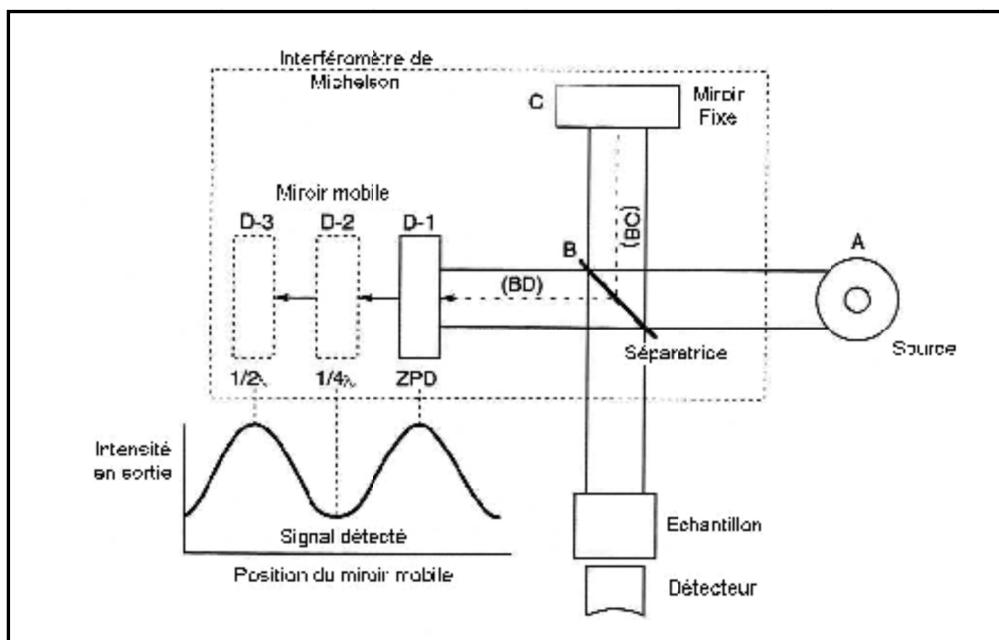


Figure 2.16 Schéma d'un spectromètre à transformée de Fourier  
Tirée de biophy research

Le principe de cette technique, comme il est représenté sur la figure 2.16, consiste à mesurer les longueurs d'onde auxquelles le matériau absorbe et les intensités de l'absorption. Le faisceau infrarouge provenant de la source A est dirigé vers l'interféromètre de Michelson qui va moduler chaque longueur d'onde du faisceau à une fréquence différente. Dans

l'interféromètre le faisceau lumineux arrive sur la Séparatrice. La moitié du faisceau est alors dirigée sur le miroir fixe, le reste passe à travers la séparatrice et est dirigé sur le miroir mobile. Quand les deux faisceaux se recombinent, des interférences destructives ou constructives apparaissent en fonction de la position du miroir mobile. Le faisceau modulé est alors réfléchi des deux miroirs vers l'échantillon, où des absorptions interviennent. Le faisceau arrive ensuite sur le détecteur pour être transformé en signal électrique (Biophy research).

Les essais sont effectués sur des échantillons en composites de PET grâce à un spectromètre FTIR Thermo Electron Nicolet 6700 représenté par la figure 2.17. Les échantillons sont sombres et épais ce qui nous a poussé à choisir le mode de réflexion total atténuée (ATR) pour réaliser les mesures. Le contact entre le cristal de germanium et l'échantillon permet au faisceau de se propager dans le cristal et de se refléter à l'interface du cristal/échantillon. Par la suite une onde nommée onde évanescante sera absorbée par le spécimen et elle sera enregistrée sous forme de spectre IR.



Figure 2.17 Spectromètre FTIR Nicolet 6700

Les mesures sont réalisées dans une gamme de nombres d'onde de 4000 à 400  $\text{cm}^{-1}$ , tel qu'illustré par la figure 2.18. Les spectres IR enregistrés pour les trois composites de PET sont semblables à celui du PET. Tous les pics sont présents notamment les bandes caractéristiques à 1340  $\text{cm}^{-1}$  et à 1370  $\text{cm}^{-1}$  (Bach Cristina, 2009). Ils révèlent bien qu'il s'agit du PET mais la présence des renforts comme le mica et les fibres de verre ne sont pas observées. Cela s'explique par le fait que le contact établi à chaque fois entre les échantillons à analyser et le cristal se fait avec la matrice (PET).

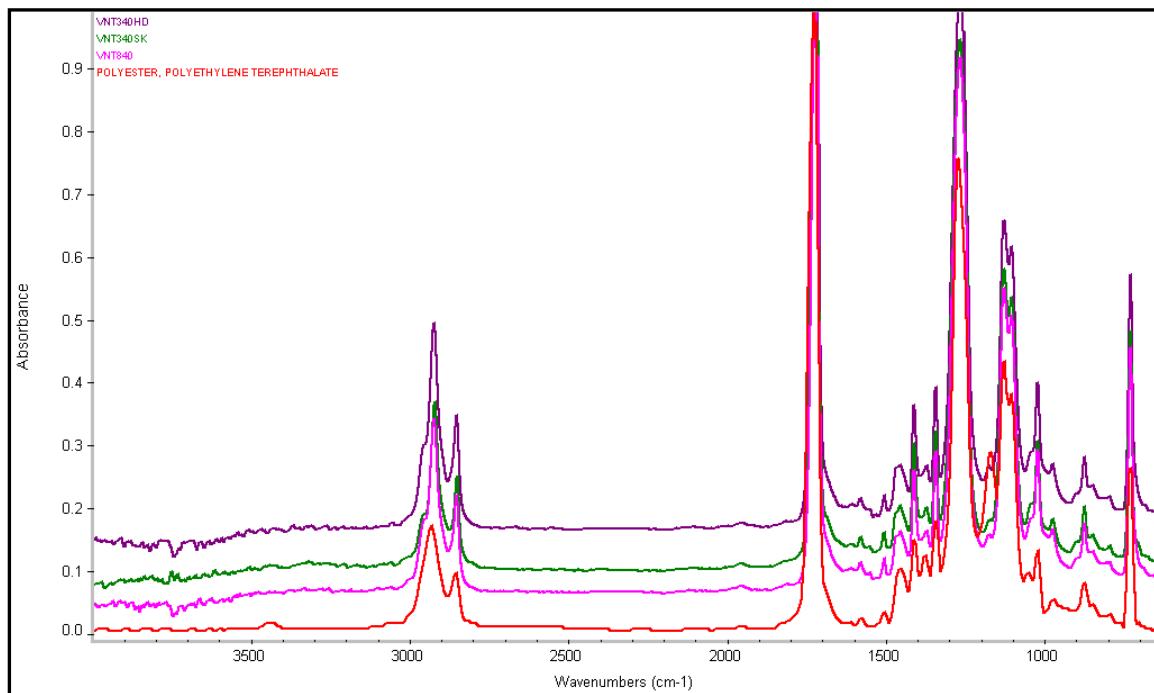


Figure 2.18 Spectre FTIR\_ATR pour les trois matériaux

### 2.2.3 Caractérisation électrique

#### 2.2.3.1 Mesures dans le domaine temporel

Des mesures de résistivité surfacique et volumique ont été effectuées sur des échantillons des trois matériaux fournis. Le système expérimental utilisé comporte un électromètre Keithley modèle 6517B muni d'une source de tension (la valeur maximale est de 1000 volts) et un

pico-ampèremètre ainsi qu'un porte échantillon Keithley modèle 8009. Le pilotage de la source et l'enregistrement des résultats se fait via une interface informatique avec un programme Excel grâce à une connexion GPIB. La figure 2.19 présente le schéma synoptique du banc d'essai utilisé pour les mesures de la résistivité surfacique et volumique ainsi que l'électromètre et le porte échantillon employés.

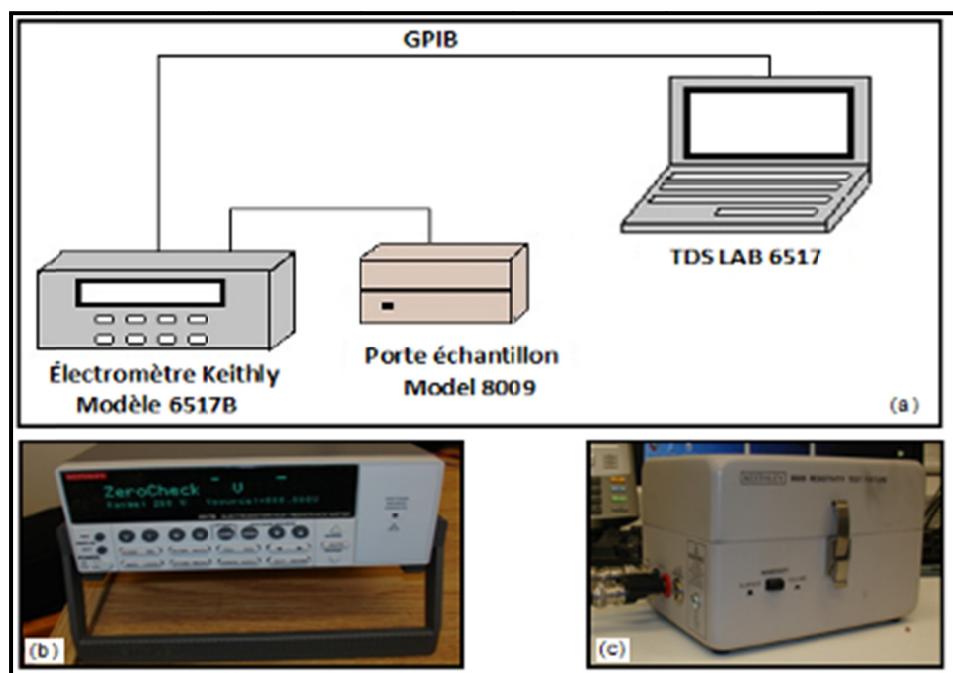


Figure 2.19 Schéma synoptique du banc d'essai pour les mesures de résistivité surfacique et volumique a)Électromètre Keithley modèle 6517B b) Porte échantillon modèle 8009 c)

Le porte échantillon peut être utilisé pour effectuer des mesures de résistivité volumique (pour une plage de  $10^3$  à  $10^{18}$  Ohm $\cdot$ cm) ou de résistivité surfacique (pour une plage allant de  $10^3$  à  $10^{17}$  Ohm) selon les configurations présentées ci-dessous. Un échelon de tension de 1000 V est appliqué à travers l'échantillon (l'échantillon a été chargé pendant 500 s et déchargé durant un autre 500 s).

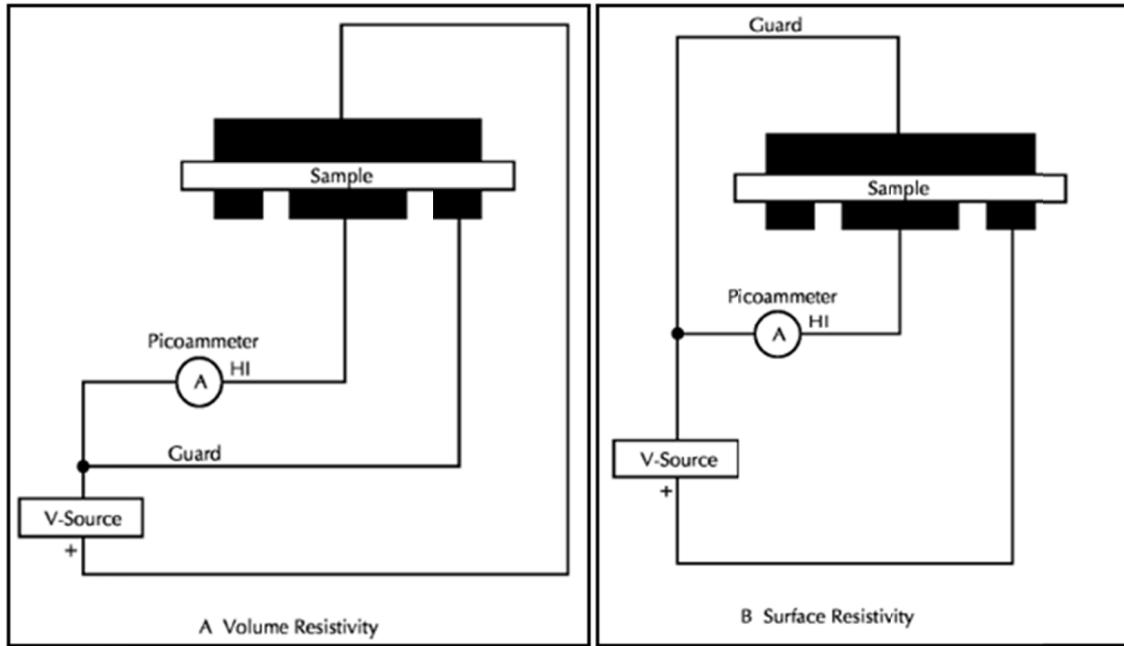


Figure 2.20 Schéma du principe des mesures A) Résistivité volumique

B) Résistivité surfacique

Tirée du manuel d'utilisation du Keithley

La figure 2.20 montre le schéma du principe des mesures de la résistivité surfacique et volumique selon le manuel d'utilisation du Keithley.

La résistivité surfacique est mesurée par l'application d'une tension sur la surface de l'échantillon et elle est calculée selon le manuel d'utilisation du porte échantillon Keithley modèle 8009 à partir de l'équation suivante:

$$\rho_s = \frac{53.4 * U_0}{I_c} \quad (2.1)$$

Où  $\rho_s$  représente la résistivité surfacique,  $I_c$  est le courant de conduction et  $U_0$  est l'amplitude de la tension appliquée.

Selon le manuel d'utilisation du porte échantillon modèle 8009, la résistivité volumique est mesurée en appliquant un potentiel de tension à travers les côtés opposés de l'échantillon isolant et elle est calculée à travers la relation suivante:

$$\rho_v = \frac{22.9 * U_0}{t_c * I_c} \quad (2.2)$$

Où  $\rho_v$  représente la résistivité volumique,  $U_0$  représente l'amplitude de la tension appliquée.  $I_c$  est le courant de conduction et  $t_c$  est l'épaisseur de l'isolant étudié

### 2.2.3.2 Mesures dans le domaine fréquentiel

Des mesures diélectriques ont été effectuées sur une gamme de fréquence allant de  $10^{-2}$  jusqu'à  $10^6$  Hz selon la configuration plan-plan à l'aide d'un dispositif de mesures diélectriques Novocontrol alpha-N et du porte échantillon modèle 8009. Les mesures ont été enregistrées via le logiciel de pilotage Windeta fourni par la compagnie Novocontrol.

La figure 2.21 présente le schéma synoptique du banc d'essai utilisé pour les mesures effectuées par spectroscopie diélectrique dans le domaine fréquentiel.

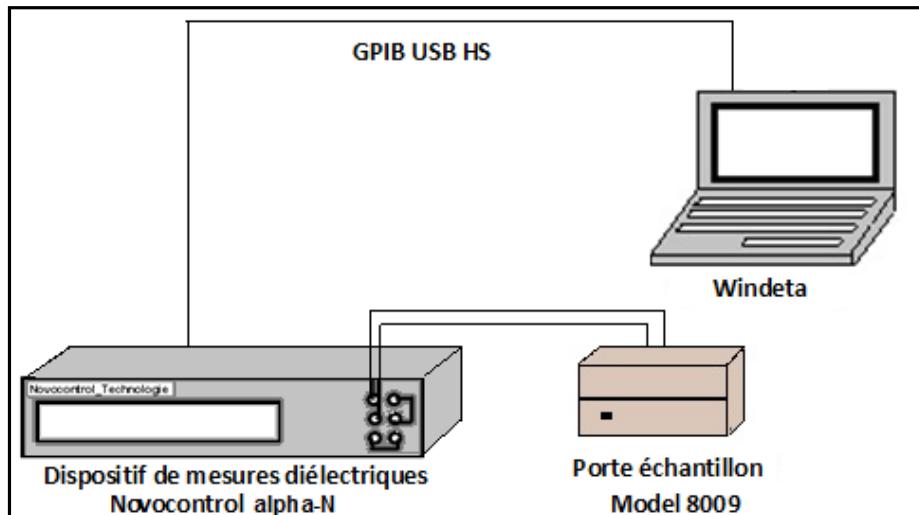


Figure 2.21 Synoptique du banc d'essai des mesures électriques

Nous illustrons par les figures 2.22 et 2.23 les courants de charge et de décharge pour trois échantillons A, B et C du même matériau VNT840 après un échelon de tension de 1 kV.

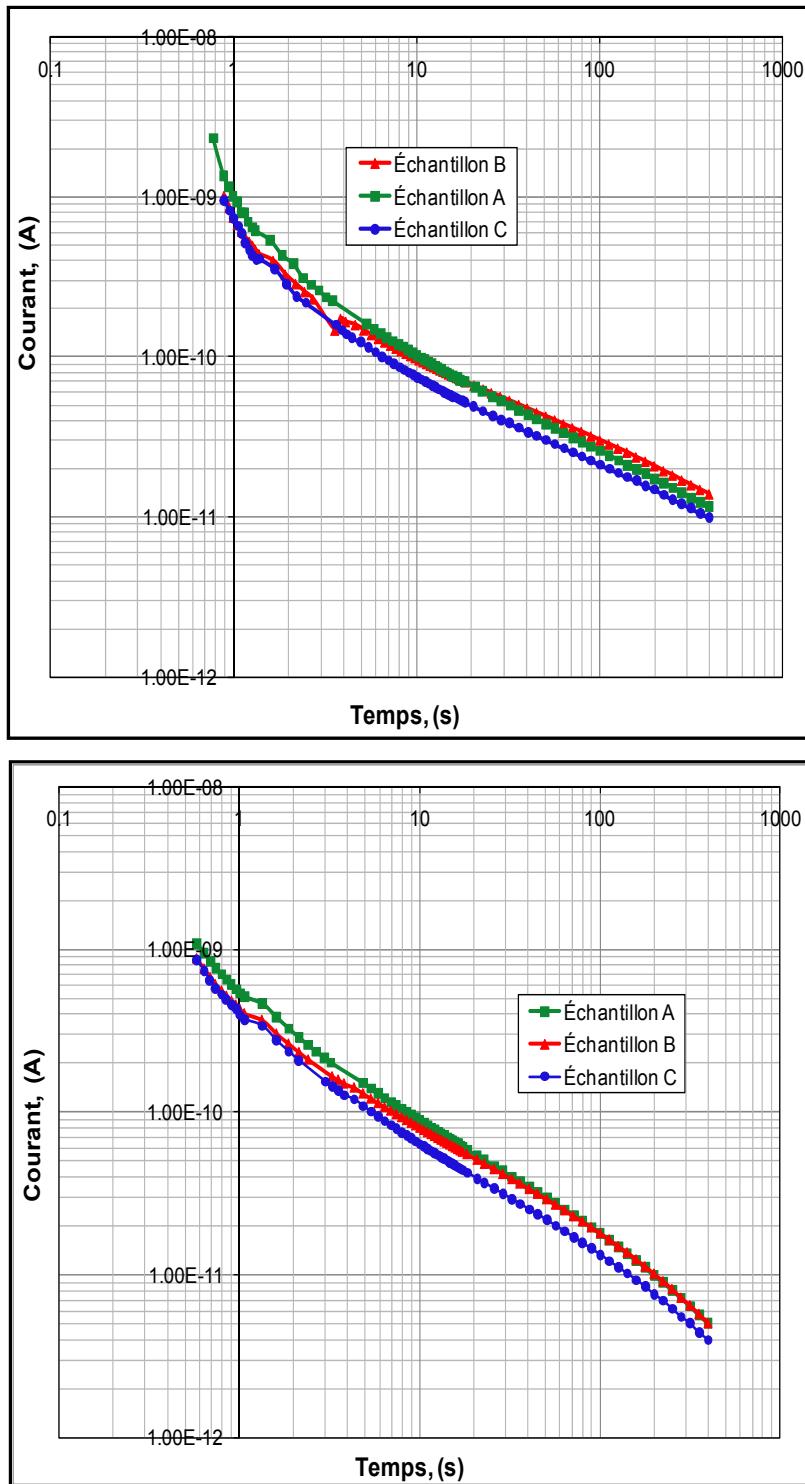


Figure 2.22 Courant de charge (a) et décharge (b) à 1 kV pour les trois échantillons (A, B et C) dans le cas d'une mesure volumique

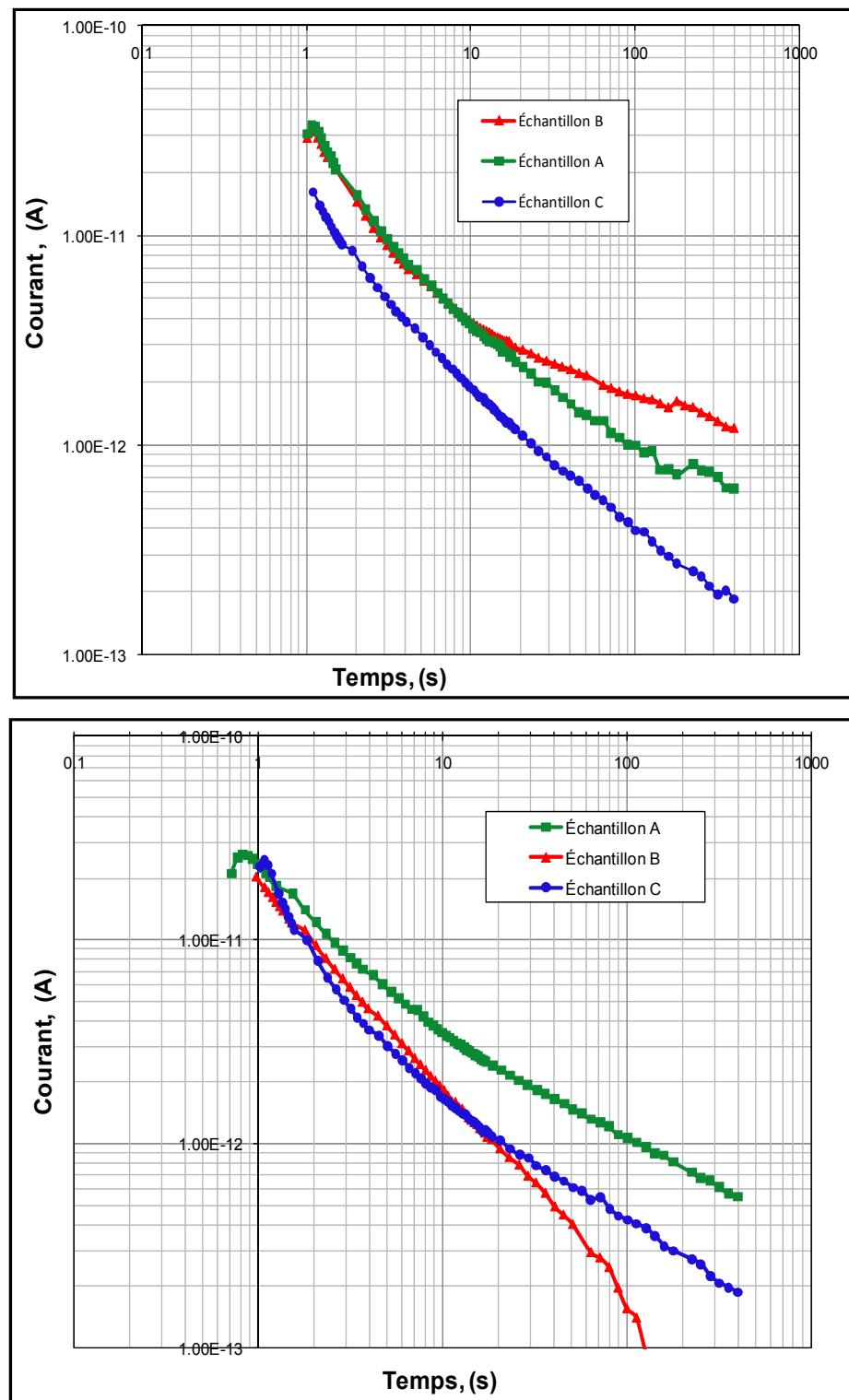


Figure 2.23 Courant de charge (a) et décharge (b) à 1 kV pour les trois échantillons (A, B et C) dans le cas d'une mesure surfacique

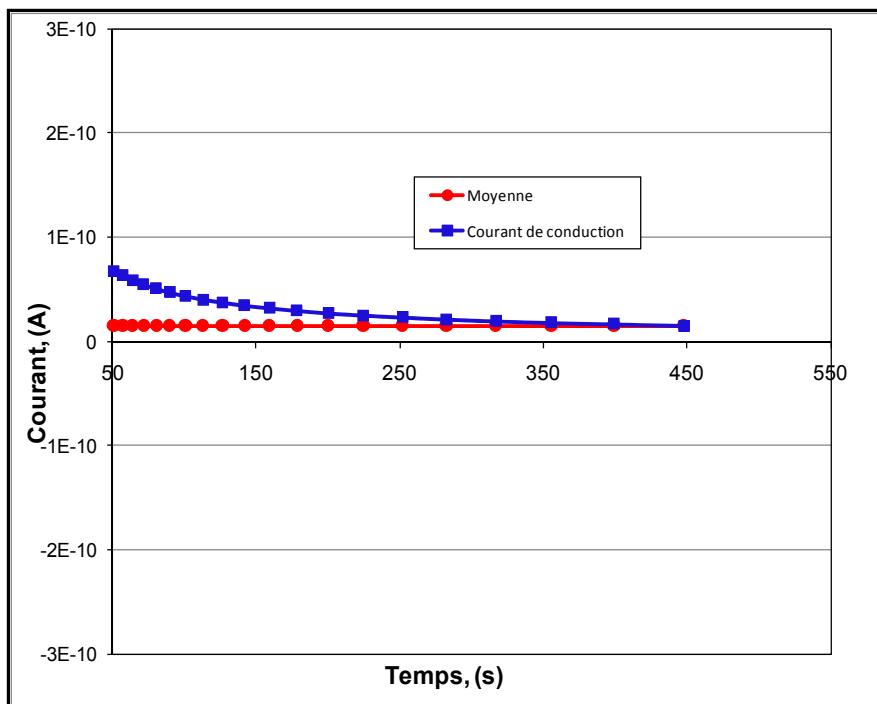


Figure 2.24 Courant de conduction à 1 kV

La figure 2.24 illustre le courant de conduction après un échelon de tension de 1kV (le courant de conduction se calcule par la soustraction du courant de charge et courant de décharge). La moyenne se fait entre les courants de charge et les courants de décharge. Le tableau ci-dessous récapitule les valeurs de la résistivité surfacique et volumique calculées à partir des équations 2.1 et 2.2.

Tableau 2.4 Résistivité surfacique et volumique des trois échantillons du même matériau VNT840

Échantillon	Résistivité surfacique $\Omega.^2$	Résistivité volumique $\Omega. \text{cm}$
A	$9,4 \times 10^{15}$	$4,6 \times 10^{16}$
B	$5,9 \times 10^{16}$	$8,3 \times 10^{15}$
C	$7,5 \times 10^{16}$	$1,1 \times 10^{15}$

L'effet des renforcements comme le mica sur la résistivité du PET a été étudié par Martinu *et al.* (2000). Tel que représenté sur la figure 2.25, l'accroissement de la concentration du mica ajoutée au composite à base de PET entraîne l'augmentation de la résistivité du composite.

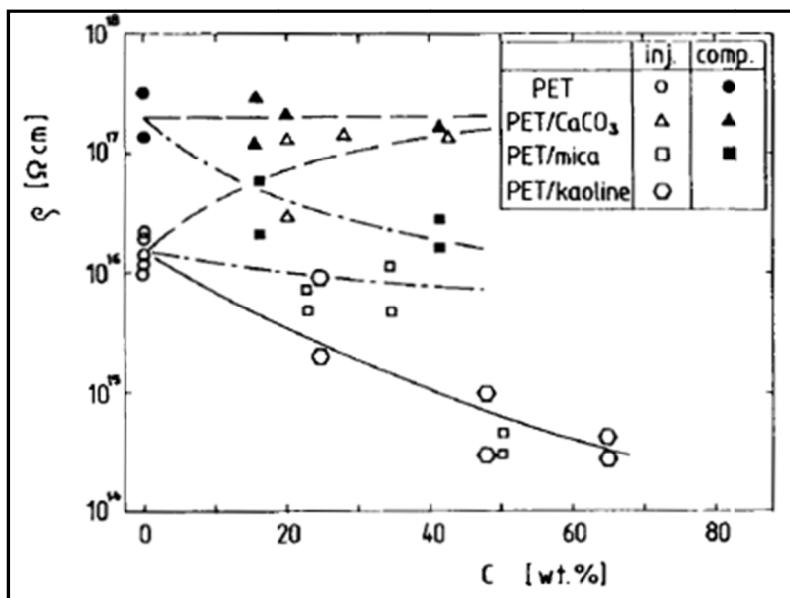


Figure 2.25 Résistivité des composites à base de PET  
Tirée de Martinu et al (2000, p. 3)

Quelques propriétés électriques des matériaux composites à base de PET recyclé comme la résistivité, la constance diélectrique et le facteur de dissipation ont été mesurées ensuite regroupées dans le tableau 2.5. Le facteur de dissipation calculé est compris entre 0,0079 et 0,0083. Un bon isolant se caractérise par son faible facteur de dissipation qui varie généralement entre  $10^{-2}$  et  $10^{-4}$ .

Tableau 2.5 Facteur de dissipation ( $\text{Tan}\delta$ )  
et constante diélectrique ( $\epsilon$ )

Échantillon	$\epsilon$	$\text{Tan } \delta$
1	3,84	0,0083
2	3,72	0,0080
3	3,85	0,0079

Il a noté que le facteur de dissipation est une propriété diélectrique qui désigne les pertes diélectriques dus à la polarisation qui suit le champ. L'angle de perte diélectrique  $\delta$  représente l'angle complémentaire de l'angle du déphasage entre le courant traversant l'isolant et la tension appliquée  $U$ , tel qu'il représenté par la figure 2.26. Selon le diagramme de phase, le facteur de dissipation  $\tan \delta$  est égal au quotient : partie réelle du courant sur la partie imaginaire.

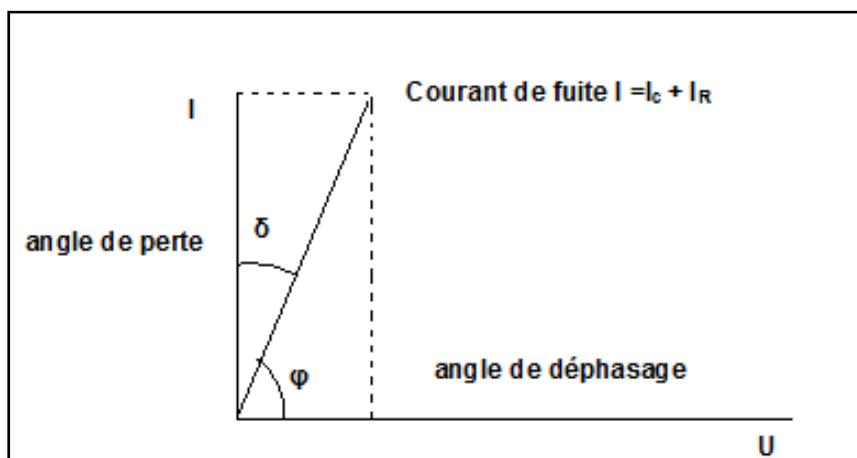


Figure 2.26 Courant et tension dans un diagramme de phase

#### 2.2.4 Analyse mécanique

Plusieurs mesures mécaniques, selon la norme ASTM D638 (ISO-527), ont été effectuées sur trois lots d'échantillons fournis par le Groupe Lavergne. Il s'agit évidemment des composites à base de PET renforcés de fibres de verre et de mica. Les mesures ont été faites à l'aide d'une machine de traction Alliance RF/200 de la compagnie MTS Systems Corporation équipée d'une cellule de charge de 10 kN. Les valeurs dans le tableau ci-dessous correspondent à la moyenne sur cinq échantillons pour chaque lot (David, 2009).

La courbe contrainte-déformation représentée par la figure 2.26 révèle que l'allongement à la rupture se fait graduellement jusqu'à la rupture du matériau.

Tableau 2.6 Mesures mécaniques  
Tiré et adapté de David (2009)

DPOS2-08-01		
Test	Valeur	Unités
Résistance en traction (5 mm/min)	136,1	MPa
Élongation à la rupture	3,36	%
Module en traction	5356	MPa
REQ GL77-3		
Test	Valeur	Unités
Résistance en traction (5 mm/min)	130,4	MPa
Élongation à la rupture	6,17	%
Module en traction	3806,3	MPa
SQ14-26-208		
Test	Valeur	Unités
Résistance en traction (5 mm/min)	94,4	MPa
Élongation à la rupture	4,10	%
Module en traction	3007	MPa

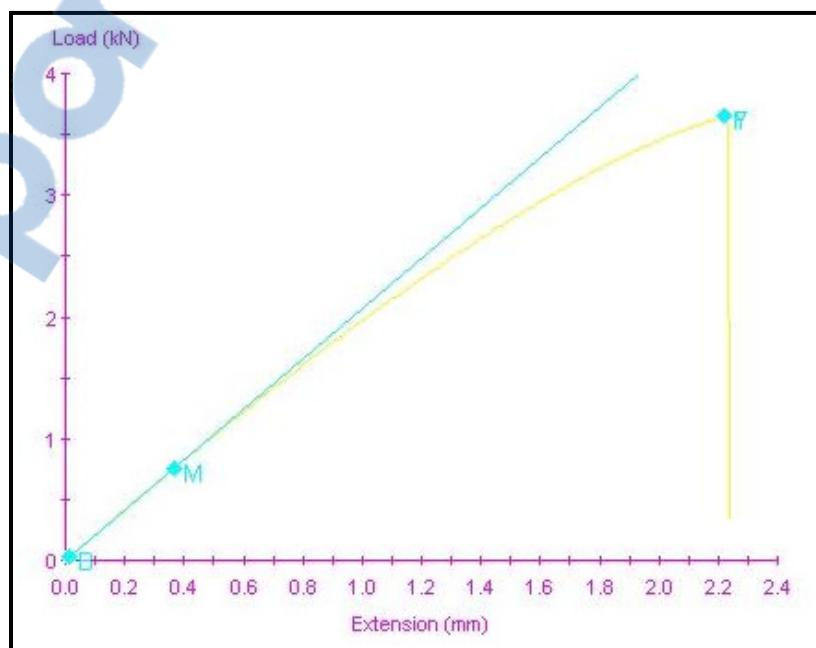


Figure 2.27 Courbe contrainte –déformation

### 2.3 Conclusion

Le présent chapitre avait comme objectif de présenter les différentes techniques qui ont été utilisées pour la caractérisation électrique, thermique et mécanique des composites à base de PET recyclé renforcés de fibre de verre, mica et noir de carbone. Les mesures effectuées ont permis de déterminer quelques propriétés des matériaux candidats et d'examiner l'effet de l'ajout des renforts à la matrice (PET recyclé).

Le travail présenté dans le chapitre suivant concerne l'étude de la dégradation sous effet couronne qui comprend la description du montage, la procédure expérimentale utilisée et les deux techniques de détection des décharges couronnes employée pour mesurer la tension d'apparition des décharges couronnes. On verra également la modélisation du champ électrique au voisinage de la pointe en tenant compte de l'isolant.

## CHAPITRE 3

### DÉGRADATION SOUS EFFET COURONNE

#### 3.1 Généralités

Nous allons nous intéresser dans ce chapitre, à l'étude de la dégradation des matériaux composites à base de PET renforcés de fibre de verre et de mica sous effet couronne dans une configuration pointe-plan. La conception du montage incluant la source de tension et l'enceinte climatique a été réalisée dans les laboratoires de l'ÉTS. Ce banc d'essai est adapté à partir du schéma présenté sur la figure 3.1, à cette différence près que les échantillons sont des disques en composites à base de PET et non de l'époxy.

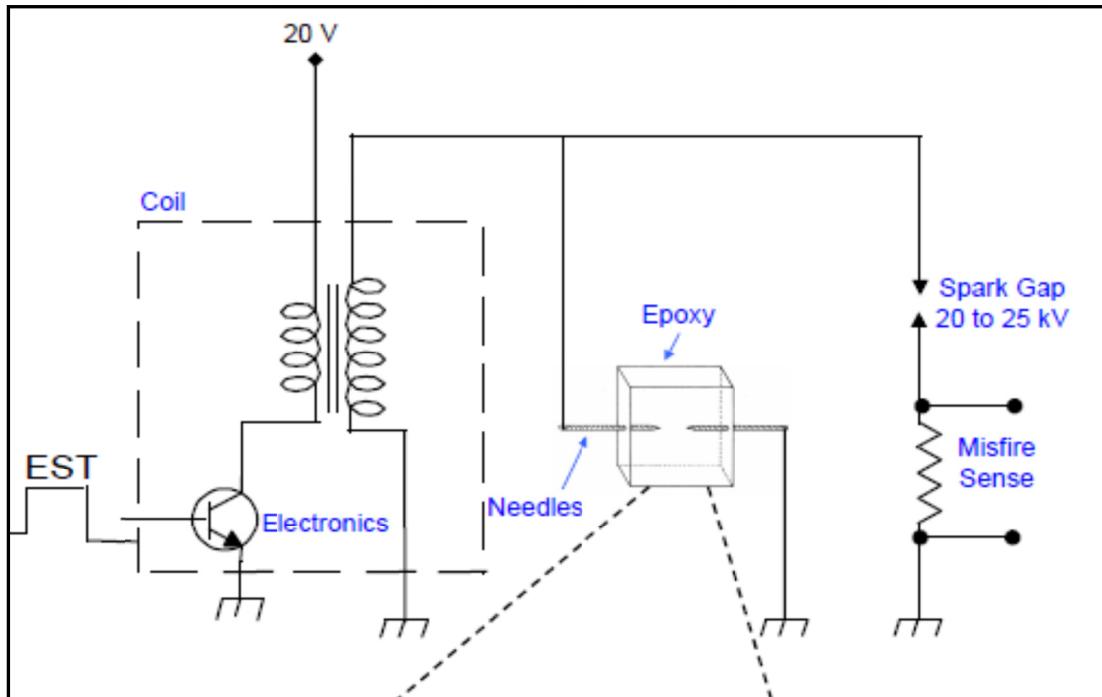


Figure 3.1 Montage typique pour les essais d'endurance sous impulsions haute tension

Tirée de David (2009, p. 24)

### 3.2 Description du banc d'essai

Le dispositif expérimental adopté pour les essais du vieillissement accéléré est illustré par la figure 3.2. Il se compose d'une enceinte climatique dans laquelle est placée la cellule de mesure qui représente une configuration pointe-plan.

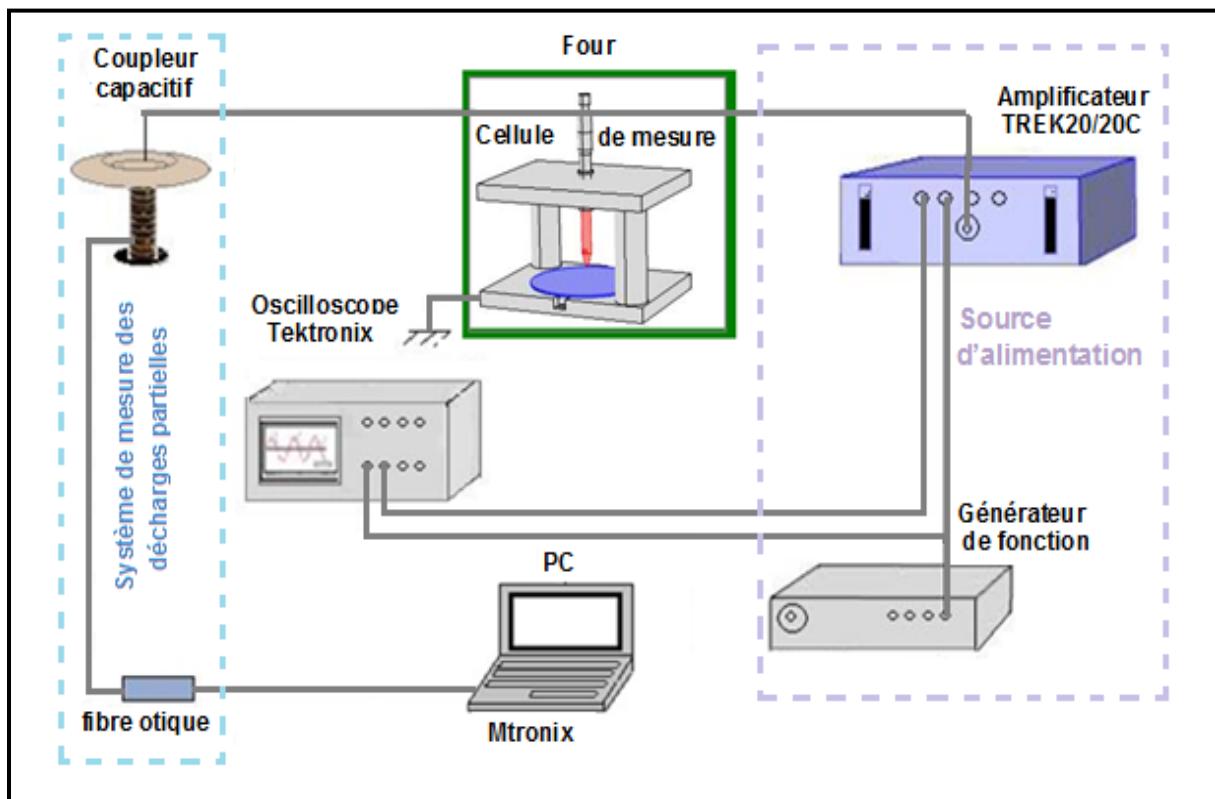


Figure 3.2 Schéma synoptique du banc d'essai pour les mesures d'endurance sous effet couronne

Cette dernière comprend deux plaques rectangulaires (153 x 120 x 12,7 mm) en acier qui sont reliées l'une à l'autre par deux tiges isolantes en polyimide capable de résister à des températures très élevées allant jusqu'à 300°C. La figure 3.3 représente la cellule de mesure et le type de la configuration employée lors des essais.

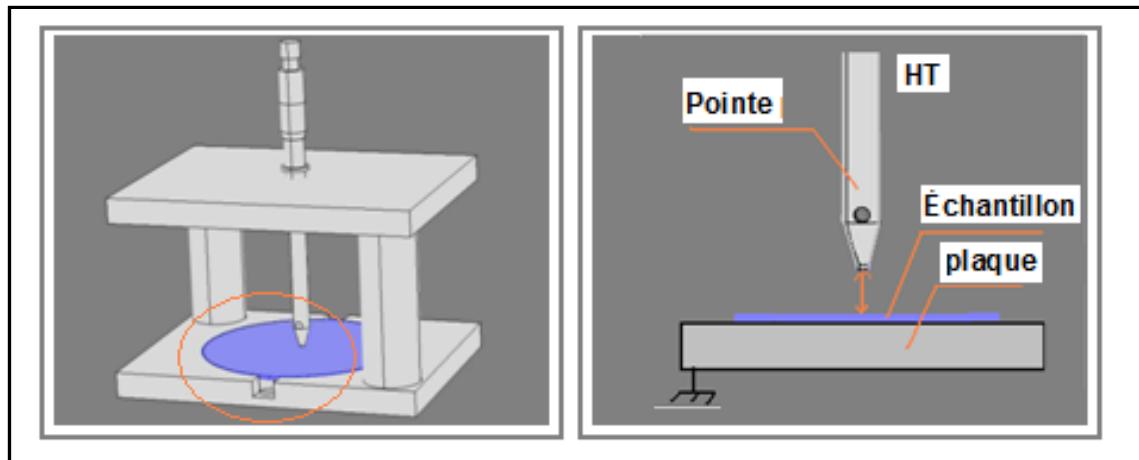


Figure 3.3 Cellule de mesure et configuration pointe plan employée

La plaque inférieure est mise à la terre et représente donc l'électrode passive. La plaque supérieure est percée à son centre portant une colonne filetée permettant de tenir à son extrémité inférieure une pointe en acier au carbone recouvert de Nickel. Cette pointe de 50 mm de longueur représente l'électrode active. La figure 3.4 représente les deux pointes employées dans cette étude ainsi que leurs dimensions.

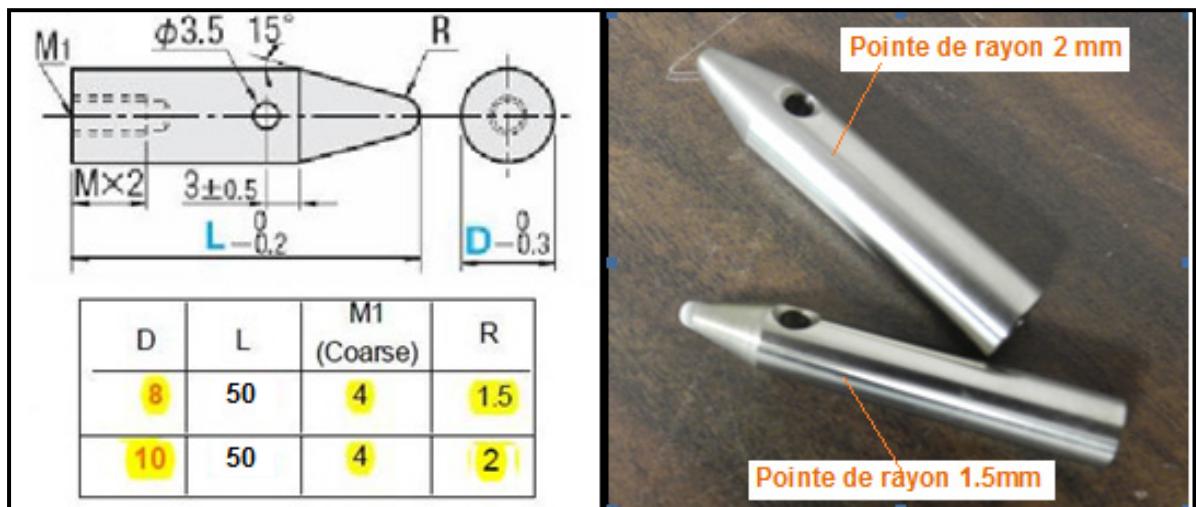


Figure 3.4 Description des pointes utilisées lors de cette étude

La distance inter électrode est variable et peut être ajustée à l'aide de la vis micrométrique soudée à l'extrémité supérieure de la colonne. La source d'alimentation comprend un

générateur de fonction standard modèle Topward 8102 permettant de générer une onde sinusoïdale à une fréquence de 300 Hz afin d'accélérer le vieillissement des matériaux testés. Ce générateur permet de fournir un signal sinusoïdal maximum de 20 V.

La tension fournie par le générateur est élevée par la suite à l'aide d'un amplificateur non inverseur modèle TREK 20/20A capable d'offrir un gain fixe de 2000V /V dans la plage de 0 à  $\pm$  20 kV avec une gamme de sortie de 0 à  $\pm$  20 mA.

L'oscilloscope Tektronix TDS2012B qui est branché au générateur permet de visualiser le signal de la tension et du courant de décharge ainsi que les décharges couronnes détectées par le moniteur de courant Pearson représenté par la figure 3.5 (a). La figure 3.5 (b) illustre une onde sinusoïdale de 300 Hz et 5 kV et les décharges détectées par le moniteur de courant.

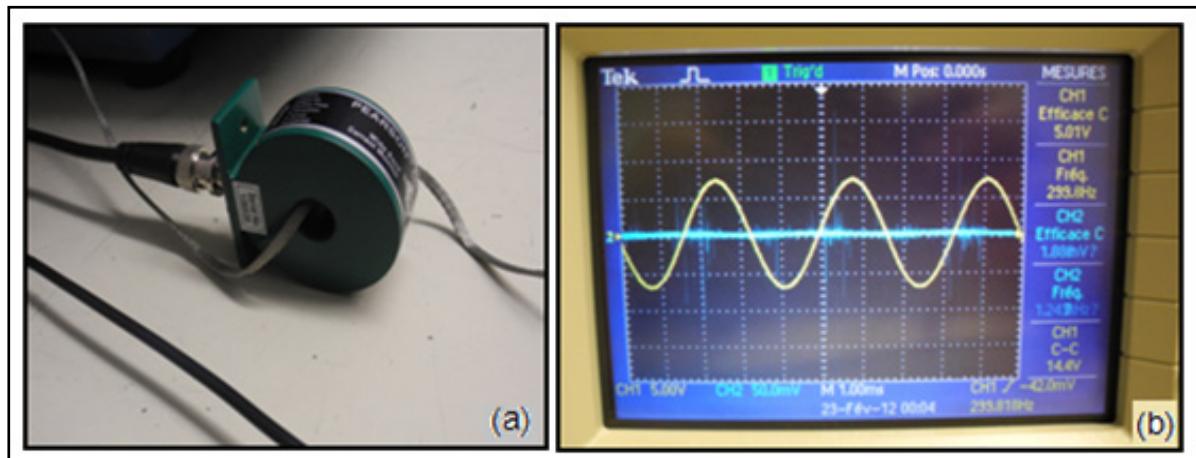


Figure 3.5 Moniteur de courant Pearson et les décharges détectées  
à 5 kV et 300 Hz

Les décharges peuvent être détectées et mesurées également à l'aide du système de décharges partielles Omicron MPD 600 qui se compose d'un coupleur capacitif relié à la pointe à l'aide d'une sonde et d'une fibre optique permettant de détecter les décharges partielles qui seront enregistrées via un logiciel commercial.

La figure 3.6 illustre un exemple de la distribution des décharges couronnes enregistrés par le système de décharges couronnes lors des essais effectués à 6 kV (valeur efficace).

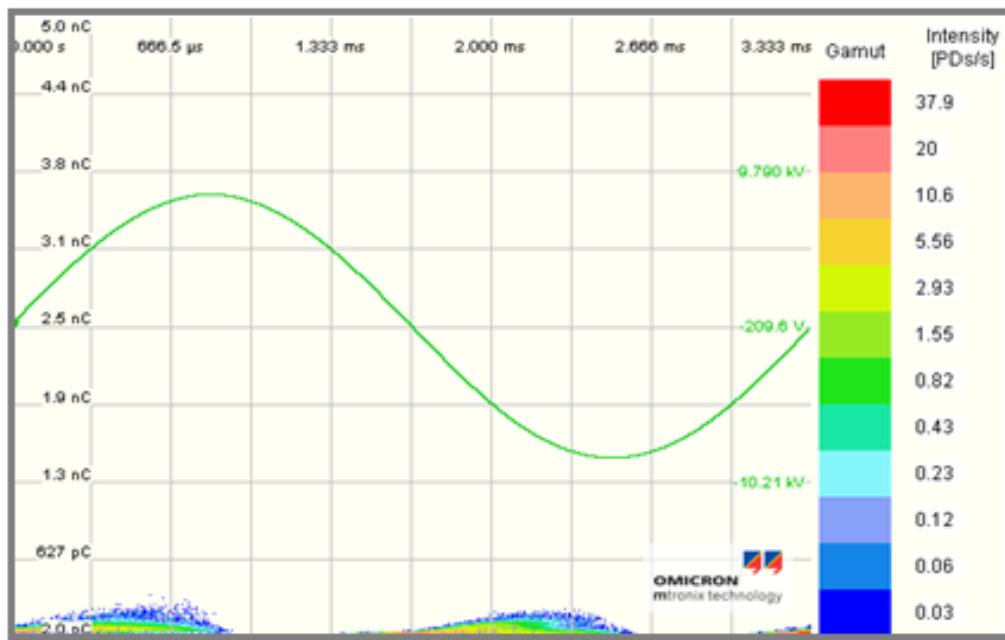


Figure 3.6 Exemple de la distribution des décharges couronne enregistré par le système des DP à 6 kV et 350 kHz à  $\pm 150$  kHz

### 3.3 Procédure expérimentale

La procédure expérimentale suivie pour réaliser les tests de dégradation des matériaux sous effet couronne est la suivante:

- Nettoyer les échantillons à l'éthanol ensuite les sécher avant la manipulation.
- Placer l'échantillon dans la cellule de mesure. Des pinces en plastiques peuvent être utilisées pour fixer l'échantillon et assurer la planéité de la surface de l'échantillon à tester.
- Ajuster la distance inter électrode à l'aide de la vis micrométrique soudée à la tige reliée à la pointe.

- Régler le four à la température désirée (la température maximale que le four peut atteindre est de 200°C). La température du four peut être contrôlée par un thermocouple numérique.
- Régler la fréquence et la tension à l'aide du générateur (un signal sinusoïdal apparaît à l'écran de l'oscilloscope). Une tension de 3 Volts (valeur nominale) sera amplifiée à 6 kV à la sortie.
- Vérifier que le système des décharges partielles a bel et bien détecté des décharges au niveau de la pointe.
- Appliquer la tension une fois que l'environnement est thermiquement stable. Une fois la source HT estimée, il est possible de contrôler la tension envoyée sur l'échantillon en utilisant un multimètre branché à l'amplificateur. La tension s'applique pendant une durée bien déterminée (24 h, 48 h, 72 h, 96 h....) selon le choix.
- L'échantillon est retiré de l'enceinte climatique dès que la tension appliquée est arrêtée. Le prototype a été testé jusqu'à 12 kV. Au-delà de cette tension, l'effet de l'amplitude n'a été vérifié afin d'éviter le passage à l'arc électrique.

La figure 3.7 présente une photographie de la décharge couronne au voisinage de la pointe à 2 mm de rayon de courbure pour une tension sinusoïdale de 6 kV. On y voit clairement la lueur bleutée violacée sous forme de couronne.

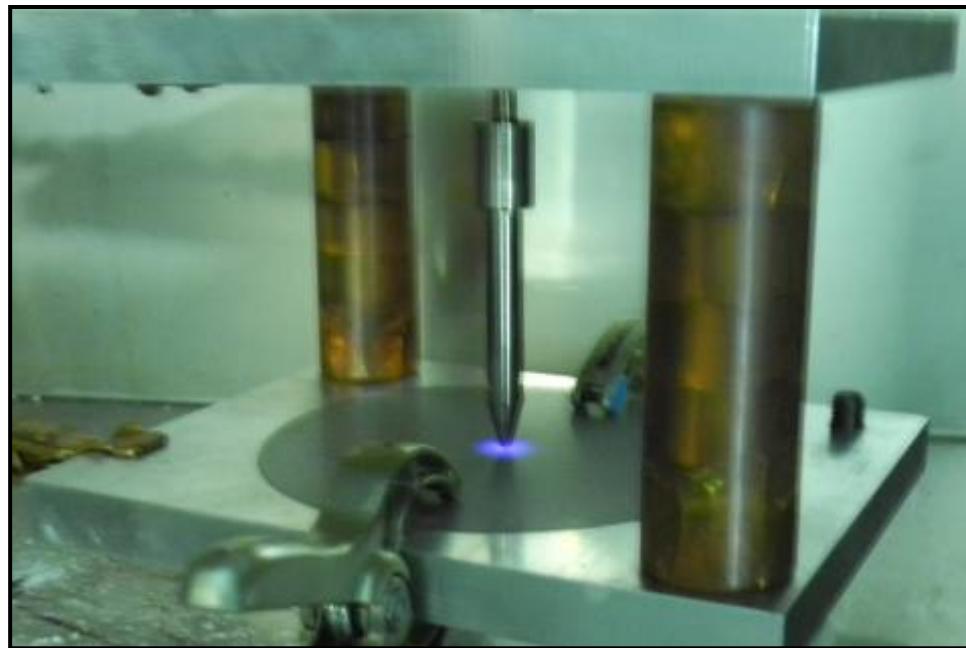


Figure 3.7 Image de la décharge couronne à 6 kV, 300Hz et pour une distance inter électrode de 1,65 mm

### 3.4 Mesure de la tension d'initiation

Nous tenons à présenter dans cette partie quelques mesures pour déterminer la tension d'initiation de la décharge couronne tenant en compte l'effet de la tension appliquée, le rayon de courbure de la pointe et la distance inter électrode.

Afin de déterminer la tension d'initiation de la décharge au voisinage de la pointe, une caméra UV Corona Finder et un système de mesure de décharges partielles Mtronix ont été utilisés. L'étude se fait en régime sinusoïdale à une fréquence de 300 Hz afin d'accélérer le vieillissement des matériaux. La distance inter électrode étant de 1,65 mm et la pointe utilisée ayant un diamètre de cylindre de 8 mm et un rayon de courbure de 1,5 mm.

Au début, l'amplitude du signal de sortie était de 1 kV. Cependant, pour les conditions d'application, cette tension n'était pas suffisante pour initier la décharge au voisinage de la pointe. La tension a été augmentée petit à petit jusqu'à ce que la décharge soit détectée. La valeur nécessaire pour allumer la décharge à 300 Hz pour une distance inter électrode de 1,65

mm avoisine 3,0 kV. Le champ électrique atteint à ce moment est de 2,37 kV/mm. C'est ce qu'on appelle le champ d'allumage ou le champ d'amorçage. L'utilisation de la pointe de 2 mm nécessite une tension de 3,4 kV comme seuil d'amorçage de la décharge. Ce qui donne 2,65 kV/mm comme champ d'allumage. Ces valeurs ont été obtenues par la formule de Mason décrite auparavant.

Un très grand nombre de paramètres peuvent affecter les valeurs de la rugosité de surface causée par l'effet couronne tels que la distance inter électrode, le rayon de courbure de la pointe, la température du test et l'amplitude du potentiel appliqué. Les valeurs des paramètres choisis lors de nos investigations sont comme suit :

- 50, 500 et 1000 µm pour la distance entre la pointe et l'isolant ce qui correspond à 1,65, 2,1 et 2,6 mm comme distance inter électrodes. Ces valeurs ont été choisies arbitrairement afin de vérifier l'effet de distance inter électrodes sur le champ électrique développé au voisinage de la pointe.
- 23, 70, 100 et 140°C pour la température du test ce qui correspond à l'intervalle de température de service des composites.
- Deux pointes de rayon de courbure de 1,5 et 2 mm.
- De 3 à 12 kV comme tension appliquée.

Le choix des paramètres de vieillissement accéléré ne se fait pas toujours en fonction des conditions de service auxquelles les polymères sont conçus pour être exposées (Haridoss, 1999). Certainement, les conditions du test devront être proches ou plus sévères que les conditions de service dans lesquelles les matériaux doivent opérer.

### **3.5 Caractérisation des décharges couronnes**

Deux méthodes différentes ont été utilisées lors de nos investigations. La détection électrique consiste à mesurer des paramètres électriques comme le courant ou la charge tandis que la méthode optique sert à mesurer la lumière émise par la décharge dans le domaine visible et

ultraviolet et permet de localiser la décharge. Les décharges peuvent être détectées acoustiquement à l'aide d'un capteur acoustique.

### 3.5.1 Méthode électrique

Les décharges ont été détectées avec une bande passante de 350 kHz à  $\pm 150$  kHz et pour un temps d'enregistrement de 30 s. La figure 3.8 illustre la distribution des décharges couronnes pour quatre mesures réalisées sur un échantillon d'un composite à base de PET recyclé. On a observé que l'apparition des décharges couronnes avoisine 3 kV. Au-delà de cette tension, l'activité des décharges s'accroît énormément. On remarque qu'entre la mesure 3 et 6 kV, l'amplitude de la décharge a augmenté de 23,99 à 144,9 pC.

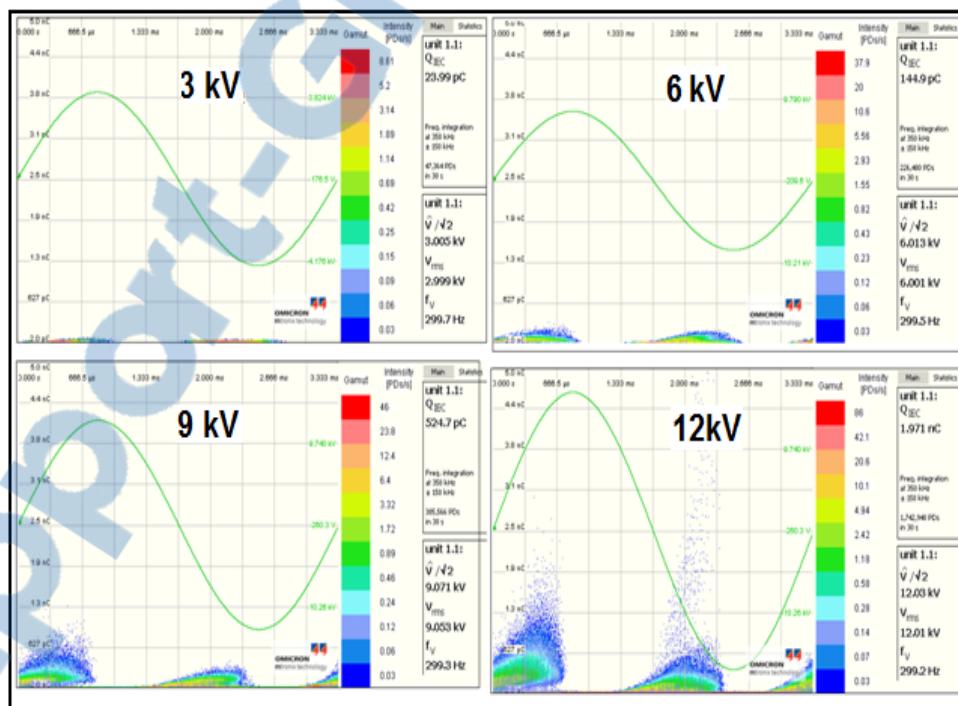


Figure 3.8 Distribution des décharges pour différentes tensions (3, 6, 9 et 12 kV)

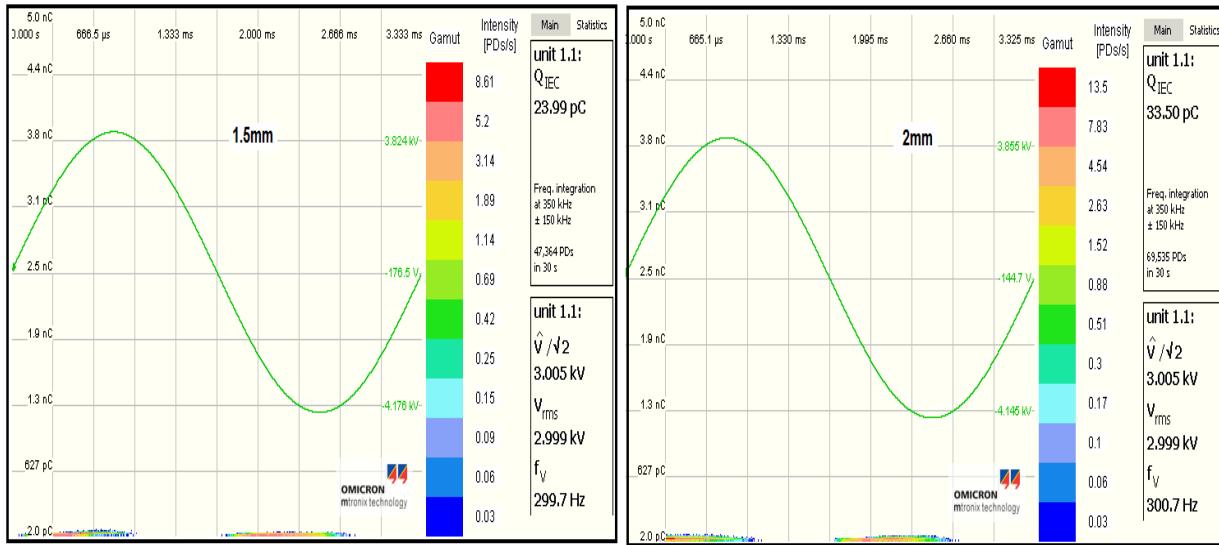


Figure 3.9 Distribution des DC dans le cas de deux pointes (1,5 et 2 mm)

La figure 3.9 illustre l'activité des décharges couronnes dans le cas des deux pointes (1,5 et 2 mm). La tension d'apparition des décharges dépend fortement du rayon de courbure de la pointe. La diminution du rayon de courbure de la pointe entraîne une augmentation de l'amplitude des décharges. En effet, plus le rayon de courbure de la pointe décroît, plus le champ électrique augmente, ce qui favorise l'activité des électrons permettant d'ioniser l'air.

La tension d'apparition des décharges dans le cas d'un isolant à base de PET à la température ambiante avoisine 3 kV/mm alors qu'elle est de 2 kV/mm à 140°C. En effet, l'accroissement de la température favorise l'activité des décharges, donc la tension d'initiation diminue avec l'augmentation de la température comme il est représenté par la figure 3.10. Ces observations sont conformes avec d'autres travaux (Rain, 2011).

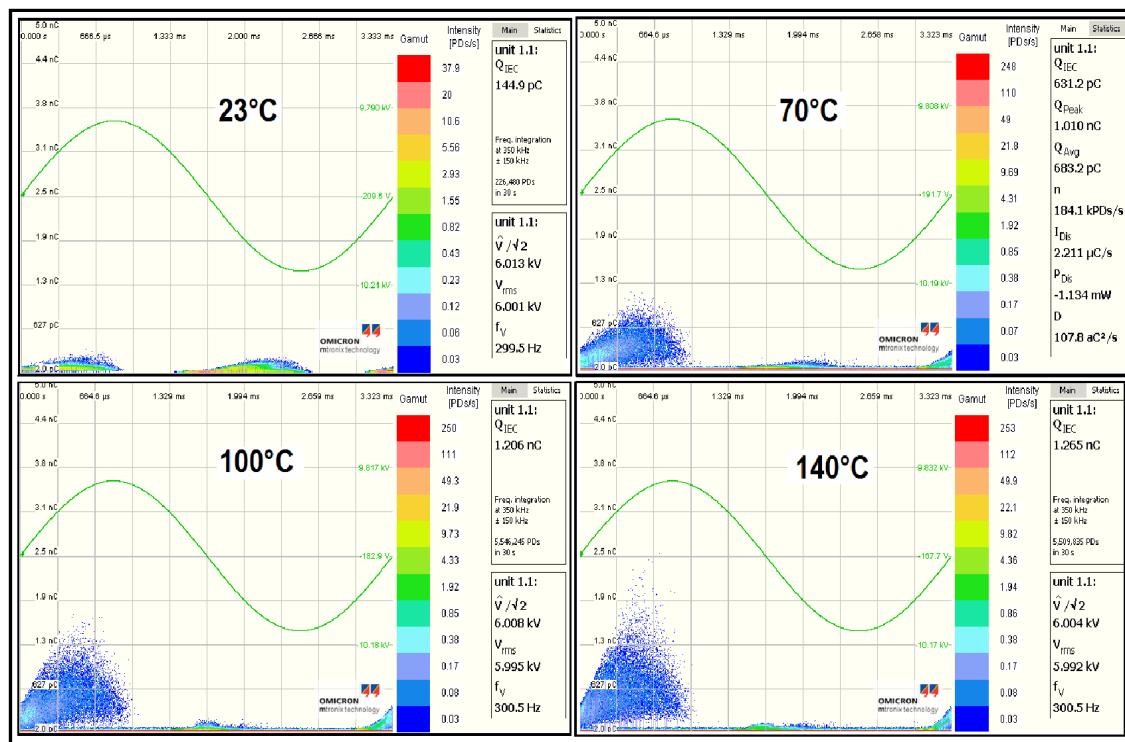


Figure 3.10 Distribution des DC pour différentes températures (23, 70, 100 et 140°C)

Lorsqu'on applique une tension de 6 kV tout en faisant varier la distance inter électrode, le comportement des décharges change avec la variation de la distance inter électrode, tel qu'illustré par le tableau 3.1. Ainsi, en augmentant la distance inter électrodes, les décharges sont de plus en plus observables. La figure 3.11 représente l'étendue et l'apparence des décharges en fonction de la distance inter électrodes (1,65, 2,1 et 2,6 mm).

Tableau 3.1 Comportement de la décharge pour plusieurs inter-électrodes (pointe 2 mm)

Tension appliquée	Amplitude des décharges (pC)		
	à 1,65 mm	à 2,1 mm	à 2,6 mm
3 kV	33,5	65,20	<5
4 kV	58,91	207,9	260,8
5 kV	109,4	286,6	567,5
6 kV	143,1	314,7	827,5

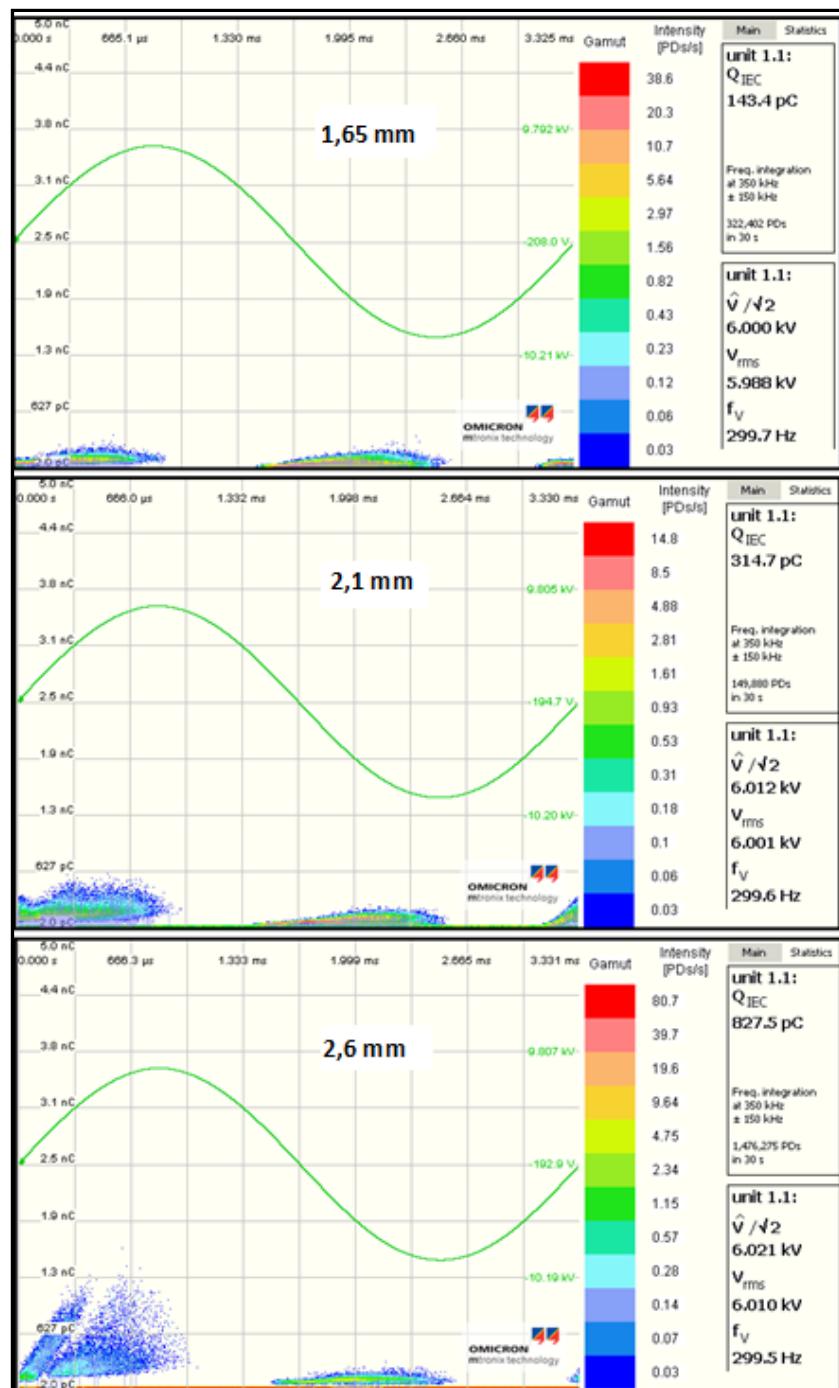


Figure 3.11 Distribution des décharges pour différentes distance d'électrodes (1,65, 2,1 et 2,6 mm)

### 3.5.2 Méthode optique

L'inspection des décharges couronnes a été effectuée à l'aide d'une caméra UV Corona Finder Syntronics. La lumière émise par la caméra est sous forme d'une ellipse. L'influence de l'amplitude de la tension appliquée sur l'intensité de la luminosité de la décharge couronne a été observée et les images ont été enregistrées. La figure 3.12 illustre l'évolution de l'intensité de la luminosité de la décharge couronne avec l'amplitude de la tension appliquée sur la pointe au rayon de courbure 1,5 mm à la température ambiante et pour une distance inter électrodes de 1,65 mm. Il y apparait clairement que l'augmentation de la tension appliquée entraîne une augmentation de l'intensité de la luminosité.

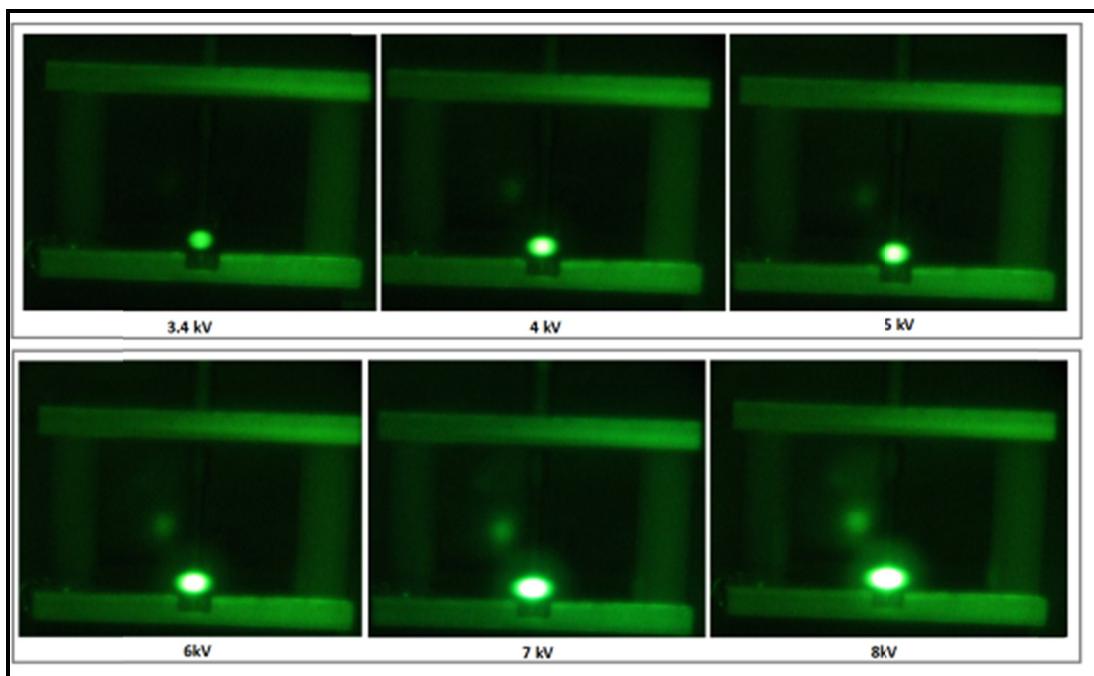


Figure 3.12 Photographie des décharges couronnes pour différentes tensions (a) seuil d'amorçage (3,4) kV (b) 4 kV  
(c) 5 kV (d) 6 kV (e) 7 kV (f) 8 kV

La technique optique semble efficace et permet de bien localiser la décharge. Cependant, il nous paraît difficile d'établir une bonne corrélation entre la mesure de l'amplitude de la tension d'initiation de la décharge et l'intensité de la luminosité.

### 3.6 Étude expérimentale

Selon le protocole expérimental décrit auparavant, plusieurs essais de vieillissement accéléré alimenté en tension sinusoïdale ont été réalisés à une fréquence de 300 Hz en variant plusieurs paramètres comme la tension appliquée  $U(6, 7 \text{ et } 8 \text{ kV})$ , le temps d'exposition  $t(24, 48, 72 \text{ et } 96 \text{ heures})$ , le rayon de courbure de la pointe  $r_p(1,5 \text{ et } 2 \text{ mm})$ , la température du test  $T^\circ (70, 100 \text{ et } 140^\circ\text{C})$ , l'épaisseur de l'isolant (1,6 et 3,2 mm) et la distance inter électrodes (1,65, 2,1 et 2,6 mm).

Pour toutes les mesures, la configuration de la décharge employée est toujours la même, soit une géométrie pointe-plan avec une distance inter électrodes de 1,65 mm, sauf dans les cas de l'étude de l'influence de la distance inter électrodes. Les pointes doivent être changées ou nettoyées fréquemment par un détergent puis avec de l'acétone. En effet, après une série d'utilisation, une couche blanchâtre visible à l'œil nu se forme au voisinage de la pointe.



Figure 3.13 Pointe avant et après une série d'utilisation

La figure 3.13 illustre une pointe avant et après une série d'utilisation. Ceci a été également observé dans quelques études. Effectivement, Zhiling (2008) a mentionné dans ses travaux qu'après une série de mesures pour une longue durée, l'inspection de la pointe par MEB a montré que le rayon de courbure a considérablement évolué et que la surface était très endommagée (Figure 3.14).

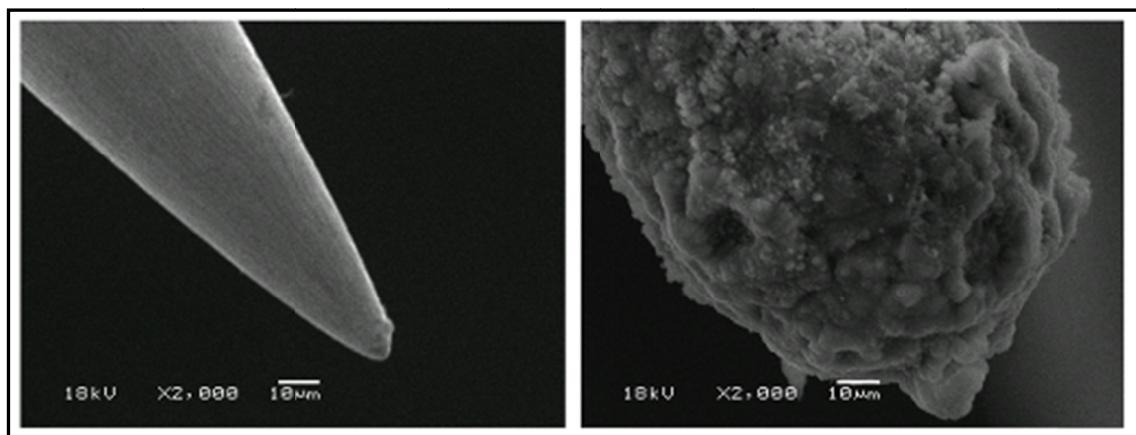


Figure 3.14 Profil de la pointe avant et après les essais  
Tirée de Zhiling (p. 81)

### 3.7 Détermination du champ électrique par la méthode des éléments finis (Comsol)

Le champ électrique au niveau de la pointe qu'on peut calculer approximativement avec la formule de Mason, peut être modélisé à l'aide du logiciel de simulation numérique par éléments finis Comsol (version 4.2).

La configuration de la décharge employée est toujours la même, une géométrie pointe- plan en présence d'un isolant à base de PET comme illustre la figure 3.15. L'électrode active est une pointe de rayon de courbure de 1,5 mm et l'électrode passive est une plaque infinie. La tension appliquée est de 6000 volts. Cette configuration est considérée comme axisymétrique (2D).

La modélisation du champ électrique au voisinage de la pointe a été effectuée dans de nombreuses études. Chen *et al.* (1996) ont modélisé le champ en présence de charge d'espace. Kouidri Med Ali *et al.* (2011) ont étudié l'influence de la distance inter électrodes, la distance entre les pointes et les rayons de courbures des pointes sur la distribution du champ et des lignes équipotentielles et surtout sur le dimensionnement de la zone de la décharge couronne dans le cas d'un système d'électrodes multi pointes-plan.

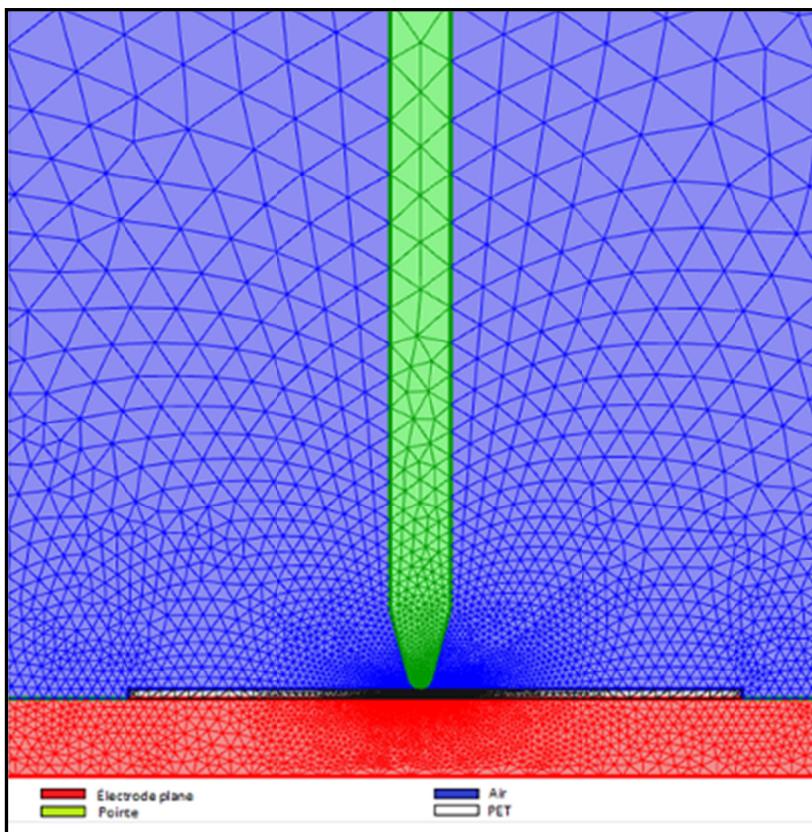


Figure 3.15 Configuration pointe plan et le modèle utilisé pour un isolant en PET

Les surfaces équipotentielles développées dans l'isolant de PET et l'espacement d'air dans le cas d'une pointe de 1,5 mm de rayon de courbure et 6 kV en introduisant un composite à base de PET d'une permittivité de 3,8 sont illustrées par la figure 3.16.

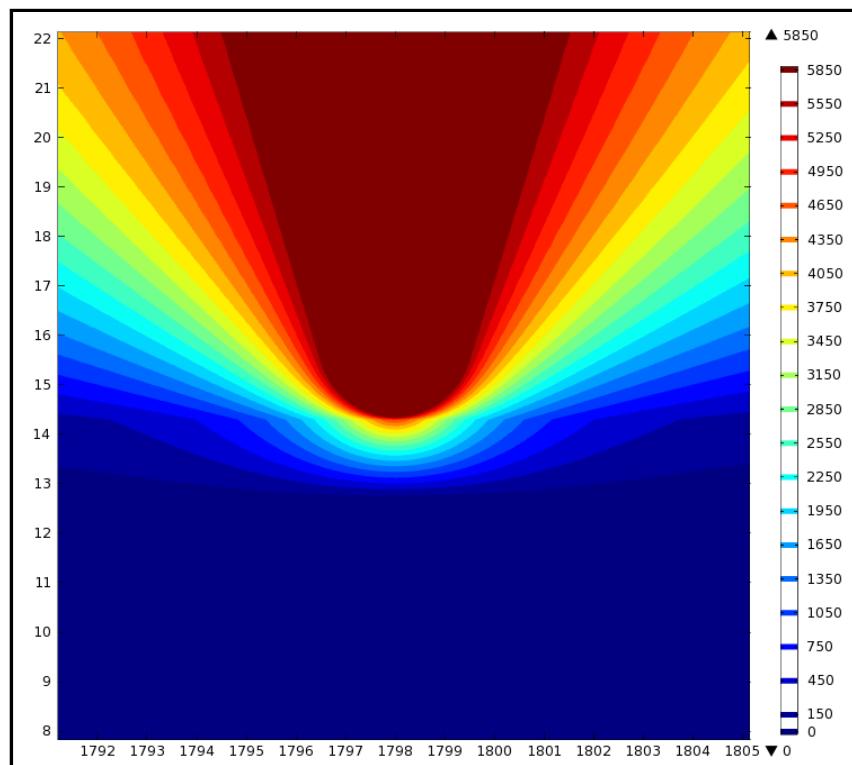


Figure 3.16 Surfaces équipotentielles (pointe 1,5 mm, 6 kV, isolant 1,65 mm)

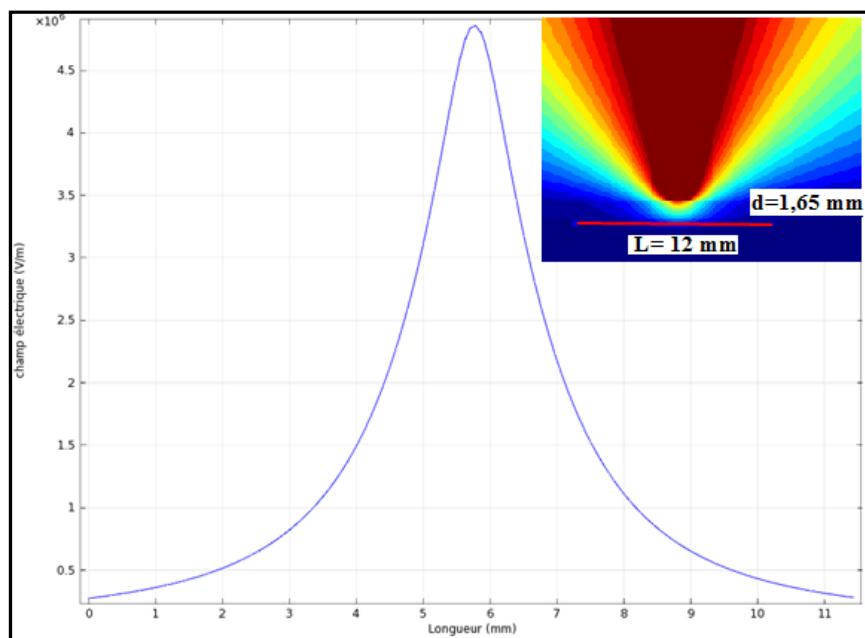


Figure 3.17 Distribution de l'amplitude du champ électrique près de la pointe sur une distance de 12 mm

Le champ électrique généré dans le cas d'une configuration pointe-plan est très intense au niveau de la pointe. Cependant, il atteint son maximum près du rayon de courbure comme le montre la courbe de la distribution du champ électrique représentée sur la figure 3.17. L'évolution du champ électrique dépend fortement du rayon de courbure de la pointe car lorsque le rayon décroît, le pic observé devient de plus en plus pointu.

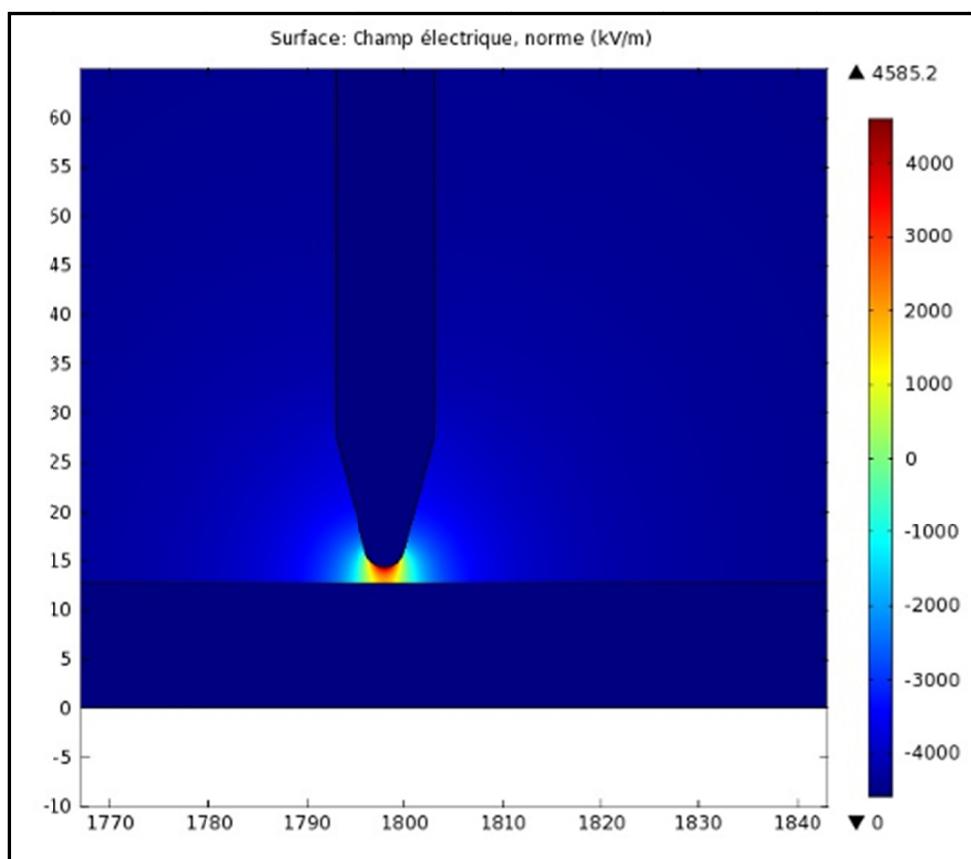


Figure 3.18 Répartition du champ électrique autour de la pointe  
(pointe 2 mm, 6 kV et sans isolant)

La figure 3.18 présente la distribution du champ électrique développé au voisinage de la pointe et à l'espacement d'air ainsi que sa grandeur calculée en appliquant un potentiel de 6 kV. Le champ maximal développé situé au niveau du rayon de courbure de la pointe est de 4,59 kV/mm alors que si on calcule le champ moyen dans les mêmes conditions, on aura 3,6 kV/mm.

La valeur nécessaire pour allumer la décharge à 300 Hz pour une distance inter électrode de 1,65 µm est d'environ 3,4 kV. À l'aide de la formule de Mason, le champ électrique atteint alors une valeur de 2,65 kV/mm à la pointe. En utilisant le modèle numérique, le champ électrique généré est estimé à 2,79 kV/mm.

L'influence du rayon de courbure a été vérifiée à l'aide du modèle numérique. Les valeurs trouvées confirment que la diminution du rayon de courbure entraîne un accroissement du champ électrique.

Tableau 3.2 Calcul analytique et numérique du champ électrique pour différentes configurations

<b>Calcul analytique</b>					
Tension appliquée (kV)	6	7	8	9	10
Champ électrique (kV/mm)	Pointe rayon 1,5 mm	4,7	5,5	6,3	7,1
	Pointe rayon 2 mm	4,1	4,8	5,5	6,2
<b>Modèle numérique</b>					
<b>sans isolant</b>					
Tension appliquée (kV)	6	7	8	9	10
Champ électrique (kV/mm)	Pointe rayon 1,5 mm	4,8	5,7	6,5	7,3
	Pointe rayon 2 mm	4,6	5,3	6,1	6,9
<b>avec isolant (permittivité relative <math>\epsilon=3,8</math>)</b>					
Tension appliquée (kV)	6	7	8	9	10
Champ électrique (kV/mm)	Pointe rayon 1,5 mm	16,3	19,0	21,7	24,5
	Pointe rayon 2 mm	15,1	17,7	20,2	22,7

Le tableau 3.2 présente une comparaison entre le champ électrique estimé à l'aide du modèle numérique et celui calculé par la formule de Mason déjà décrite auparavant. D'après les

valeurs établis, nous remarquons une bonne corrélation. Il nous paraît très utile d'utiliser le modèle numérique afin de calculer le champ électrique surtout lorsque qu'un diélectrique est introduit puisque dans ce cas il n'existe pas de formule analytique.

### 3.8 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons investigué la dégradation des matériaux sous effet couronne. L'effet de plusieurs paramètres comme la température, l'amplitude de la tension, la distance inter électrode et le rayon de courbure de la pointe a été vérifié et discuté. La tension d'initiation a été mesurée à l'aide du système des DP et vérifiée par la méthode optique qui est considérée comme un moyen de localisation des décharges. Le champ d'amorçage a été simulé à l'aide d'un logiciel de simulation numérique par éléments finis (Comsol) et les résultats ont été comparés avec ceux calculés analytiquement à l'aide de l'équation de Mason.

Le prochain chapitre abordera l'étude expérimentale de la rigidité diélectrique des matériaux composites à base de PET recyclé renforcés de fibre de verre, mica et noir de carbone. La technique utilisée sera décrite ainsi que la méthode statistique permettant de traiter les résultats des tests de rupture diélectrique.

## CHAPITRE 4

### ÉTUDE DE LA RUPTURE DIELECTRIQUE

#### 4.1 Généralité

Ce chapitre a pour but d'étudier la rigidité diélectrique des matériaux composites à base de PET recyclé renforcés de fibres de verre, mica et noir de carbone. Ces essais peuvent améliorer nos connaissances sur les mécanismes de la rupture diélectrique. Plusieurs essais ont été réalisés afin de tester l'influence de différents paramètres de mesure sur la rigidité diélectrique des matériaux candidats. Les paramètres étudiés comprennent l'effet de la forme des électrodes, l'épaisseur de l'échantillon, la température et la vitesse de montée en tension. Les essais de rigidité diélectrique ont été réalisés à 60 Hz sur des échantillons d'épaisseur 1,6 mm grâce au testeur Bauer DTA100, récemment acquis par l'ETS, représenté par la figure 4.1. L'appareil est muni d'une cellule en verre permettant d'immerger les échantillons et les électrodes dans l'huile diélectrique (Voltesso 35) afin d'éviter le contournement des échantillons (voir figure 4.2). Après l'immersion de l'échantillon dans l'huile diélectrique, il faut bien s'assurer qu'un bon contact a été établi entre l'échantillon et les deux électrodes avant d'appliquer la haute tension.



Figure 4.1 Testeur Bauer DTA 100 utilisé pour les essais de rupture diélectrique

La présence des contaminants dans l'huile compte parmi les causes principales qui peuvent affecter les valeurs mesurées de la rigidité diélectrique. Ainsi, il est très important de changer l'huile fréquemment. D'autres facteurs liés à l'huile peuvent affecter la qualité des tests comme la nature de l'huile, l'humidité et les bulles de gaz liées à la façon de remplir le réservoir. Il est recommandé de prendre suffisamment de temps pour remplir le réservoir afin d'éviter la formation des bulles d'air dans l'huile.

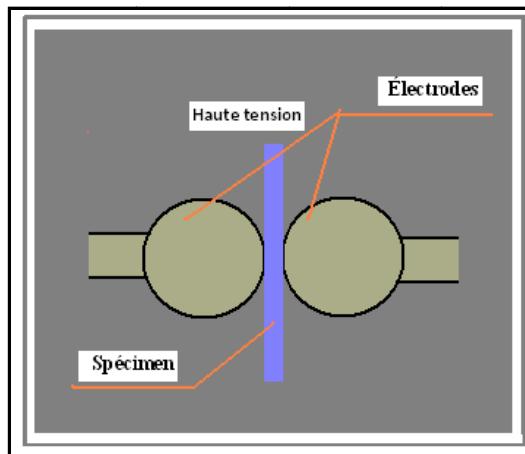


Figure 4.2 Système d'électrodes pour le claquage

Les électrodes utilisées sont des électrodes standards conformes à la norme ASTM D149. La figure 4.3 illustre les deux types d'électrodes utilisées lors de l'étude de la rupture diélectrique des matériaux candidats, des électrodes sphériques avec un diamètre 12,5 mm et des cylindriques à bout plat de diamètre 25,4 mm.



Figure 4.3 Types d'électrodes utilisées

## 4.2 Technique expérimentale

Dans ce travail, la démarche adoptée consiste à effectuer des tests selon la norme ASTM D149-97a (2004). Il existe trois procédures de base qui peuvent être utilisées pour déterminer la rigidité diélectrique d'un isolant. Ces procédures sont le test à court terme, le test à montées en escalier et le test d'endurance. Les trois méthodes peuvent être réalisées selon le même principe en plaçant un échantillon entre deux électrodes. Les tests se réalisent dans l'air ou dans l'huile. Généralement, ils doivent être réalisés dans l'huile pour éviter le contournement de l'isolant. Selon la norme ASTM, il existe différents types d'électrodes, les plus utilisées sont les électrodes sphériques.

Plusieurs paramètres peuvent affecter la valeur de la rigidité diélectrique d'un matériau. Il peut s'agir de paramètres de mesure tels que la géométrie des électrodes, la vitesse de montée durant le test, l'épaisseur de l'isolant, la température ou l'humidité, comme il peut s'agir de variations de la microstructure de l'isolant telles que la présence de défauts ou porosité et la composition du matériau.

Ainsi, nous allons étudier l'influence de plusieurs paramètres sur la rigidité diélectrique des trois matériaux testés

- La vitesse de montée (0,5 kV/s, 5 kV/s et 10 kV/s).
- L'épaisseur de l'échantillon (1,6 et 3,2 mm dans le cas du VNT340SK).
- La forme géométrique de l'électrode (sphérique avec un diamètre de 12,5 mm et cylindrique à bout plat avec un diamètre de 25,4 mm).
- La température de l'échantillon (à température ambiante et 70°C).

Parmi les trois procédures décrites par la norme ASTM D149, deux méthodes seront adoptées.

#### 4.2.1 Test à court terme

Ce test est simple et facile, peut être effectué sur un grand nombre d'échantillon afin de déceler les échantillons problématiques. Ce test consiste à appliquer une tension avec une certaine vitesse de montée (typiquement 0,5 kV/s) jusqu'à la rupture comme il est représenté par la figure ci-dessous. La tension maximale obtenue représente la tension de claquage pour le test à court terme.

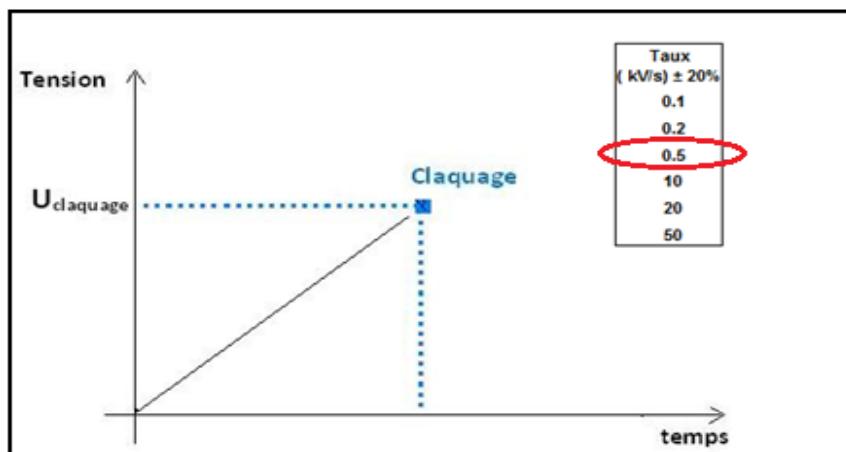


Figure 4.4 Test à court terme selon la norme ASTM D149

#### 4.2.2 Tests à montée en escalier

Ce test consiste à appliquer et à maintenir une tension initiale, typiquement la moitié de la tension obtenue par le test à court terme, pendant un certain temps (typiquement 5 min). Cette tension sera augmentée par la suite de 10% et maintenue pendant la même période. Cette procédure est appliquée ainsi jusqu'au claquage de l'échantillon. La tension maximale obtenue représente la tension de claquage pour le test à montée en escalier. La figure 4.5 montre le principe des tests à montée en escalier selon la norme ASTM D149.

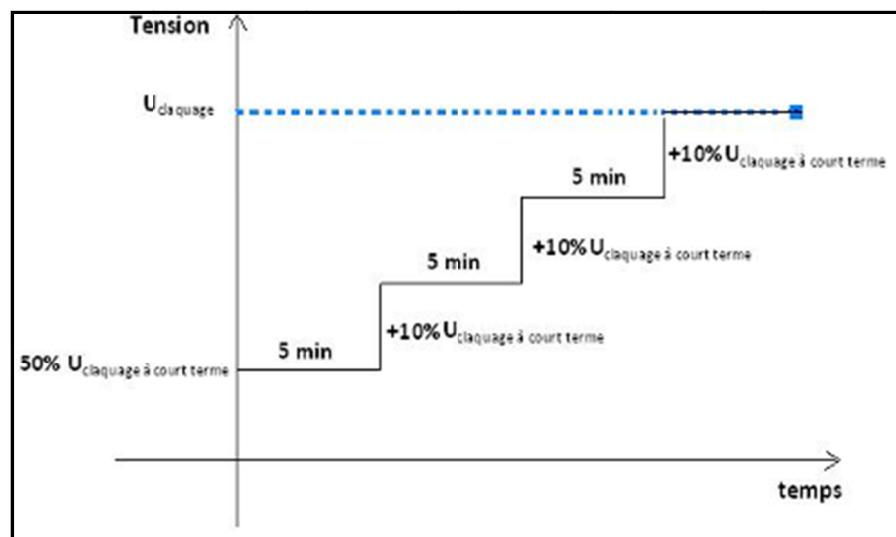


Figure 4.5 Test à montées en escalier selon la norme ASTM D149

Le test d'endurance est un test important permettant de prédire la durée de vie électrique pour un matériau. Ce test consiste à mesurer le temps nécessaire pour la rupture diélectrique d'un échantillon soumis à une tension inférieure à celle mesurée par le test à court terme, tel qu'illustré par la figure 4.6. Toutefois, nous ne pouvons pas le réaliser par manque d'un appareil spécialisé permettant de réaliser ce type de mesure.

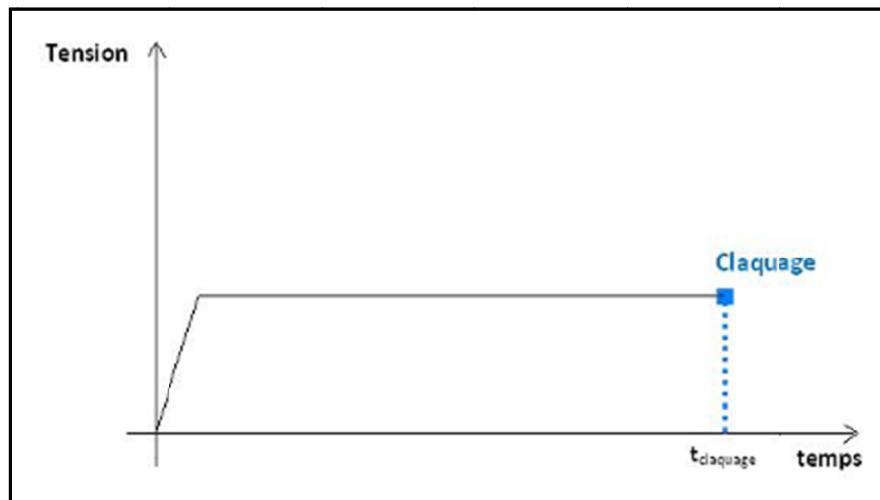


Figure 4.6 Test d'endurance selon la norme ASTM D149

### 4.3 Analyse statistique des données

Tel qu'il est défini par la norme ASTM D149, un isolateur soumis à des tensions très élevées, finit par claquer et permet le passage du courant. La rigidité diélectrique des échantillons, exprimée en kV/mm, se calcule en divisant la tension atteinte au point de la rupture divisée par l'épaisseur de l'échantillon. L'épaisseur a été mesurée par un micromètre numérique. Les résultats ont été traités selon la procédure indiquée dans le standard IEEE-STD 930. Cette procédure est la plus utilisée pour les traitements statistiques des données.

### 4.4 La distribution à deux paramètres de Weibull

L'expression de la fonction de densité cumulative de probabilité pour la distribution de Weibull à deux paramètres est donnée par la formule suivante:

$$P(E) = 1 - \exp \left[ - \left( \frac{E}{\alpha} \right)^{\beta} \right] \quad (4.1)$$

où  $P(E)$  représente la probabilité cumulative de la rupture,  $E$  est la rigidité diélectrique expérimentale,  $\beta$  est le facteur de forme désignant la dispersion des données et  $\alpha$  représente le paramètre d'échelle indiquant la rigidité diélectrique de l'échantillon pour une probabilité d'échec de 63,2%.

Selon le guide technique standard IEE-STD 930, les estimateurs de  $\alpha$  et  $\beta$  seront calculées par la méthode de régression pondérée des moindres carrés pour chaque échantillon. Les intervalles de confiance pour les percentiles 0,1%, 1%, 5%, 10%, 30%, 63,2% et 95% seront également calculés en fonction du nombre total des échantillons ( $n$ ) et le nombre d'échantillons claqués ( $r_i$ ). Ces valeurs peuvent être calculées numériquement comme elles peuvent être tirées des tableaux ou bien grâce aux graphiques se trouvant dans le guide.

Les probabilités d'occurrence de chaque essai ont été calculées à partir de la fonction ci-dessous (4.2) de telle sorte que les paramètres de rupture, soit le temps ou la tension doivent être mis en ordre du plus petit au plus grand.

$$F(i, n) = \frac{i - 0.44}{n + 0.25} \times 100\% \quad (4.2)$$

où i représente le rang des données dans l'ordre croissant et n est le nombre des spécimens testés.

#### 4.5 Conclusion

Ce chapitre nous a permis de souligner les différentes procédures décrites dans la norme ASTM D149 qui sont utilisées pour mesurer la rigidité diélectrique. La méthode statistique de Weibull à deux paramètres servant à interpréter les données expérimentales et évaluer la rigidité diélectrique des matériaux a été décrite.

L'influence de plusieurs paramètres comme la température, l'épaisseur de l'isolant, la forme géométrique des électrodes et la vitesse de montée sera étudiée dans le prochain chapitre qui présentera tous les résultats expérimentaux obtenus lors de cette étude. Une analyse des mécanismes de défaillance sera présentée plus particulièrement, l'analyse microscopique et l'étude statistique des données des tests de rupture diélectrique.



## CHAPITRE 5

### ANALYSE DES MÉCANISMES DE DÉFAILLANCE

#### 5.1 Généralités

L'analyse des mécanismes de défaillance permet d'estimer la durée de vie des composants en service. Cette analyse a impliqué la dissection des échantillons claqués et les spécimens ayant subis l'érosion de surface sous HT et à des températures allant de la température ambiante jusqu'à 140°C, l'observation microscopique, l'analyse des mesures de la rugosité de surface causée par le vieillissement sous effet couronne ainsi que l'analyse statistique de Weibull.

Tout d'abord, nous commençons par décrire la méthode employée pour faire les dissections soit pour les échantillons qui ont été claqués ou pour les échantillons ayant subi l'érosion de surface sous effet couronne. Ensuite, on présentera les différentes images obtenues par le microscope électronique à balayage des échantillons claqués et érodés. Après une présentation des résultats relatifs aux mesures des profondeurs d'érosion, quelques résultats seront traités selon la loi d'Arrhenius. Ensuite, une analyse statistique sera faite pour traiter les données de la rupture diélectrique en utilisant le modèle à deux paramètres de Weibull. Finalement, quelques conclusions seront tirées et les critères de durée de vie seront établis.



Figure 5.1 Tronçonneuse à précision Buehler  
Tirée d'équipement Buehler (p. 4)

## 5.2 Dissection et préparation des échantillons

L'image ci-dessous présente la méthode utilisée pour couper les échantillons claqués et les préparer pour l'analyse microscopique. Le trou est d'abord repéré. Ensuite, les échantillons ont été coupés à la température ambiante en utilisant une tronçonneuse à précision Buehler présenté sur la figure 5.1.

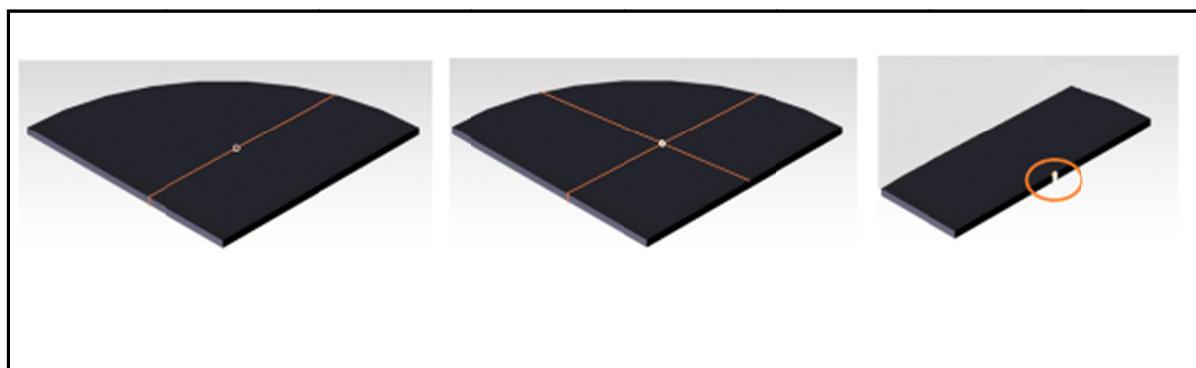


Figure 5.2 Méthode de préparation des échantillons claqués pour l'observation microscopique

## 5.3 Analyse microstructurale

### 5.3.1 Microscopie optique

Des observations ont été effectuées sur un microscope optique ayant un maximum d'agrandissement de X35. La figure 5.3 présente une photographie qui illustre la rupture diélectrique dans un composite à base de PET réalisé selon le test à court terme. La photo montre la trace laissée après le passage de l'arc électrique en traversant l'échantillon testé.

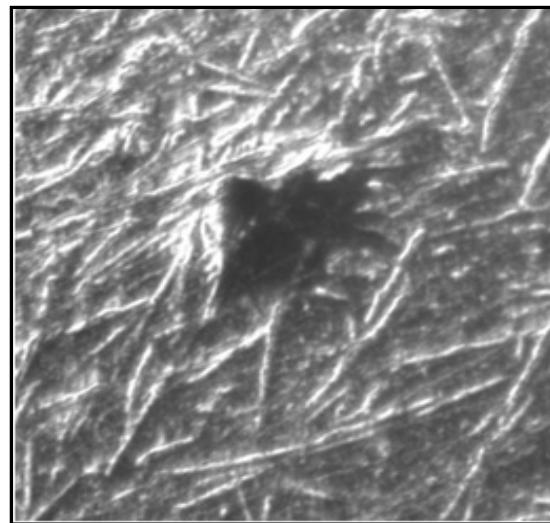


Figure 5.3 Rupture diélectrique dans un échantillon VNT340SK

L'image présentée à la figure 5.4 illustre la dégradation sous vieillissement accéléré à la température ambiante d'un composite (VNT840) où on peut distinguer la formation d'empreinte de forme circulaire de 12 mm de diamètre comme illustré la figure 5.4. Le diamètre et la profondeur de la zone érodée augmentent dépendamment de la tension appliquée, la distance inter électrode, le rayon de courbure de la pointe employée et la température.

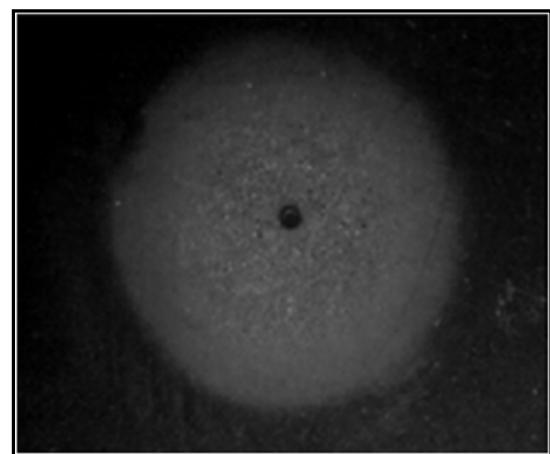


Figure 5.4 Photographie de surface d'un échantillon (VNT840) érodé à 25°C pendant 24 heures et à une tension de 6 kV (pointe 1,5 mm)

La figure 5.5 montre l'évolution du diamètre de la zone érodée avec l'amplitude de la tension appliquée et la température du milieu ambiant, respectivement. On y voit clairement que le diamètre de la région érodée accroît avec l'accroissement de la tension appliquée et la température du milieu. Il se peut que cette augmentation du diamètre de la zone érodée ait tendance à se saturer avec le temps même avec l'augmentation des deux facteurs (la tension et la température). Uchida *et al.* (1991) ont menés une étude sur la propagation de l'arborescence sur des échantillons de PE. Ils ont montré qu'au début, l'évolution de la zone érodée dépend fortement de la tension appliquée, mais qu'elle a tendance à se saturer après 3 à 4 heures.

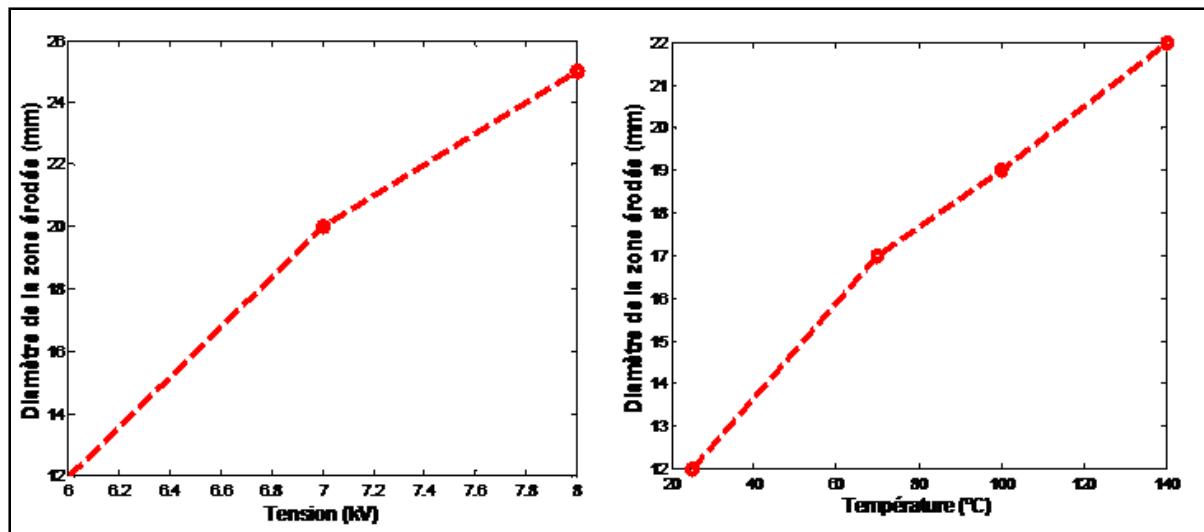


Figure 5.5 Diamètre de la zone érodée en fonction de la tension et la température

La figure 5.6 révèle la présence des cratères dus à l'érosion de surface après exposition à des décharges couronnes pendant 96 heures à 6 kV et à une température de 140°C.

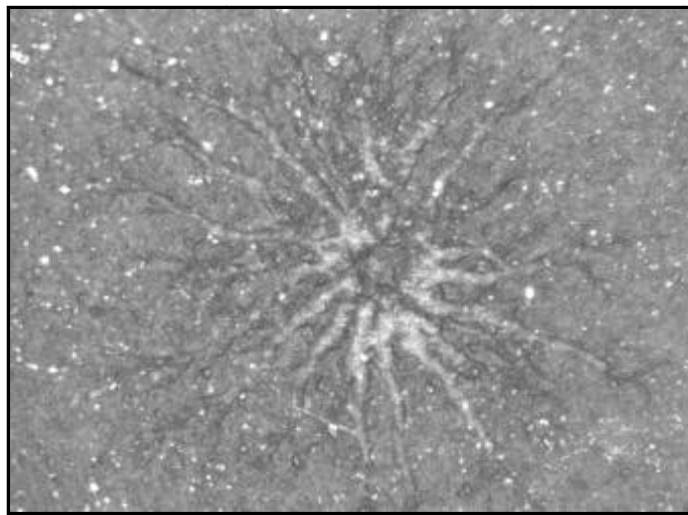


Figure 5.6 Photographie (X10) d'une surface présentant des cratères dus à l'érosion (VNT840 exposé au DC pendant 96 heures à 6 kV et 140°C)

### 5.3.2 Analyse par microscopie électronique (MEB)

Les figures 5.7 et 5.8 présentent les types de traces obtenues après la rupture diélectrique des échantillons. Il y apparaît clairement que les marques de claquage ne sont pas toujours les mêmes. L'arc électrique traverse l'échantillon en laissant un canal fin qui pourrait être accompagné d'une fissure d'un trajet aléatoire.

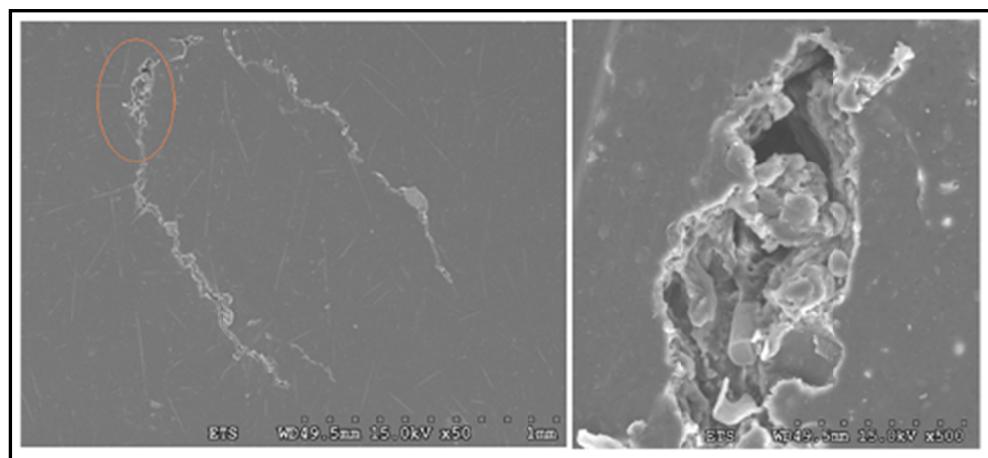


Figure 5.7 Perforation accompagnée d'une fissure



Figure 5.8 Trace de claquage sous forme de trou

Durant la dissection des échantillons claqué, on a pu observer clairement le chemin créé par l'arc électrique dans le composite de PET. L'examen microscopique a permis de remarquer que la perforation traverse de part en part l'échantillon mais elle débouche plus haut ou plus bas par rapport au percement situé à la face se trouvant en contact avec l'électrode active. L'arc électrique ne traverse pas toujours les échantillons de la même façon car la trajectoire du percement n'est pas linéaire mais correspond d'avantage à une arborescence au niveau de l'interface matrice-renforts accompagnée d'un contournement des flocons de mica qui ont un champ de rupture plus élevés par rapport à celui de la matrice (PET).

La figure 5.9 présente une photographie microscopique à trois différents grossissements (X50, X100 et X450). L'image représente une coupe d'un canal fin dû au claquage à court terme d'un composite à base de PET recyclé (VNT840) où on voit clairement les fibres de verre et la matrice (PET) pulvérisée à cause de l'arc électrique qui a traversé le composite.

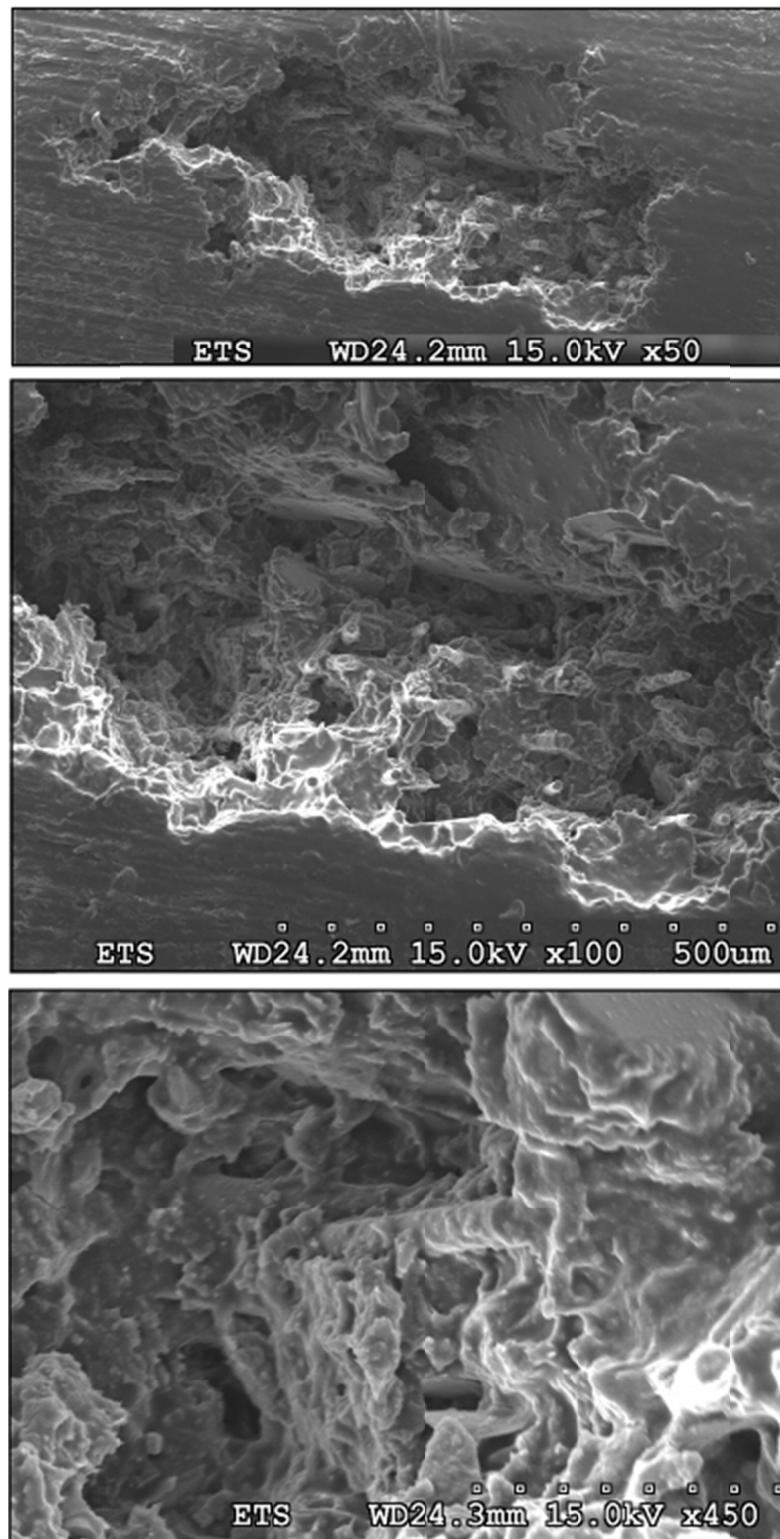


Figure 5.9 Photographie MEB d'une coupe d'une perforation dans un composite de PET avec différents grossissements

La figure 5.10 et 5.11 illustrent la dégradation sous vieillissement accéléré à la température ambiante et à haute température d'un échantillon en composite à base de PET (VNT340SK). Il y apparaît clairement que la résine se fait pulvériser par les décharges couronnes tandis que les fibres de verre et le mica restent.

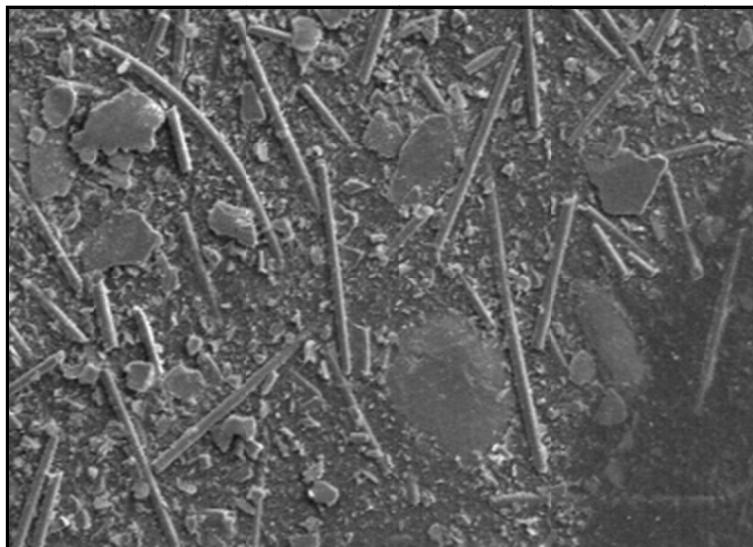


Figure 5.10 Érosion à température ambiante pendant 24 heures (X60)



Figure 5.11 Érosion à haute température

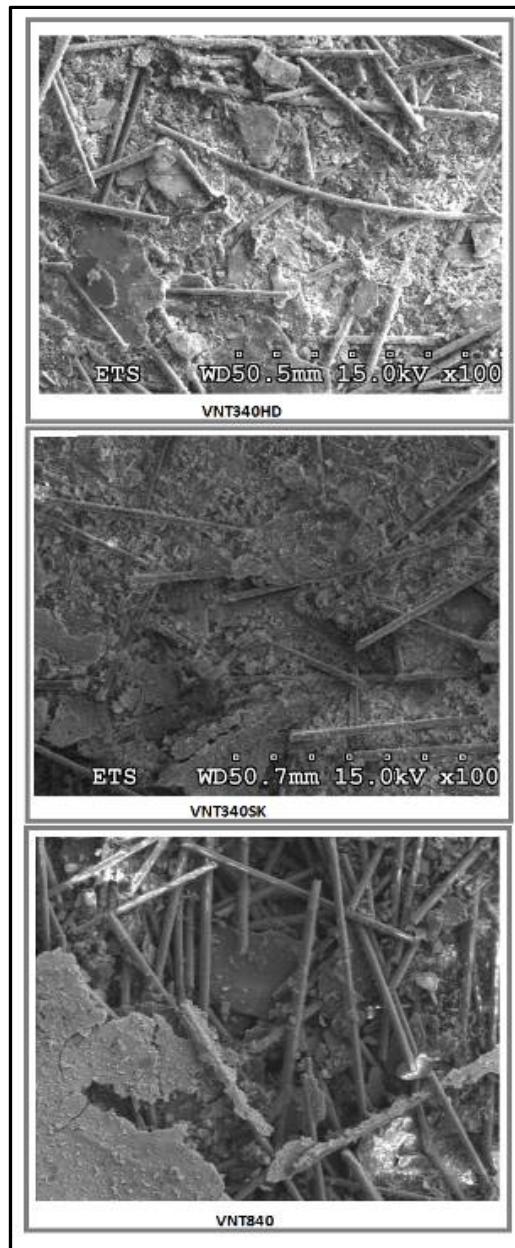


Figure 5.12 Érosion des trois matériaux à 140°C et 6 kV pendant 96 heures

La figure 5.12 nous montre la dégradation sous effet couronne des trois matériaux candidats. Il y a apparaît clairement que dans les trois cas, la pulvérisation de la résine se fait. Toutefois, nous ne pouvons pas évaluer le taux de dégradation sans faire des mesures de rugosité de surface.

L'effet de la température sur la dégradation des composites est illustré par la figure 5.13. Il y apparaît clairement que l'augmentation de la température accélère le vieillissement des composites.

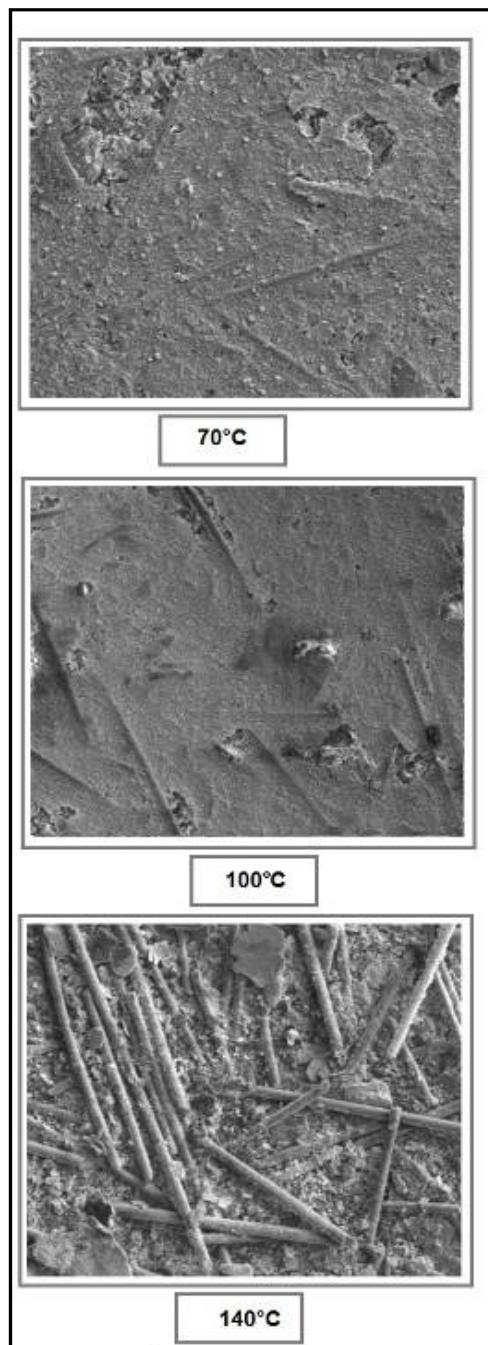


Figure 5.13 Effet de la température sur l'érosion de surface (exposition au DC pendant 24 heures (X100)

La figure 5.14 représente l'érosion de surface du composite VNT340SK en fonction de la durée du vieillissement accéléré sous effet couronne. En effet, la rugosité de surface accroît avec l'accroissement de la durée d'exposition au DC.

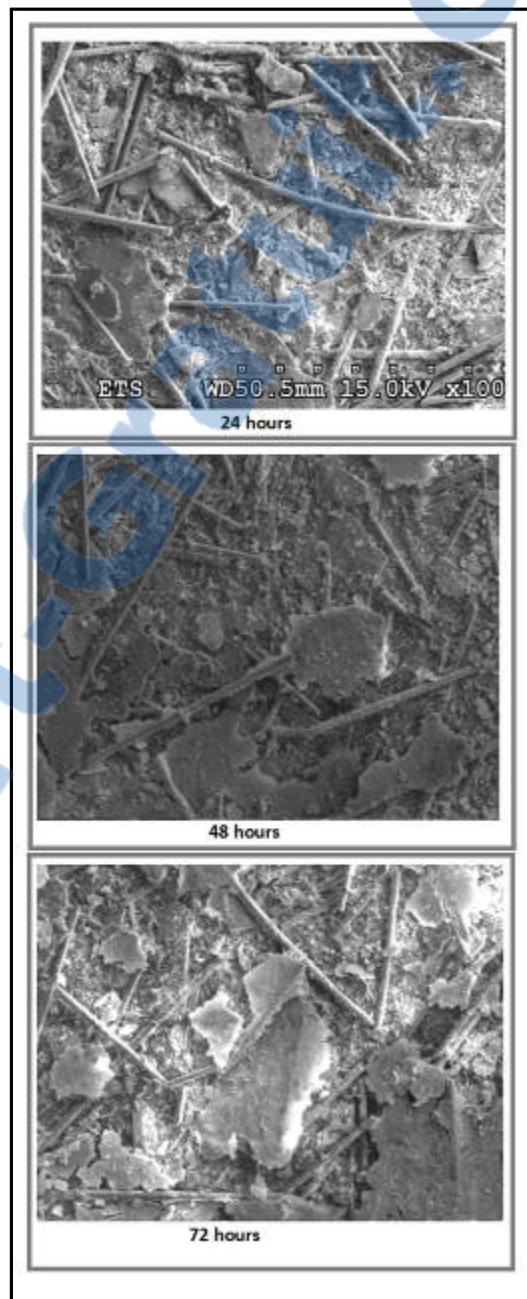


Figure 5.14 Effet du temps d'exposition sur le taux d'érosion de surface (X100)

## 5.4 Analyse des résultats du vieillissement accéléré des composites

La profondeur d'érosion a été mesurée sur une longueur de 12 mm de la surface érodé grâce à un rugosimètre à palpeur Mitutoyo représenté sur la figure 5.15. Plusieurs mesures ont été effectuées sur le même échantillon en faisant le tour de toute la surface érodée. La moyenne de toutes les mesures a été utilisée pour évaluer la profondeur d'érosion de chaque échantillon. Les mesures ont été enregistrées via une interface Surfpack en indiquant la valeur de la rugosité ( $R_a$ ) et en traçant le profile.

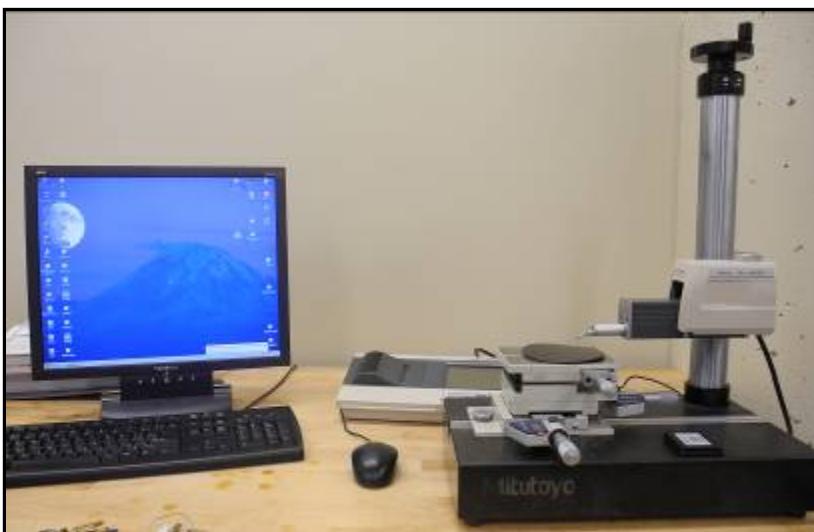


Figure 5.15 Rugosimètre utilisé

La dégradation causée par les décharges partielles a été largement étudiée à la température ambiante. Toutefois, il existe peu de travaux qui ont été effectués à des températures élevées. L'impact de la température sur la rugosité de surface, qui est le paramètre déterminant du taux de dégradation des matériaux ayant subis l'exposition aux décharges partielles, a été vérifié pour les trois composites testés. Les essais ont été effectués à différentes températures (23, 70, 100 et 140°C) en appliquant une tension 6 kV et en utilisant une pointe de rayon de courbure de 1.5 mm et un espace inter électrode de 1,65 mm. Les résultats, rapportés en graphique sur la figure 5.16, mettent en évidence l'effet de la température sur la rugosité de surface causée par l'exposition aux DC. L'augmentation de la rugosité de surface est liée à la pulvérisation de la résine de PET sous l'impact des décharges.

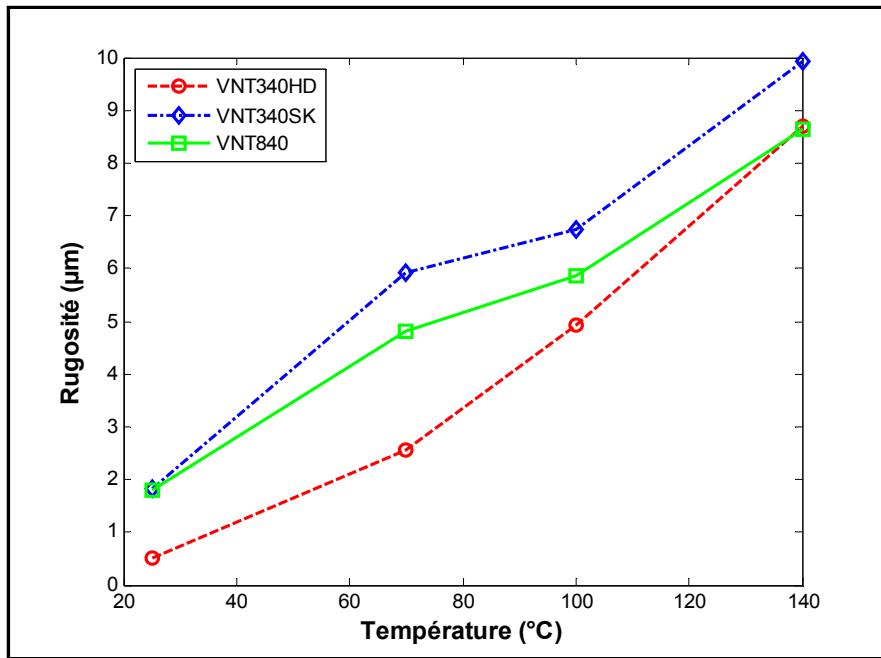


Figure 5.16 Variation de la rugosité en fonction de la température  
( $U= 6 \text{ kV}$ ,  $d=1,65 \text{ mm}$  et  $t= 24 \text{ h}$ )

La figure 5.17 montre que l'effet de l'augmentation de la tension est similaire à ce qu'on a déjà observé sur l'effet de la température. La rugosité de surface augmente fortement au-delà de 7 kV.

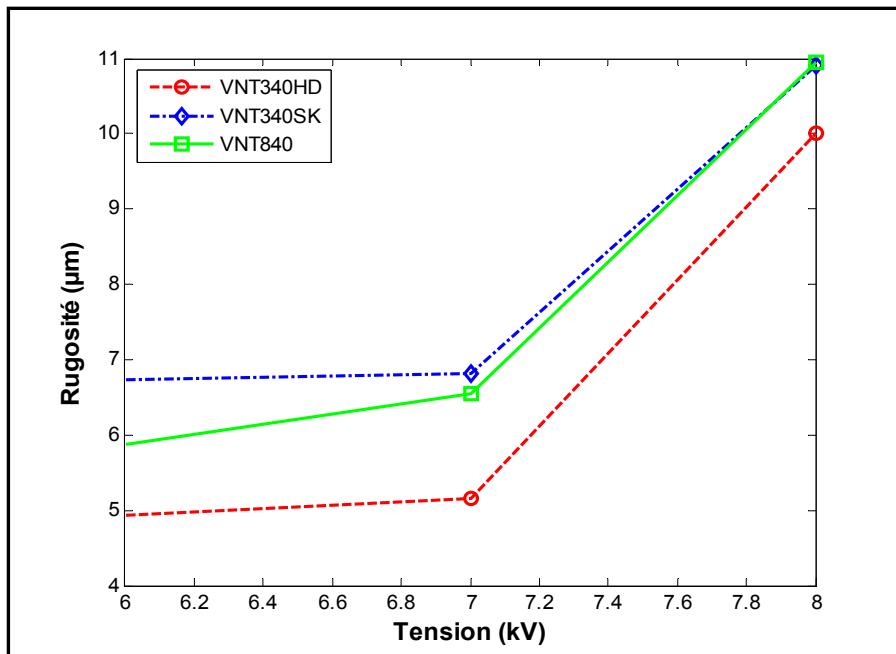


Figure 5.17 Variation de la rugosité en fonction de la tension à 100 °C

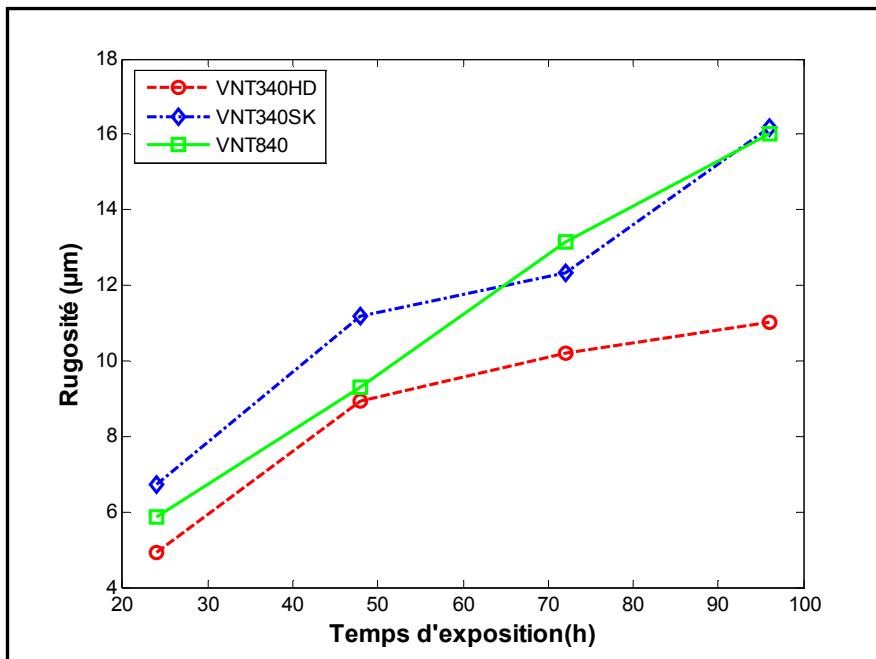


Figure 5.18 Variation de la rugosité en fonction du temps à 100 °C

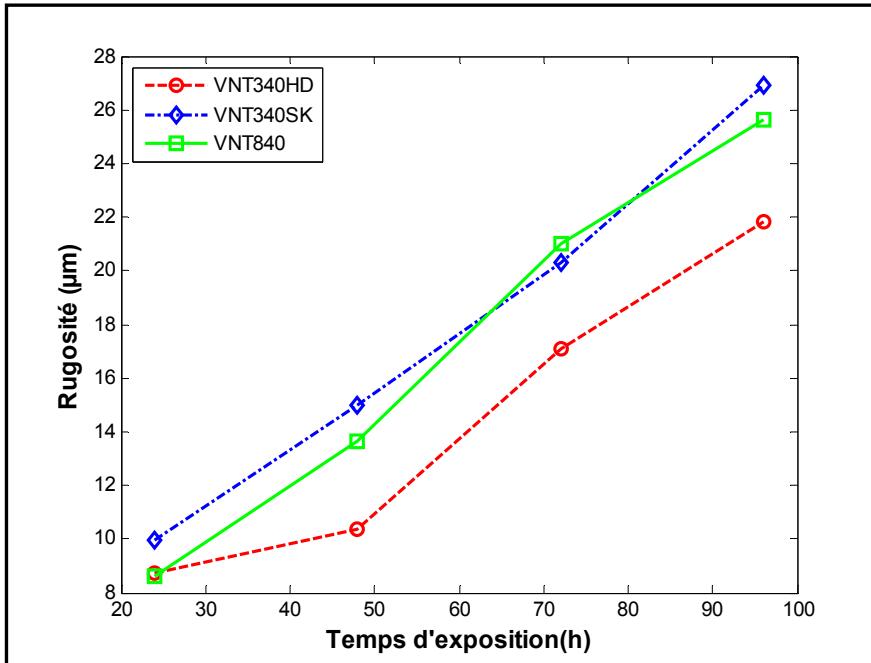


Figure 5.19 Variation de la rugosité en fonction du temps à 140 °C

Parmi les facteurs qui peuvent accélérer le processus du vieillissement, le temps est un élément important lors de la dégradation des isolants. En effet, la dégradation des isolants accroît avec le temps tel qu'illustré par les figures 5.18 et 5.19.

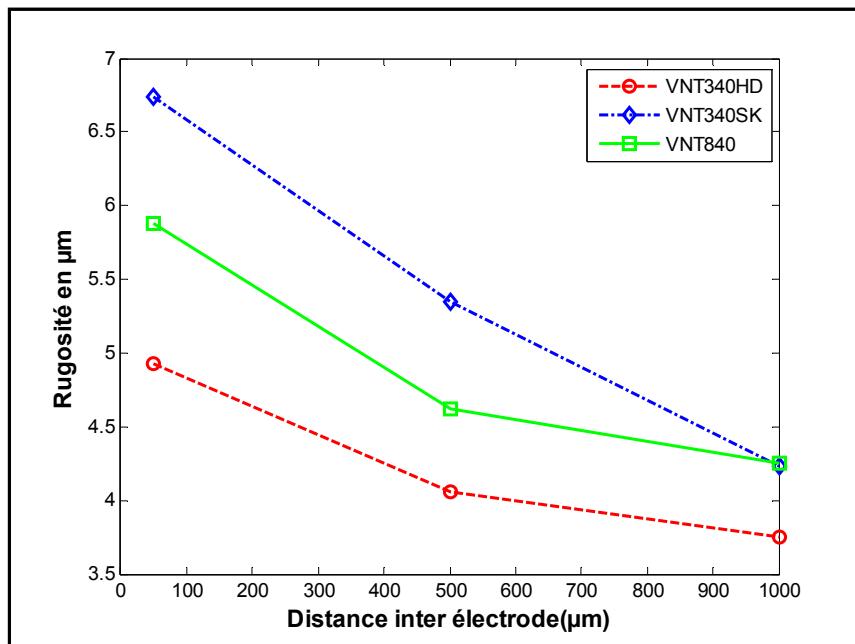


Figure 5.20 Variation de la rugosité en fonction de la distance inter-électrode à 100 °C et 6 kV

L'effet de la distance inter-électrodes est représenté sur la figure 5.20. L'érosion de surface augmente avec la diminution de la distance inter-électrodes. En effet, le champ est très intense au niveau de la pointe. Ainsi, plus la pointe est proche de l'isolant, plus la vitesse de dégradation augmente.

Tableau 5.1 Variation de la rugosité en fonction du rayon de courbure de la pointe à 100 °C et 6 kV

Échantillon	Profondeur d'érosion (μm) dans le cas de la pointe de 1.5mm	Profondeur d'érosion (μm) dans le cas de la pointe de 2mm
VNT340HD	4,93	4,90
VNT340SK	6,74	6,53
VNT840	5,87	5,05

Les valeurs de la profondeur d'érosion mesurées sur une longueur de 15 mm des échantillons érodés en appliquant une tension de 6 kV dans le cas de la pointe 1,5 mm et 2 mm sont représentées sur le tableau 5.1.

Selon les valeurs, la profondeur d'érosion dans le cas des trois matériaux a tendance à diminuer avec la croissance du rayon de courbure de la pointe. Plus le rayon de courbure de la pointe est petit plus le champ généré au voisinage de la pointe est grand.

Tableau 5.2 Variation de la rugosité en fonction de l'épaisseur à 100 °C et 6 kV (VNT340SK)

Épaisseur	Profondeur d'érosion ( $\mu\text{m}$ )
1,6 mm	6,73
3,2 mm	4,94

L'effet de l'épaisseur sur la rugosité de surface est illustré par le tableau 5.2. On y voit nettement que la diminution de l'épaisseur du mur isolant entraîne une augmentation de la profondeur d'érosion causée par effet couronne. Le champ électrique généré dans le cas d'un échantillon plus épais est moins important tenant en compte la distance inter électrodes qui devrait être plus importante dans ce cas. Ainsi, un échantillon ayant une faible épaisseur est plus facilement dégradé, et plus particulièrement sous l'action d'un champ électrique suffisamment important.

#### 5.4.1 Effet de la température sur la rugosité selon la loi d'Arrhénius

Dans la figure 5.21, nous voulons ajouter une présentation complémentaire de ce qui a été déjà montré concernant l'effet de la durée d'exposition et la température. Ainsi, nous présenterons la dégradation sous effet couronne qui a été testée à différentes températures (23, 70, 100 et 140°C). Les mesures de la rugosité de surface à hautes températures ont

permis de confirmer le fait que l'accroissement de la température entraîne une augmentation de la dégradation. Cette augmentation est attribuée à l'activité des DC qui devient plus importante à haute température.

La loi d'Arrhénius peut être utilisée pour vérifier la dépendance à la température . Il s'agit donc de faire une normalisation des courbes déduites à différentes températures en superposant toutes les courbes grâce au déplacement des données vers une courbe dite la courbe de référence (ou courbe maîtresse).

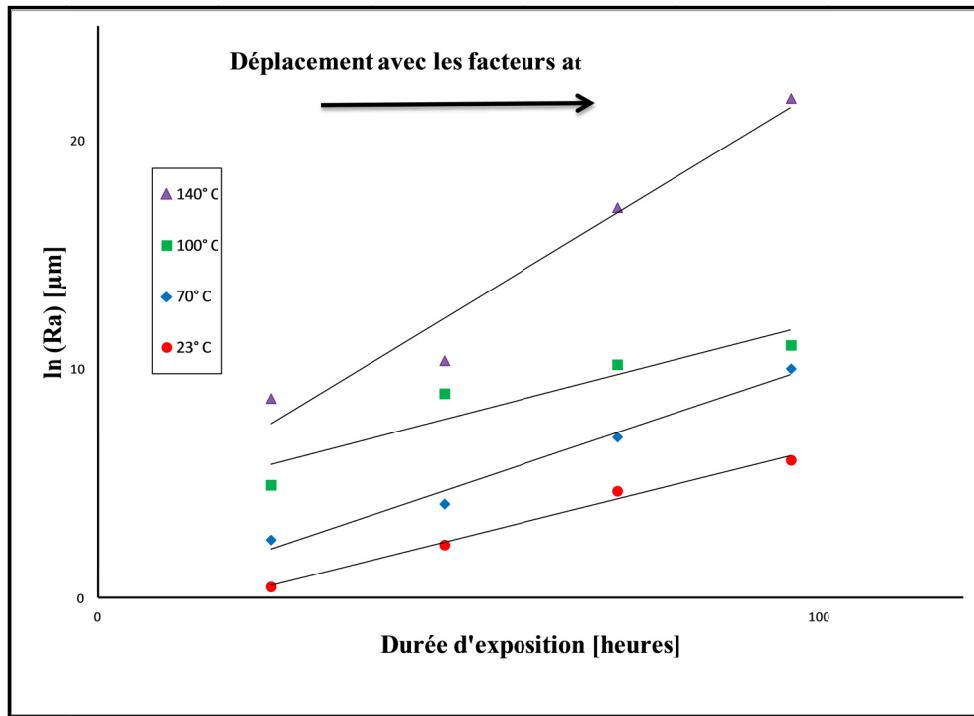


Figure 5.21 Rugosité de surface en fonction du temps pour plusieurs températures dans le cas du VNT340HD

Les valeurs empiriques  $a_t$  qui ont été calculées à partir de la courbe 5.21 ont permis d'effectuer la superposition des graphiques sur la courbe de référence à 23°C dans le cas du matériau VNT340HD. La courbe de superposition des données expérimentales représentée par la figure 5.22 regroupe toutes les mesures de rugosité qui ont été effectuées dans le cas du composite VNT340HD.

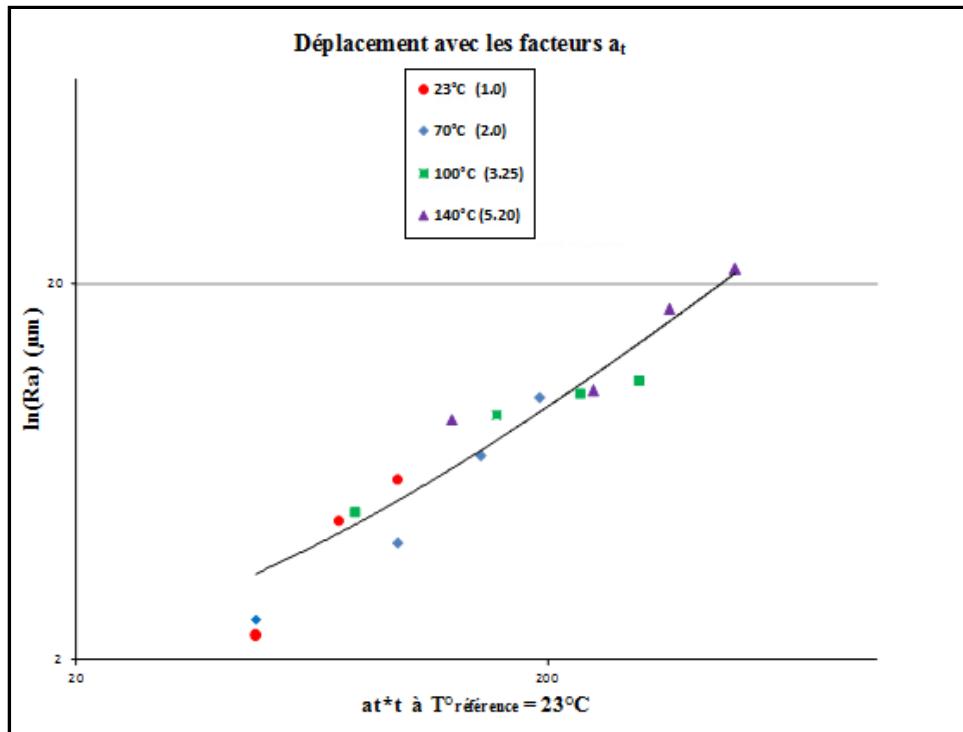


Figure 5.22 Normalisation des données ( la courbe de référence à 23°C)

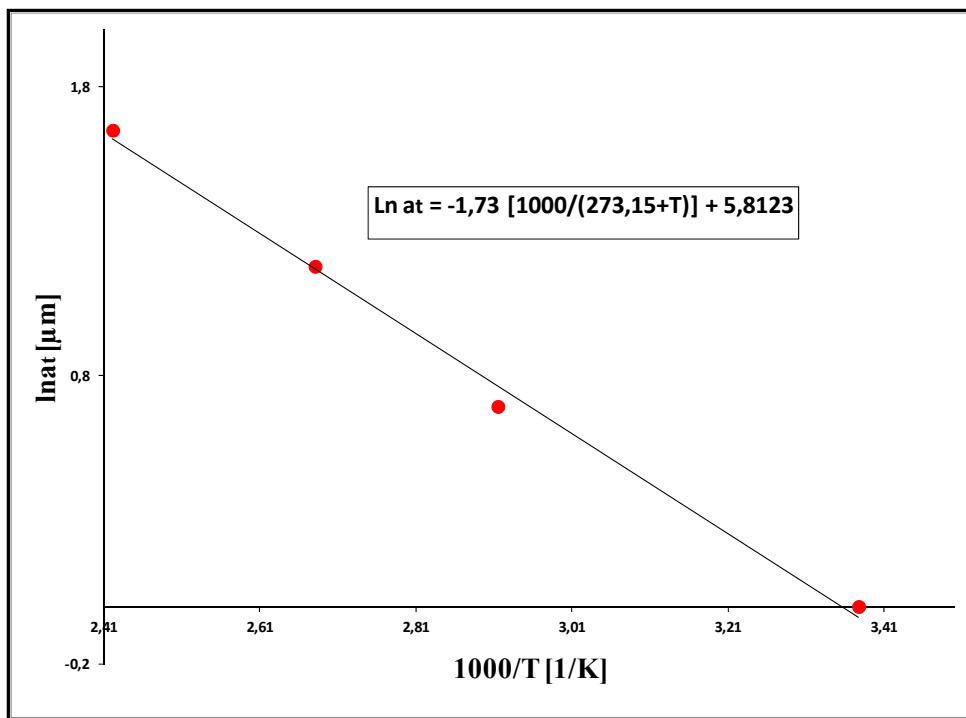


Figure 5.23 Facteurs de déplacement en fonction de l'inverse de la température en Kelvin [1000/T(K)]

Le tracé correspondant à la loi d'Arrhenius pour les valeurs empiriques  $a_t$  est illustré à la figure 5.23. Pour le matériau VNT340HD, les données expérimentales correspondent bien avec les prédictions du modèle d'Arrhenius. Ainsi, la loi d'Arrhenius permet de déduire le comportement diélectrique à haute température. Connaissant la pente de la courbe qui correspond au rapport de l'énergie d'activation et de la constante des gaz parfait, l'énergie d'activation peut être calculée. Le phénomène d'érosion par DP correspond à une énergie d'activation de l'ordre de 14,8 kJ/mole ce qui très faible comme énergie d'activation. Cette distribution servira à calculer la durée de vie de ces matériaux si on fixe un taux de dégradation une fois le mécanisme est activé thermiquement.

## **5.5 Analyse statistique des données de la rupture diélectrique**

Comme déjà mentionné dans le troisième chapitre, les tests ont été effectués selon les deux méthodes définies dans la norme ASTM D149-97a (2004), le test à montée progressive et le test de montée en escalier. La procédure indiquée dans le standard IEEE-STD 930 nous a permis de tracer la distribution de probabilité de la rupture diélectrique et de traiter les données obtenues pour les différents matériaux candidats suivant le modèle à deux paramètres de Weibull. La droite de régression a été obtenue par la méthode de la vraisemblable maximale.

### **5.5.1 Tests à court terme**

Les résultats expérimentaux, relatifs à la rigidité diélectrique, obtenus pour vingt échantillons de chaque matériau testé selon le test à court terme sont représentés sur la figure 5.22. Les essais ont été réalisés avec une vitesse de montée de 0,5 kV/s. On voit nettement que la rigidité de tous les échantillons claqués est comprise entre 22 et 25 kV/mm. Toutefois, il semble qu'il y a une différence faible mais non négligeable en ce qui concerne la moyenne des rigidités des trois matériaux. Donc, il apparaît que le matériau VNT340SK est le moins résistant avec une rigidité diélectrique de 22,8 kV/mm par rapport au VNT340HD et VNT840 avec une rigidité de 23,4 et 23,6 kV/mm respectivement.

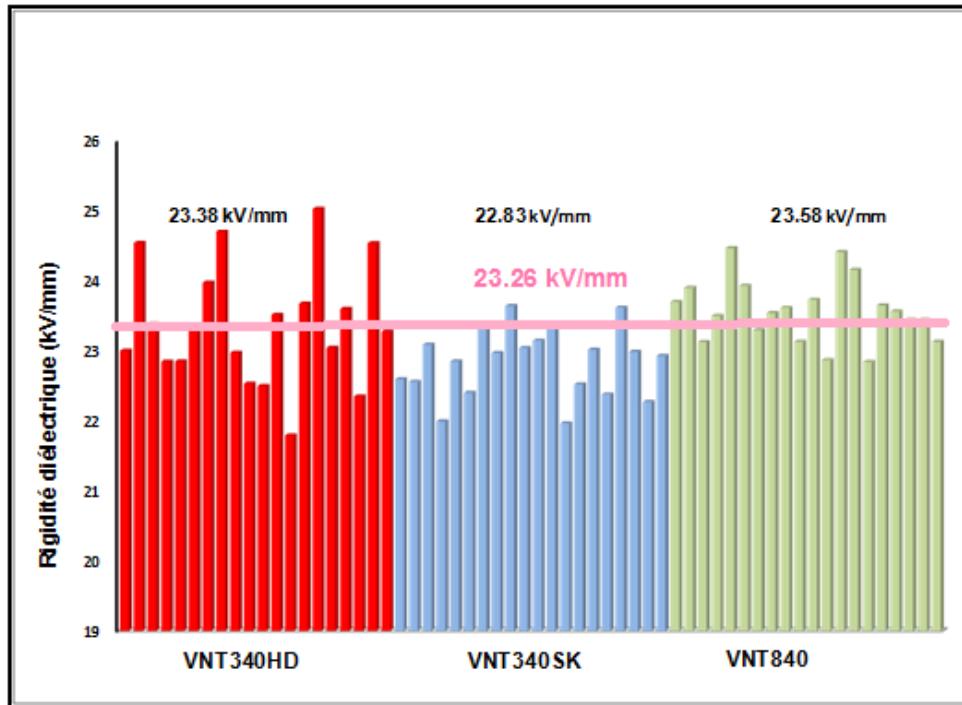


Figure 5.24 Moyennes des rigidités diélectriques pour les trois matériaux

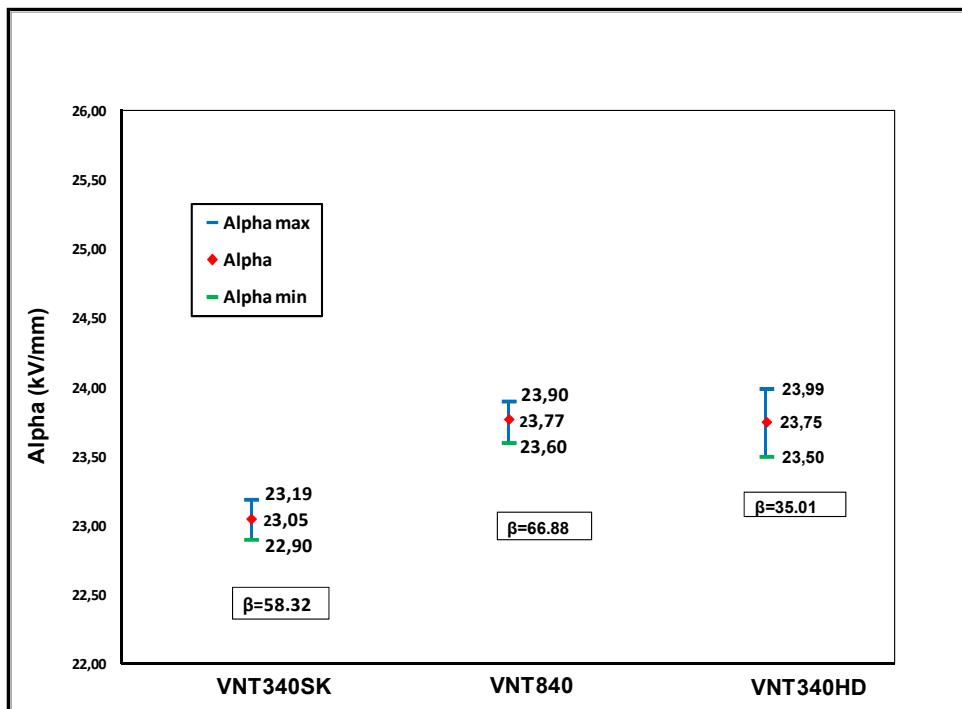


Figure 5.25 Intervalle de confiance à 90% pour le percentile 63,2% pour les trois matériaux (VNT340HD, VNT340SK et VNT840)

La figure 5.23 illustre les intervalles de confiance à 90% pour les trois matériaux (VNT340HD, VNT340SK et VNT840). Il semble que le paramètre d'échelle alpha ne change pas beaucoup pour les trois matériaux. Quant au facteur de forme Beta, il est différent pour chaque matériau.

Les tests de la rigidité diélectrique à court terme pour les trois composites étudiés sont représentés sur la figure 5.26. Les lignes courbes représentent les intervalles de confiances à 90%. Les intervalles de confiance à 63,5 % pour VNT840 et VNT340HD se chevauchent, ce qui indique que les deux matériaux sont proches. Par contre, le VNT340SK semble être le moins performant aux essais de rupture diélectrique.

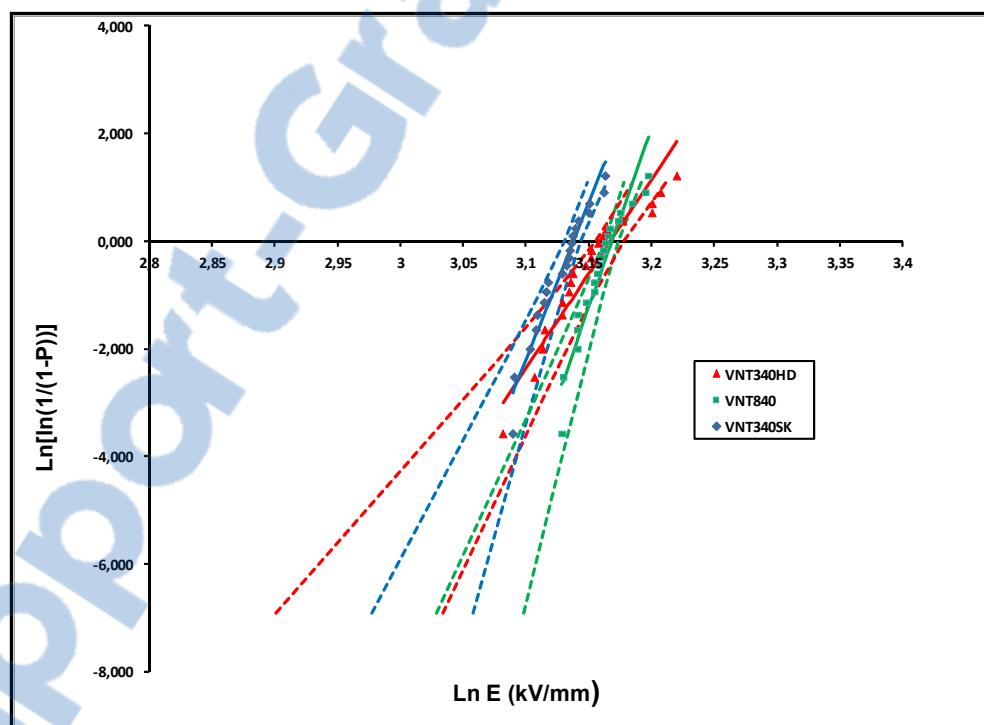


Figure 5.26 Diagramme de Weibull pour les trois matériaux

### 5.5.1.1 Homogénéité le long de la ligne d'extrusion (boîte#4, boîte#16 et boîte#28)

L'homogénéité le long de la production a été vérifiée par des tests à court terme avec une rampe de 0,5 kV/s en utilisant des électrodes sphériques. Il s'agit des essais réalisés sur des

échantillons de la boîte#4, la boîte#16 et la boîte#28, ce qui correspond au début, milieu et fin de la ligne d'extrusion. Les valeurs de la rigidité diélectrique obtenues ont montré qu'il y a une bonne homogénéité le long de la ligne d'extrusion (voir figure 5.27).

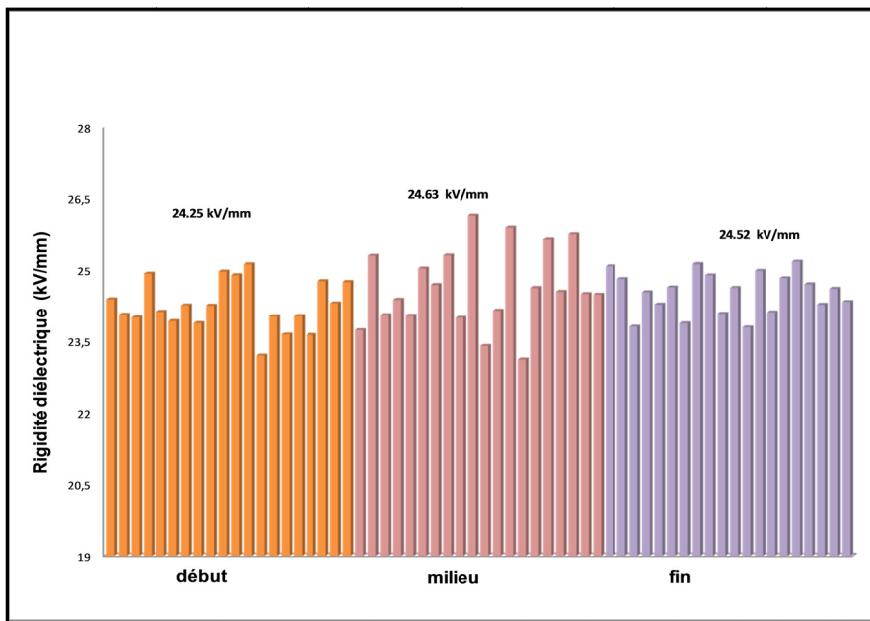


Figure 5.27 Moyennes des rigidités diélectriques le long de la ligne

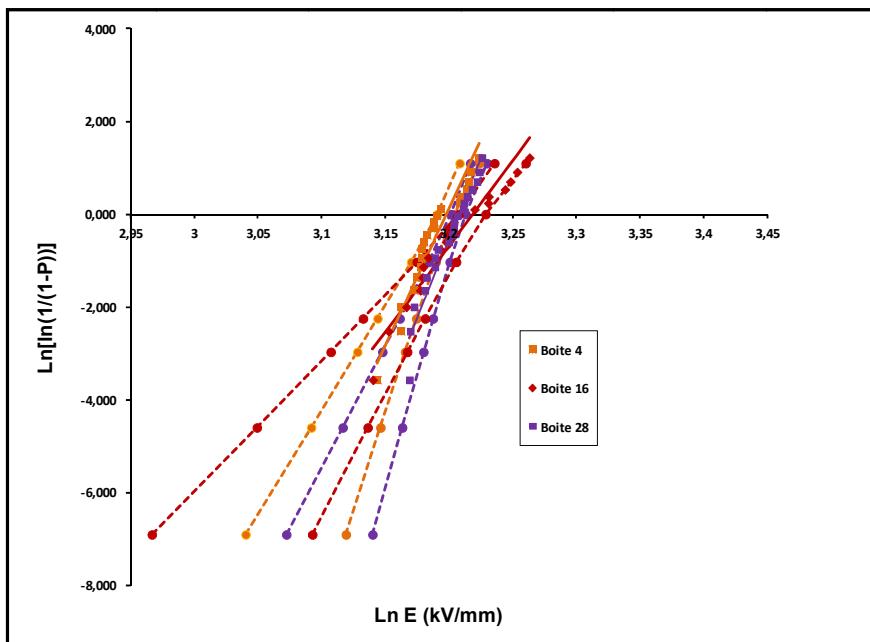


Figure 5.28 Diagramme de Weibull représentant l'homogénéité le long de la ligne d'extrusion

### 5.5.1.2 Variation de rigidité diélectrique

Plusieurs paramètres de mesure peuvent fortement influencer les valeurs de la rigidité diélectrique, telles que l'épaisseur de l'isolant, la forme des électrodes, la rampe de montée de la tension appliquée et la température.

#### Effet de la température sur la rigidité diélectrique des trois matériaux

Il est a noté que l'énergie thermique contribue à la dégradation des polymères. La température fournit une énergie supplémentaire à celle qui est utilisée pour amorcer la décharge et ioniser l'air. Évidemment, la contrainte thermique augmente l'activité des décharges particulièrement dans les vides et les défauts, ce qui contribue à la diminution de la rigidité diélectrique. L'effet de la température sur la rigidité diélectrique a été vérifié pour les trois matériaux. Les tests à court terme ont été effectués avec une rampe de 0,5 kV/mm en utilisant des électrodes sphériques.

Selon les diagrammes de Weibull représentés sur les figures 5.27 à 5.29, la rigidité diélectrique à la température ambiante est d'environ 98% de la valeur à 70°C, ce qui est une faible diminution sur un intervalle de température de 25 à 70°C. Le changement typique prévu est une diminution de la rigidité diélectrique avec l'augmentation de la température. Par contre, nous observons une augmentation de la rigidité diélectrique avec la diminution de la température. Pour le moment, on n'a pas une explication claire pour un tel phénomène. Cela peut être attribué au changement morphologique des matériaux au cours du chauffage de ou au comportement du l'huile à des températures élevées.

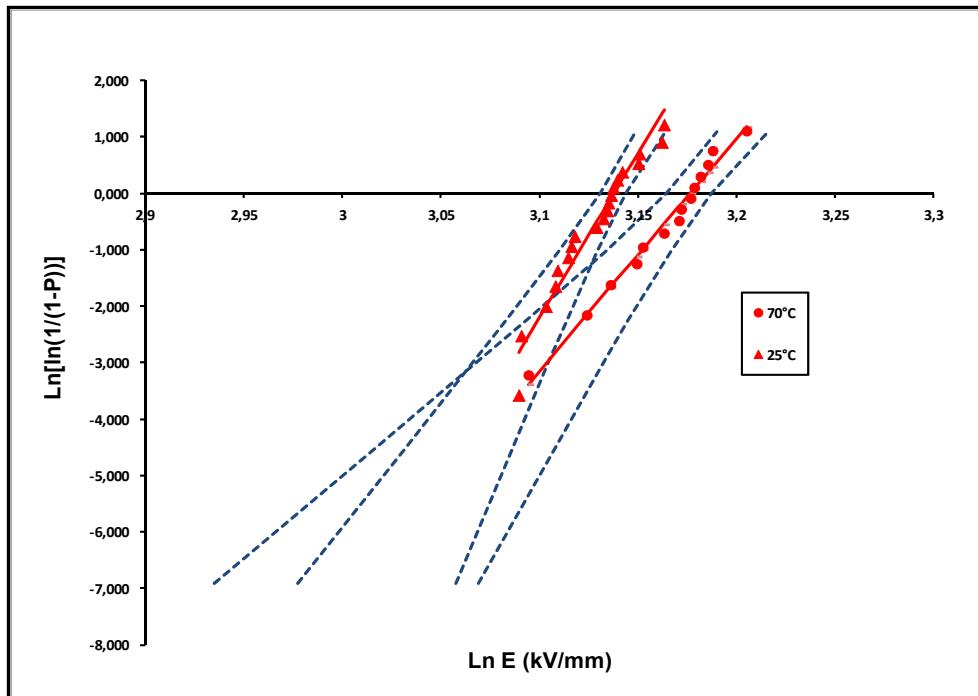


Figure 5.29 Diagramme de weibull de VNT340SK

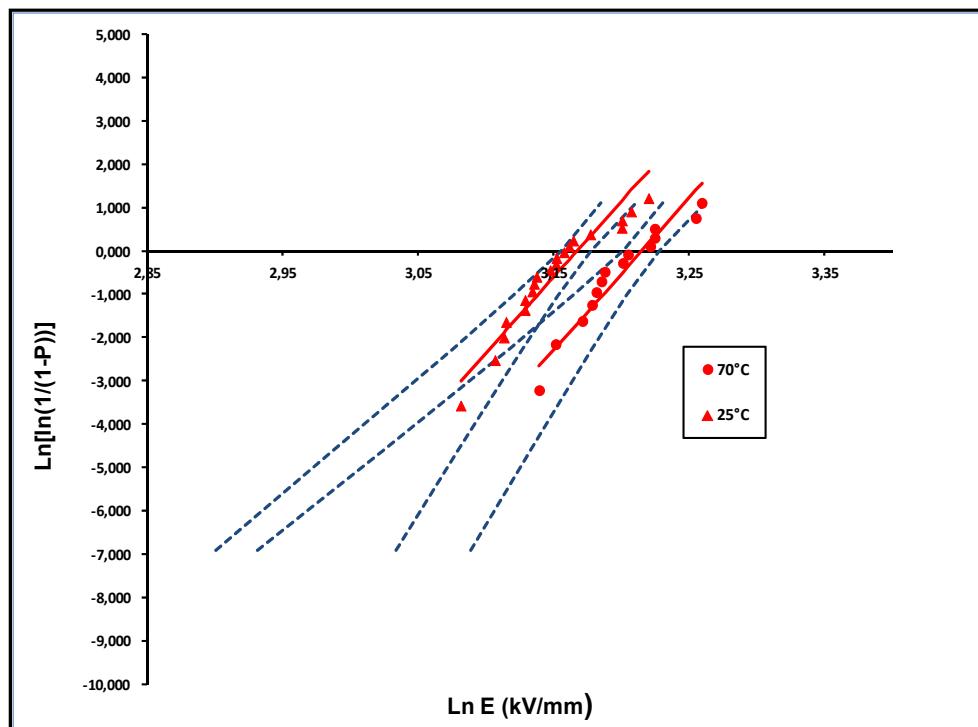


Figure 5.30 Diagramme de Weibull de VNT340HD

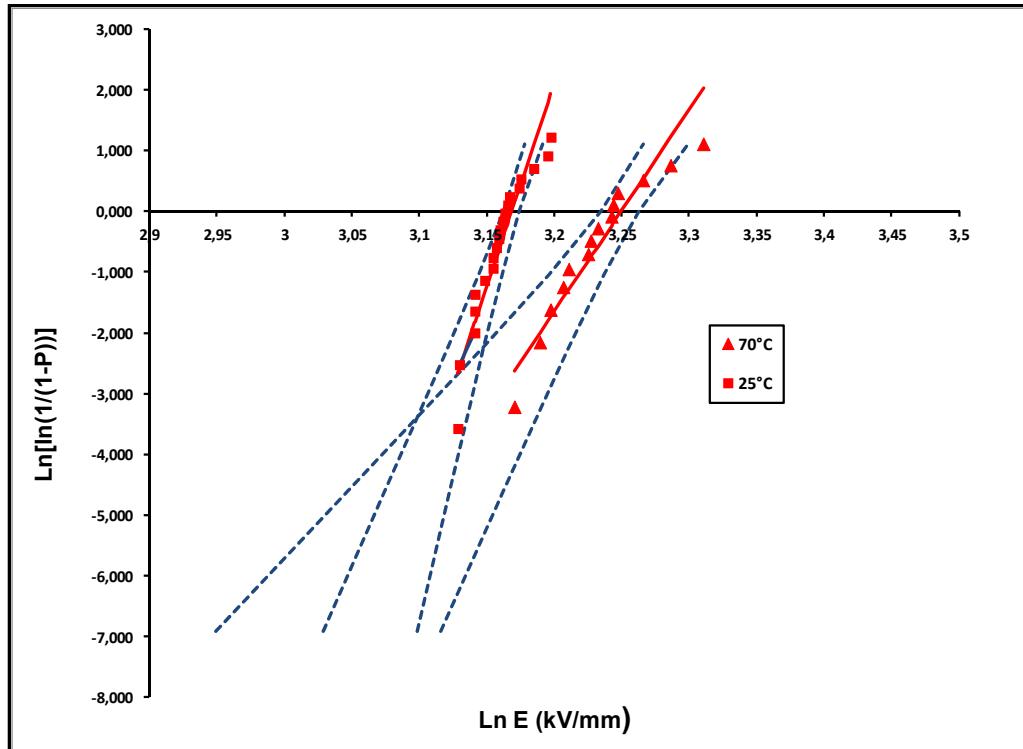


Figure 5.31 Diagramme de Weibull de VNT840

### Effet de la vitesse de montée (VNT340SK)

La vitesse de montée de la tension appliquée peut avoir un impact sur le temps de la rupture et également sur le champ de rupture diélectrique. Des tests à court terme ont été réalisées sur des échantillons en composite à base de PET pour différentes valeurs de vitesse de montée (0,5, 5 et 10 kV/s). Le changement typique prévu est une augmentation de la rigidité diélectrique en fonction de l'augmentation de la vitesse de montée. Effectivement, les essais réalisés dans le cas du matériau VNT340SK révèlent que la vitesse de montée affecte la rigidité diélectrique des matériaux testés. En effet, l'augmentation de la vitesse a pour conséquence que le temps nécessaire au claquage diminue et par voie de conséquence, les échantillons claquent à des tensions plus élevées.

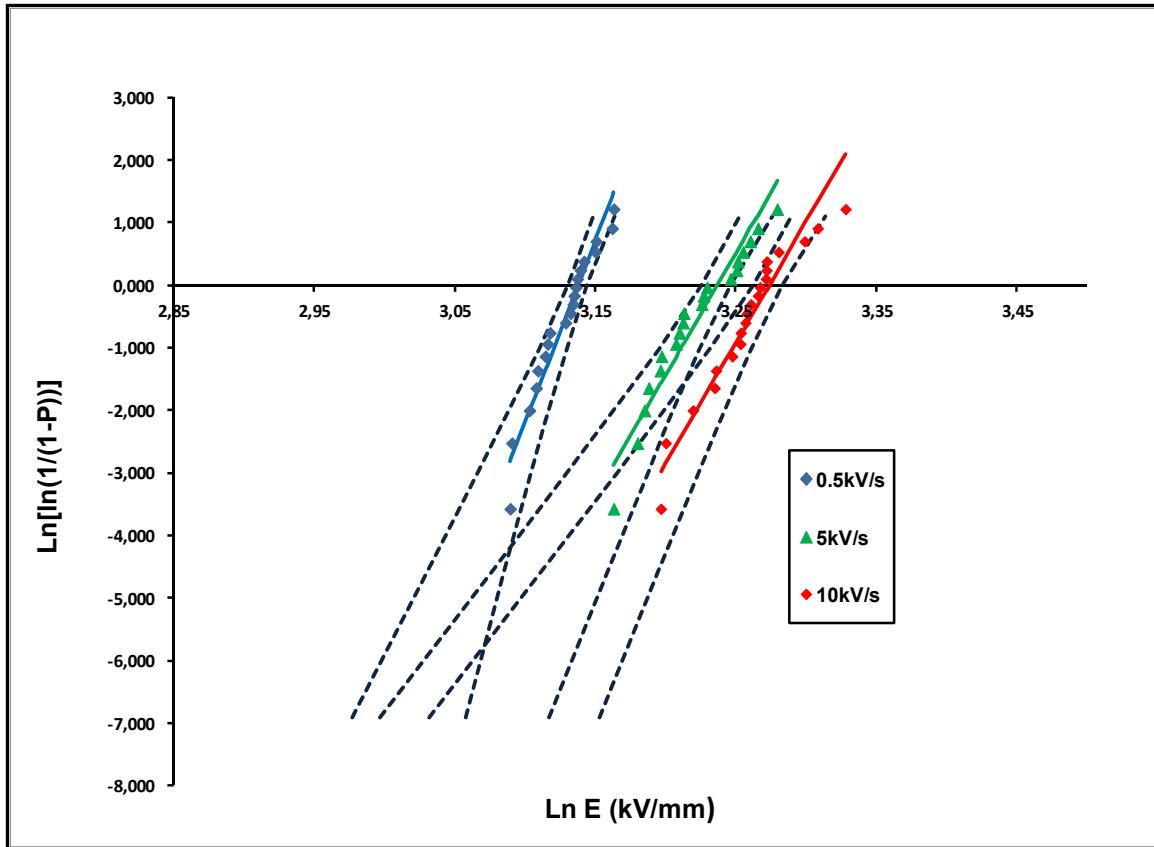


Figure 5.32 Diagramme de Weibull dans le cas du VNT340SK

### Effet de la géométrie des électrodes

La géométrie des électrodes peut affecter les valeurs de la rigidité diélectrique des isolants en polymère ou en composites à base de polymère. Les tests à court terme ont été effectués en utilisant deux types d'électrodes, sphériques ( $\varnothing 12,5$  mm) et cylindriques ( $\varnothing 25,4$  mm). Les résultats des essais de rupture diélectrique sont représentés sur la figure 5.31 et le tableau 5.3 donne les valeurs des facteurs d'échelle et de forme pour les deux électrodes employées. Il semble qu'une faible variation a été observée sur l'effet de la géométrie de la forme d'électrode. Cette différence peut être attribuée à la taille de surface de contact entre l'électrode et l'échantillon testé. Plus la surface de contact est faible plus la tension nécessaire pour claquer l'échantillon est faible ce qui diminue la rigidité du matériau. À ce moment, il est recommandé d'utiliser les électrodes sphériques pour effectuer les tests de claquage.

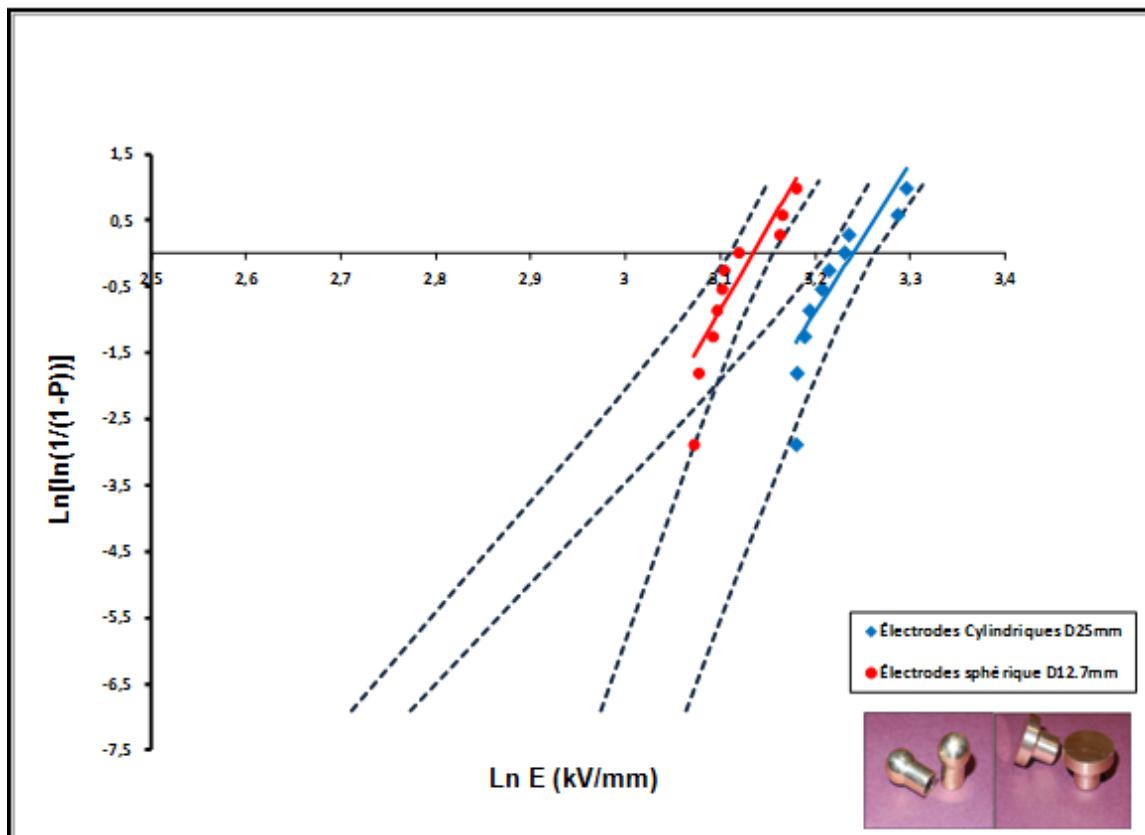


Figure 5.33 Diagramme de Weibull (Effet du type d'électrodes dans le cas du VNT340SK)

Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau ci-dessous:

Tableau 5.3 Paramètres d'échelle et de forme dans le cas du VNT340SK

Forme des électrodes	$\alpha$ [kV/mm]	$\beta$	Intervalles de confiances à 90% pour alpha
Cylindriques	25,5	22,7	24,8 - 26,1
Sphériques	23,0	25,0	22,4 - 23,4

Diahiam *et al.* (2010) ont étudié la variation des paramètres de forme et d'échelle de la distribution de Weibull en fonction de la forme des électrodes pour différentes températures

(25, 200, 300, 340 et 400°C) pour un polyimide. Les deux facteurs ont présentés une augmentation linéaire par rapport à l'augmentation de la surface des électrodes. Toutefois, nos observations concernant le facteur de forme Beta semblent en contradiction avec la littérature. Cela peut être relié à la dispersion des renforts ou aux défauts présents dans la microstructure.

### **Effet de l'épaisseur**

L'effet de l'épaisseur sur la rigidité diélectrique a également été vérifié avec des tests à court terme en utilisant les électrodes sphériques ( $\varnothing 12,5$  mm) avec une vitesse de montée de 0,5 kV/mm. L'étude de l'influence de l'épaisseur de l'isolant sur la rigidité diélectrique a été uniquement vérifiée pour le matériau VNT340SK qui se présente avec deux épaisseurs différentes (1,6 et 3,2 mm). Évidemment, plus l'épaisseur augmente, plus les défauts présents dans le matériau commencent à jouer leurs rôles dans la dégradation des matériaux sous l'effet de la haute tension et donc la rigidité diélectrique diminue (Raju, 2003).

Kim. H.W *et al* (2002) ont également étudié la rigidité diélectrique des films en PTFE en fonction de l'épaisseur à différentes température (25, 75 et 150°C). Ils ont attribué l'effet de l'épaisseur sur la rigidité à la structure des isolants, leur morphologie et le phénomène de «trapping/detrapping» des charges (piégeage/dé-piégeage).

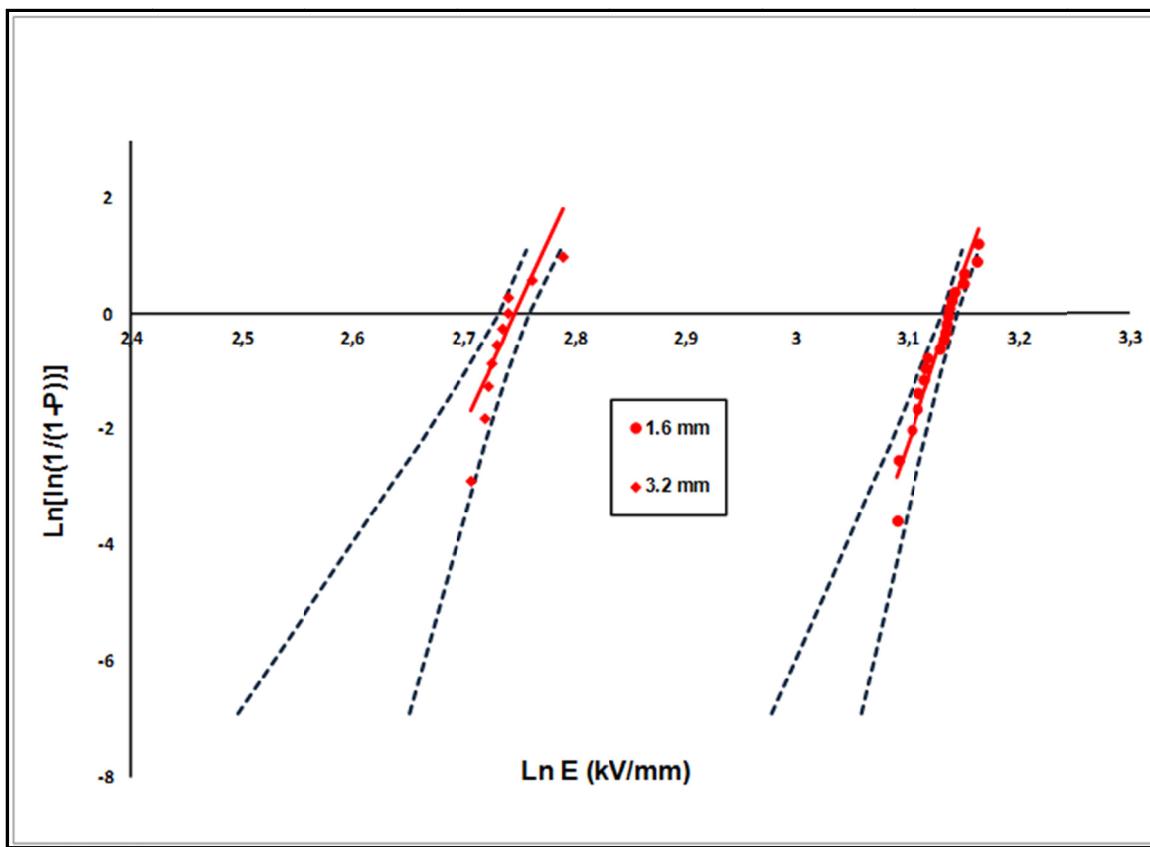


Figure 5.34 Diagramme de Weibull (effet de l'épaisseur dans le cas du VT340SK)

Selon des recherches antérieures, le facteur d'échelle alpha devrait suivre la loi de puissance inverse donnée dans la littérature (Kim(2002), Diahama(2010))

$$\text{Alpha}(d) = K_d d^{-m_d} \quad (5.1)$$

Où  $K_d$  et  $m_d$  sont des valeurs empiriques liés à l'épaisseur de l'isolant qui sont calculées à partir des données expérimentales et la formule précédente.

Selon les données obtenues, il est à remarquer que les deux facteurs d'échelle et de forme diminuent avec l'augmentation de l'épaisseur des isolants. Couderc *et al.* (2011) ont conclu que contrairement au facteur d'échelle alpha qui est un paramètre dépendant de l'épaisseur du polymère, le facteur de forme semble indépendant de l'épaisseur et de la taille des spécimens.

Tableau 5.4 Paramètres d'échelle et de forme dans le cas du VNT340SK

Spécimen	$\alpha$ [kV/mm]	$\beta$	Intervalle de confiance à 90% pour $\alpha$
1,6 mm	23,1	58,3	22,9-23,2
3,2 mm	15,6	42,3	15,3-15,8

### 5.5.2 Test à montée en escalier

Les tests à montée en escalier ont permis de vérifier l'endurance des composites à moyen terme. En effet, les tests ont été effectués selon la norme ASTM-D149 relatifs aux essais à montée en escalier où la tension de claquage obtenue par les tests à court terme doit être prise en considération. Les tests ont été effectués sur 20 échantillons de chaque composite. 50% de la tension initiale obtenue par le test à montée progressive, ce qui correspond à 20 kV, a été prise comme tension initiale pour le test à montée en escalier. Cette tension a été appliquée et maintenue pendant 5 min. Ensuite, la tension a été augmentée de 10% et maintenue pendant la même durée (c.-à-d. 5 min) et ce jusqu'au claquage. Les résultats obtenus pour les trois composites sont présentés par la figure 5.35. On remarque que le comportement des trois composites est similaire à celui obtenu par le test à court terme, à la différence près que les tensions de claquage à moyen terme sont inférieures à celles obtenues à court terme. Ceci permettra de prédire la durée de vie avec plus de précision. . Les intervalles de confiance à 63,5% pour le VNT340SK et VNT340HD se chevauchent, ce qui indique que ces deux matériaux sont proches par contre celles du VNT840 sont disjoints, ce qui montre qu'il n'est pas proche au deux autres et qu'il possède une rigidité diélectrique supérieure à celle du VNT340SK et VNT340HD.

Les tests à montées en escalier ont fourni également comme information supplémentaire le temps de claquage. Les intervalles de temps enregistrés par le test à moyen terme ont permis de tracer l'endurance des deux matériaux VNT340SK et VNT340HD à 32 kV. Le composite VNT840 qui claque à des tensions supérieures (34 kV) à celles nécessaires pour cliquer les deux autres (VNT340HD et VNT340SK) ne pourrait pas être comparé à eux.

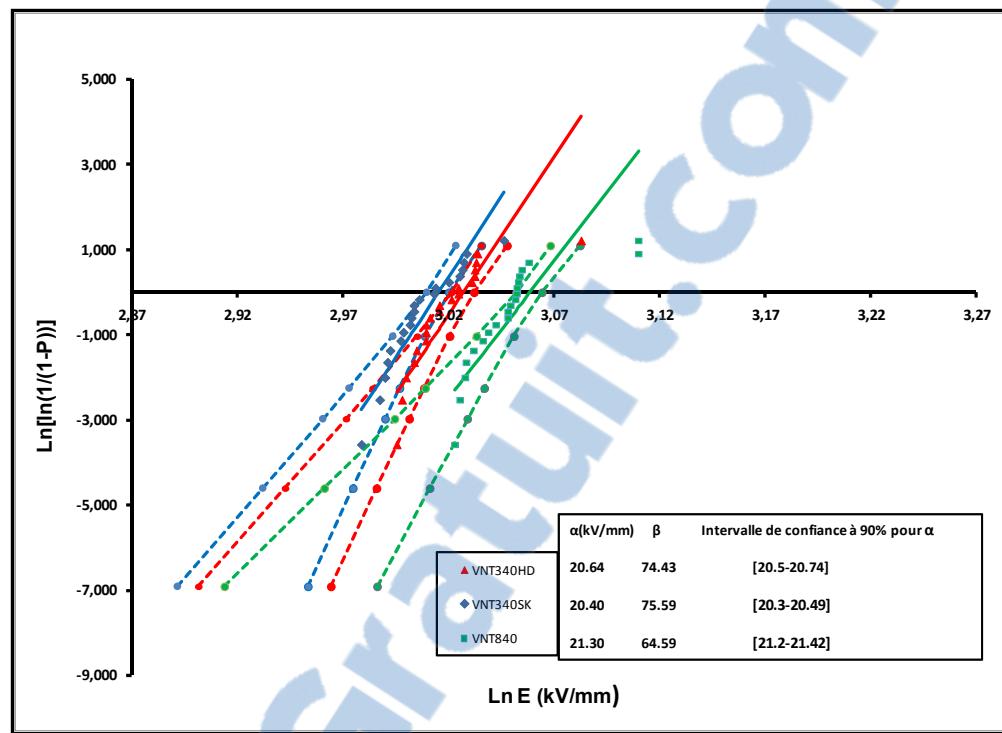


Figure 5.35 Diagramme de Weibull (Test à montée en escalier)

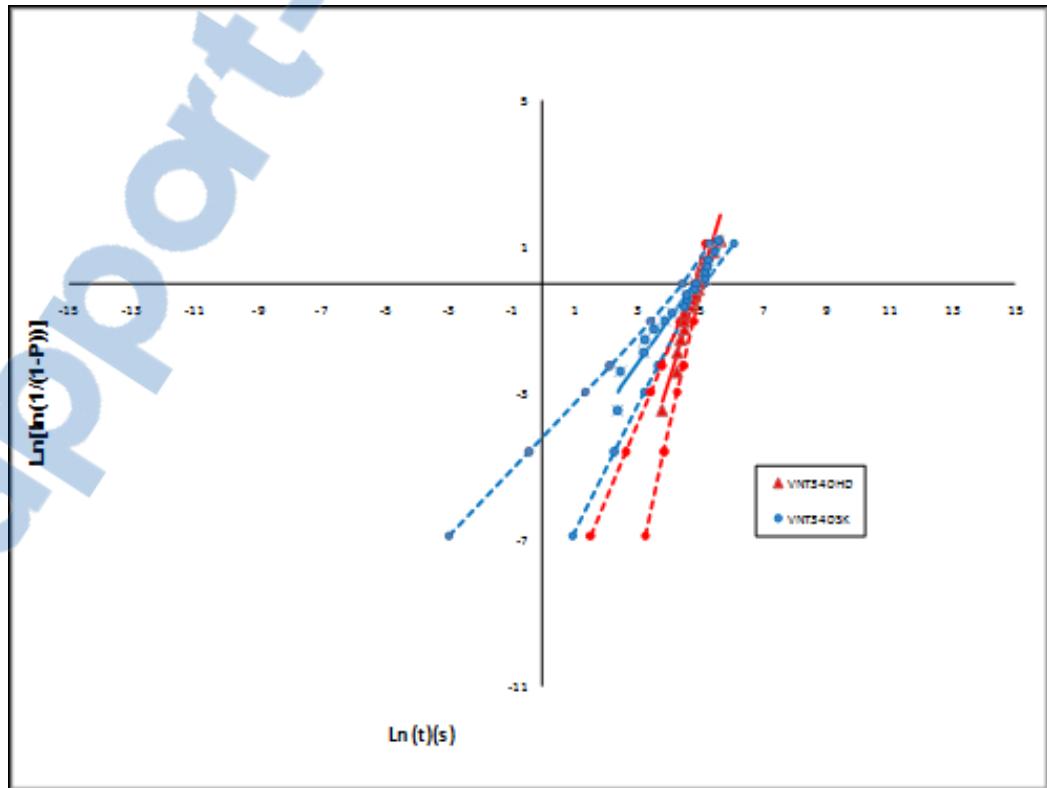


Figure 5.36 Test d'endurance de VNT340HD et VNT340SK

### 5.5.3 Tension de claquage résiduelle

Les valeurs de la rigidité diélectrique reportées dans le tableau 5.5 correspondent à la tension de claquage résiduelle divisée par l'épaisseur des échantillons. Il est clair que la rigidité diélectrique d'un matériau vieillis est beaucoup plus faible que celle d'un matériau non vieillis. En effet, Kimura *et al.* (1994) ont montré que le vieillissement d'un isolant d'époxy micacé sous contraintes combinées (thermiques et mécaniques) a un effet synergique sur la durée de vie électrique de ces matériaux. Ils ont également montré que la tension de claquage résiduelle diminue fortement lorsque des contraintes thermiques et mécaniques sont combinées.

Tableau 5.5 Tension de claquage résiduelle (kV/mm)

	Non vieilli	Vieilli		
		70°C	100°C	140°C
VNT340HD	23,4	22,6 (24 h) 18,1 (72 h)	18,3 (48 h) 18,1 (72 h)	22,7 (24 h) 23,7 (96 h)
VNT840	23,6	14,3 (24h)	16,1 (24 h)	16,4 (72 h) 8,1 (96 h)
VNT340SK	22,4	14,3 (24 h)	16,3 (24 h) 15,7 (48 h)	13,5 (96 h)

### 5.5.4 Critère de temps de vie

L'étude de la dégradation sous effet couronne à haute température peut servir à contrôler la qualité afin d'évaluer la performance des composites retenus lors de cette étude et à déterminer leur durée de vie. Les décharges couronnes s'accompagnent d'ionisation du gaz causant l'érosion du matériau et par la suite la détérioration du matériau. Pour un échantillon de PET chargé de fibre de verre et de mica, on n'attend pas qu'il soit complètement perforé

pour déterminer sa durée de vie. Donc, on considère que l'échantillon a atteint sa limite de vie lorsqu'à une tension de 6 kV, le taux d'érosion atteint 1 µm après l'exposition à des DC à la température ambiante. Au-delà de cette valeur le matériau composite commence à se dégrader et perd ses propriétés d'isolation.

## 5.6 Conclusion

Nous avons vu dans ce chapitre les différents résultats obtenus lors de cette étude. La performance des matériaux a été évaluée en utilisant deux différents procédés, le vieillissement accéléré sous effet couronne et la rupture diélectrique. L'impact de plusieurs facteurs a été pris en considération particulièrement celui de la température. Des mesures de rugosité de surface causée par le vieillissement accéléré sous effet couronne ont été utilisées pour estimer la qualité des composites investigués. Ces mesures ont montré que le matériau VNT340HD performe mieux lors des essais de dégradation sous effet couronne. La qualité des matériaux a été également contrôlée par des mesures de rigidité diélectrique selon la norme ASTM-D149 en utilisant les tests à montée progressive et les tests à montée en escalier. Il en résulte que le VNT840 performe mieux lors des essais de rupture diélectrique à court terme et d'endurance.

Notons qu'il n'y a pratiquement aucune différence entre le VNT840 et le VNT340HD sauf la présence du plastifiant dans le VNT340HD. Le VNT840 performe mieux aux essais de rupture diélectrique alors que le VNT340 résiste mieux à la dégradation sous effet couronne. Dans ce cas, l'emploi d'un agent liant pourrait apporter une solution, en raison du bon comportement diélectrique du VNT340HD sous effet couronne, dans la mesure où sa rigidité diélectrique est améliorée.



## CONCLUSION GÉNÉRALE

Notre étude souligne l'importance de la caractérisation des matériaux avant toute conception. Évidemment, le contrôle de qualité des composites à base de PET recyclé qui sont destinés à la fabrication des composants électriques devrait être estimé à partir des essais de vieillissement accéléré et des mesures de la rigidité diélectrique. Toutefois, le phénomène de vieillissement des isolants électriques est compliqué et loin d'être expliqué jusqu'à présent. La performance des composites à base de polymères dépend fortement des renforts ajoutés à la matrice de base surtout en ce qui concerne la rigidité diélectrique et la résistance à l'érosion. L'impact des contraintes électriques et thermiques combinées sur la dégradation des matériaux composites devront toujours être vérifiés.

L'analyse de défaillance effectuée sur les composites a mis en évidence deux mécanismes extrêmement importants :

- L'arborescence se fait principalement au niveau de la matrice de polyéthylène téréphthalate recyclé.
- L'arborescence donne lieu à un contournement des parties inorganiques, plus particulièrement les flocons du mica.

Le test escalier qui peut se classer comme un test intermédiaire entre le test à court terme et celui d'endurance pourrait être une bonne méthode, simple et courte permettant de contrôler la qualité des isolants plus précisément leur rigidité diélectrique.

L'étude d'endurance sous effet couronne présente une méthode importante et précise permettant de prédire la durée de vie et d'évaluer la performance des isolants. La tension d'initiation d'une décharge est beaucoup inférieure à celle nécessaire au claquage (notamment les tensions obtenues par les essais à court terme). Cela rend l'étude d'endurance un moyen efficace pour mesurer l'érosion afin d'estimer la résistance aux DP des isolants en cours du service.

Afin de déterminer les formulations les plus appropriées à la fabrication des composants électriques, la température du moule pourrait être prise en compte. Certes, ce n'est pas le seul facteur à prendre en considération, la présence des plastifiants ainsi que d'autres facteurs comme la taille des flocons du mica et la fiabilité de PET recyclé par rapport au PET vierge provenant de l'industrie pétrochimique. Compte tenu des résultats de cette étude diélectrique, des nouveaux matériaux ont été conçus et devront être testés.

La température de la surface du moule est un facteur assez important à prendre en considération. En effet, la température de surface du moule utilisée lors de la préparation des échantillons peut affecter de manière significative la morphologie d'un polymère et également la tension nécessaire à l'initiation de l'arborescence (Mason, 1981). Ainsi, des essais sur des échantillons moulés à différentes températures (60, 80 et 110°C) ont été entrepris afin de tester l'effet de la qualité de la surface sur les propriétés diélectriques. En effet, le moulage de tels thermoplastiques à des températures inférieures à 110°C entraîne un aspect de surface médiocre par rapport au moulage à 110°C. Ces essais vont permettre de d'investiguer l'influence de l'aspect de surface des isolants sur le renforcement du champ électrique à la surface de ceux-ci.

Le polyéthylène naphthalate (PEN) est un polyester ayant des propriétés thermomécaniques et électriques supérieures à celles du polyéthylène téraphthalate. Des échantillons vierges et d'autres renforcés de 20% de fibres de verre ont été fourni par le Groupe Lavergne. Le PEN se caractérise par une température de transition vitreuse de 120°C et une température de fusion de 230°C. Certainement, ce matériau pourrait mieux résister à la dégradation sous contraintes électriques et thermiques que le PET.

La présence d'un agent liant pourrait grandement améliorer les propriétés diélectriques des composites à base de PET. En effet, l'introduction d'un agent liant entre la fibre de verre et la matrice a été envisagée comme solution pour améliorer la qualité de l'interface renforts-matrice et les propriétés mécaniques de l'isolant, dans la mesure où cette proposition mène à une amélioration de la tenue diélectrique et la résistance à la dégradation par DP. Le nouveau

composite qui a été conçu sous la marque VNT340HY, se diffère du VNT340HD standard par la présence d'un agent liant entre la fibre de verre et la matrice.

Le mica joue le rôle de barrière diélectrique dans un composite. Les tests de claquage à court terme et à montées en escalier ont bien confirmé que le VNT840 fabriqué à partir de flocons de mica ayant 89 $\mu\text{m}$  de taille a bien résisté mais pas autant aux tests de dégradation sous effet couronne. Un nouveau composite avec des flocons de taille supérieure (254  $\mu\text{m}$ ) a été fabriqué afin de vérifier l'effet de la taille de mica sur la rigidité diélectrique et la résistance à l'effet couronne dans le cas du matériau VNT840.

Afin de vérifier la fiabilité de la résine de PET recyclé, un matériau à base de PET vierge issu de l'usine pétrochimique a été fourni, le RYNITE, lequel devrait être testé afin de comparer la performance diélectrique d'un composite à base de PET recyclé à un autre conçu avec du PET vierge.

Le RYNITE-935 est une résine polyester thermoplastique à base de polyéthylène téréphthalate renforcé de 35% de fibres de verre/mica (le Rynite est la marque déposée de DuPont pour ses résines à base de PET). Ce matériau possède des bonnes propriétés électriques sur une large gamme de température et il destiné à la fabrication des composants électriques pour l'automobile. Pour le Rynite-935, la température de surface du moule doit être au minimum de 95°C. Ce matériau serait utilisé comme référence pour étudier la performance des composites à base du PET recyclé. Le RYNITE-530 qui est également un composite à base de PET renforcé de 30% de fibres de verre possède des bonnes propriétés électriques. Il est destiné à la fabrication des pièces de systèmes d'allumage et les capuchons de bobine (DuPont)

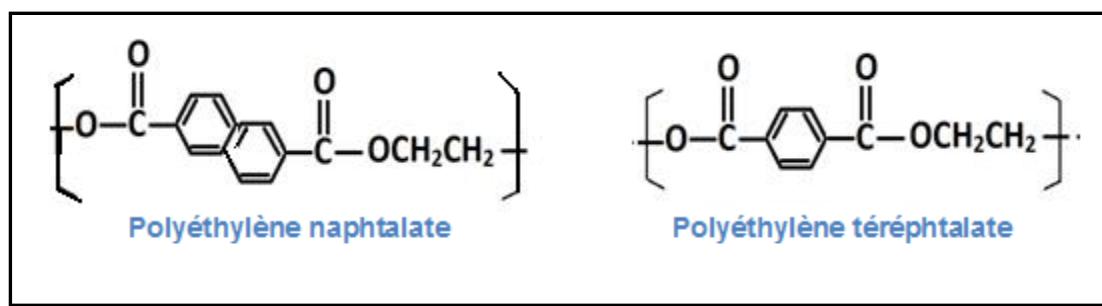
.



## RECOMMANDATIONS

Bien que cette étude révèle que les composites à base de polyéthylène téréphthalate recyclé renforcés de fibre de verre et mica présentent des bonnes propriétés électriques à haute température, il reste toujours à ajuster les formulations avant d'envisager de les utiliser pour la fabrication des composants électriques. L'ajustement des formulations existantes constitue une tâche importante notamment en ce qui concerne la quantité des renforts (mica et fibre de verre) ajoutés à la matrice organique (PET). Le polyéthylène téréphthalate demeure un élément idéal pour la fabrication des isolants plus particulièrement pour ses propriétés diélectriques et sa facilité de mise en forme.

Le Polyéthylène naphtalate est un thermoplastique polyester qui possède une température de transition vitreuse supérieure à celle du PET. Un mélange de PEN et PET pourrait augmenter la performance du nouveau composite en augmentant sa température de transition vitreuse et les propriétés diélectriques pour des utilisations à haute température. Selon les travaux menés par SYANG-PENG (1999) sur des mélanges de PET et PEN, l'ajout d'une quantité mineure de PEN au PET pourrait réduire d'une manière significative sa cristallinité et sa température de fusion. Leurs tests ont montré que les propriétés mécaniques et thermiques ont une forte dépendance avec la composition du mélange.



Structure de PEN et PET

Le test d'endurance servant à prédire la durée de vie d'un isolant peut durer des mois et parfois même des années. Nous proposons ainsi d'utiliser le test à montée en escalier qui est

une méthode intermédiaire entre le test à court terme et le test d'endurance, comme méthode simple et rapide pour étudier la tenue diélectrique afin d'évaluer la performance des isolants.

Le fait que les matériaux sont conçus par extrusion puis injectés, cela augmente le risque de présence des défauts notamment si la température du moulage se fait à des températures de moins de 80°C (selon les observations faites sur les nouveaux matériaux fournis). Il serait intéressant de prendre en considération l'état de surface en ajustant la température du moule durant la fabrication des composites.

Ces recommandations pourront être prises en compte sur le plan pratique et industriel. Cependant, quelques perspectives au niveau de la recherche scientifique pourront être formulées.

L'étude de la réponse diélectrique semble avoir beaucoup d'utilité notamment en ce qui concerne la caractérisation de l'interface matrice-renforts. Les mesures de la permittivité complexe des composites avant et après exposition aux décharges couronnes pourrait servir à mieux évaluer la fiabilité électrique des différents matériaux. Il serait également intéressant d'étudier et d'analyser l'activité des DC à haute température avec plus de précision notamment l'effet des différents paramètres de mesure comme la distance inter-électrodes et le rayon de courbure de la pointe sur l'activité des décharges.

## LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Adhikari. D, D.M. Hepburn and B.G stewart, 2011. « Comparison of PD Characteristics and Degradation of PET Insulation with Vented and Unvented Voids». *Annual report Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena*. Page 444-447.
- Allison S. W. et I. M. Wards. 1967. «The cold drawing of polyethylene terephthalate». *Br. J. Appl. Phys*, vol. 18, p. 1151-1164.
- Aradoaei.S , R. Ciohanu , A. Trandahat and G. Constantinescu. 2004. « Technological Analysis via Dielectric Spectroscopy of Materials Containing Recycled PET and Wood Derivates». *Inrernational Conference on Solid Dielectrics*. Vol.1. p. 462 – 465.
- ASTM D 149, 2004. Standard Test Method for Dielectric Breakdown Voltage and Dielectric Strength of Solid Electrical Insulating Materials at Commercial Power Frequencies.
- Awaja Firas, Dumitru Pavel, 2005. «Recycling of PET». *European Polymer Journal* 1453–1477, p. 7.
- Bach Cristina, Xavier Dauchy, Serge Etienne, 2009. Characterization of poly (ethylene terephthalate) used in commercial bottled water». *Conference on Advanced Materials Research*. IOP Publishing.
- Bellomo J.P, T. L., J.M Oraison \*, F. Peltier .1995. Comparative study of the influence of thermal ageing on PET and PEN polymers. *IEEE 5th htematioial Conference of Conduction and Breakdown in Solid Dielectrics*: p. 442-446.
- Biophy research. SPECTROSCOPIE INFRAROUGE A TRANSFORMEE DE FOURIER (IRTF).p. 2. <<http://www.biophyresearch.com/pdf/ftir.pdf>>.
- Consultants, Nodal. « L'industrie française des matériaux composites». En ligne. P.129.<<http://www.industrie.gouv.fr/biblioth/docu/dossiers/sect/pdf/rapfinal-long.pdf>>.
- Chen G, A.E. Davies, 1996."Electric stress computation - a needle-plane electrode system with space charge effects", *COMPEL: The International Journal for Computation and Mathematics in Electrical and Electronic Engineering*, Vol.15 Iss: 1 p. 40 – 56.
- Couderc. H, É. David, Y. Corlu, M. Fréchette, S. Savoie. 2011. «Dielectric breakdown of amorphous and semicrystalline polymers». *Electrical Insulation Conference*. p. 454 - 458

Danikas Michael G and Frixos K. Prionistis. 2004. «Detection and Recording of Partial Discharges below the So-called Inception Voltage» ELEC. ENERG. Vol. 17, April 2004, p. 99-110.

David Éric. 2009. Rapport technique. Montréal. École de technologie supérieure.

David Éric. 2009. Proposition crsng\_2009 RDC GL-R. Montréal. École de technologie supérieure.

David. Éric. 2010. MTR871: Matériaux diélectriques (cours) : notes de cours MTR871 Programme de Maîtrise en génie mécanique. Montréal: École de technologie Supérieure. p. 62.

DAILL. Guillaume. FOURNAUD. Benoît, 2004/2005. «Décharges couronne application et modélisation». Énergétique industrielle ESIP. p. 12.

Diaham. S, S. Zelmat, M.-L. Locatelli, S. Dinculescu, M. Decup and T. Lebey. 2010. Dielectric Breakdown of Polyimide Films: Area, Thickness and Temperature Dependence».

Dissado L.A. and J.C. Fothergill, 1992. «Electrical Degradation and Breakdown in polymers», First édition G.C. Stevens, U.K., Peter Peregrinus, Ltd. p 601.

Dubois Diane. 2006. «Réalisation et caractérisation d'un réacteur plasma de laboratoire pour des études sur la dépollution des gaz d'échappement». Thèse en Physique et Ingénierie des Plasmas de décharge, Toulouse, Université Toulouse-PAUL SABATIER, p. 176.

Dubois, N., Merbah, a \_ O. Eichwald, M. Yousfi, and M. Benhenni, 2007. « Electrical analysis of positive corona discharge in air and N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>, and CO<sub>2</sub> mixtures». *JOURNAL OF APPLIED PHYSICS 101*, 053304.

DuPont™ Rynite® PET. Résine de polyester thermoplastique Gamme des produits et propriétés. <http://www.plastics.dupont.com/plastics/pdflit/europe/rynite/RynitePPF.pdf>.

Equipement Buehler. p. 4.

<[http://www.buehlermet.de/fileadmin/user\\_upload/pdf/buyersguide/PuP2011\\_EQU\\_FR\\_GR\\_EY\\_72.pdf](http://www.buehlermet.de/fileadmin/user_upload/pdf/buyersguide/PuP2011_EQU_FR_GR_EY_72.pdf)>.

Fiches Techniques : Plastique. p. 1

<<http://www.acieriesdelaseine.com/catalogue/ft-plastiques.htm>>

FÜZESSÉRY Sándor, 1997. Polyéthylènetéréphthalates (PET) pour films et feuilles. Propriétés électriques principales des PET. *Technique de l'ingénieur*. A3530.

FÜZESSÉRY Sándor, 1997. Polyéthylènetéréphthalates (PET) pour films et feuilles. *Technique de l'ingénieur*. A3375.

GAGGIONE SAS, 2007. COPOLYESTHER (Informations issues du Précis de « MATIERE PLASTIQUE NATHAN»).

Gallot-lavallee Olivier.2004. « Étude de la charge d'espace et des phénomènes luminescents comme précurseurs du vieillissement électrique d'une résine époxy utilisée dans l'isolation haute tension» .Thèse en Génie Électrique l'Université Paul Sabatier (Toulouse III). P. 194.

Gefle, O.S Lebedev, S.M.; Volokhin, V.A.; Tkachenko, S.N.; Cherkashina, E.I. 2005. « Estimation of critical parameters of PET film insulation». IEEE Conferences. p.143 – 146.

Govinda Raju, A. Katebian and S. 2. Jafri, 2003. « Breakdown Voltages of Polymers in the Temperature Range 23-250°C». *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation* . Vol. 10, No. 1.

Grzybowski .S, E. A. Feilat P. Knight L. Doriott. 1999. « Breakdown voltage Behaviour of PET thermoplastics at DC and AC voltages». *Southeastcon '99. Proceedings. IEEE*. P. 284 – 287.

Haridoss.Sarma, 1999. Accelerated Aging of TRXLPE Insulated Cables Using Water Filled Tanks. *Transmission and Distribution Conference IEEE*. Vol.1, p. 40-45.

Heman Marie-Barbara, 2008. « Contribution à l'étude des interphases et de leur comportement au vieillissement hygrothermique dans les systèmes à matrice thermodurcissable renforcés de fibres de verre». Thèse de doctorat en Chimie et physico-chimie des polymères de L'Université du Sud Toulon-Var, p. 276.

Hermann C. Karner and Anke Lange, 1990. MOISTURE ABSORPTION AND ELECTRICAL TREEING IN GLASS-FIBRE REINFORCED CAST-RESIN. *IEEE International conference Symposium*, p. 326 – 329.

IEEE Std-930, 2004. *IEE guide for Statistical Analysis of Electrical Insulation Breakdown Data*.

Kreuger F. H. 1989. « Partial discharge detection in high voltage equipments”, Butterworth- England , p. 193.

Kazuo Noguchi, Yoshiwo Okamoto, Yasuo Sekii ,2008. «Statistical Consideration of Dielectric Breakdown of Polymeric Insulating Material» *Annual Report Conference on Electrical Insulation Dielectric Phenomena*.

Kim. H. K, S.W. Lee, F. G. Shi and B. Zhao. 2002. « Thickness dependent temperature acelerated dielectric brekdon strength of on-wafer dielectric constant polymer films». *KIEE International Transactions on EA*, vol. 2-C, N6, p. 281-286.

Kimura.K and Y. Kaneda, 1995. «THE ROLE OF MICROSCOPIC DEFECTS IN MULTISRESS AGING PHENOMENA OF MICACEOUS INSULATION». *Conference Record of the IEEE Intemational Symposium on Electrical Insulation*, p. 257- 260.

Kouidri Med .Ali, S.Flazi, D.Mahi and B,Zegnini, 2009. «Contribution au dimensionnement géométrique des électrodes des réacteurs couronnes des électro filtres de dépollution».

Laberge Alexandre, 2002. «Étude de décharges électriques dans l'air pour le développement d'actionneurs plasmas : Application au contrôle de décollements d'écoulement», Thèse de doctorat en génie électrique. L'Université de Poitiers, p.244.

Les techniques de microscopie: application à l'étude des matériaux lignocellulosiques. 2007. Information-Fôret. Fiche n° 757 p. 1-6  
<http://www.fcbainfo.fr/pages/Archives/fif757.pdf>.

Lorenzo M. di del Casale, R. Schifani, L. Testa, G.C. Montanari, A. Motori, F. Patuelli, F.et Guastavino and F. Deorsola. 2007. « Partial Discharge Tests Using CIGRE Method II Upon Nanocomposite Epoxy Resins». *International Conference on Solid Dielectrics, Winchester, UK*, July 8-13, p. 341-344.

Martinu L, A. Castelli, and C. Bastioli, 1990. ELECTRICAL BEHAVIOUR OF PET-MATRIX COMPOSITES. *Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena*, vol.2, p. 1041–1044.

Masahiro Kozako, Norikazu Fuse, Yoshimichi Ohki ,Tatsuki Okamoto and Toshikatsu Tanaka. 2004. «Surface Degradation of Polyamide Nanocomposites Caused by Partial Discharges Using IEC ž b/ Electrodes». *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation* Vol. 11 issue 5.p. 833–839.

Mason. J. H. 1955. Breakdown of solid dielectrics in divergent fiels. *Proceedings of the IEE- Part C: Institution Monographs*, p. 254-263.

Mason. J.H, 1981. «Assessing the resistance of polymers to electrical treeing». Physical Science, Measurement and Instrumentation, Management and Education – Reviews, IEE Proceedings A. V 128, 3 .p. 193-201.

Paqueton H et Jacky RUSTE, 2006. Microscopie électronique à balayage -Principe et équipement. Technique de l'ingénieur. P 865v2, p. 1-16.

- Pham Hong Thinh, 2005. «Caractérisation et modélisation du comportement diélectrique d'un matériau composite soumis à un vieillissement hydrothermique» Thèse en génie électrique, l'Université Joseph Fourier, p. 134.
- Preetha P. and M. J. Thomas. 2011. « Partial Discharge Resistant Characteristics of Epoxy Nanocomposites». *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on* P. 264–274.
- Medina Rafael Diez, 2008. «Alimentation de puissance d'une lampe exciplexe à décharge à barrière diélectrique, en vue du contrôle du rayonnement». Thèse de doctorat, l'université Toulouse, p. 157.
- Rain Pascal, 2011. « Étude des précurseurs de la rupture diélectrique des isolations composites » mémoire d'habilitation de diriger les recherches. L'Université de Grenoble. p. 69.
- Roy M, J.K Nelson, R.K. MacCrone, L.S Schadler, C.W. Reed, R. Keefe and W. Zenger, 2005. «Polymer Nanocomposite Dielectrics – The Role of the Interface», *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, Vol. 12, Pages 629 – 643.
- Orlowska Sabina, 2003. «Conception et prédiction des caractéristiques diélectriques des matériaux composites à deux et trois phases par modélisation et validation expérimentale», Thèse de doctorat en génie électrique. École centrale de Lyon, France. . p. 140.
- Secteur polymères et matériaux composites. Analyse enthalpique différentielle. <http://www.critt.fr/dbimages/document/fichier/344/dsc.pdf>. Consulté le 29 février 2012.
- Sami. A, E. David , M. Fréchette and S. Savoie. 2010. «Breakdown and Surface Discharge Involving PE/SiO<sub>2</sub> Nanocomposites». *Electrical Insulation (ISEI), Conference Record of the 2010 IEEE* . 6-9 June 2010, p. 1-4.
- Satinder Ahuja, Neil D. Jespersen, 2006. Modern Instrumental Analysis. Volume 47. Elsevier, page 78.
- Suzuoki Y, Y. Kodani, F. Komori, and T. Kato. 2008. « Relation between Concentration of Partial Discharge and Surface Degradation and Breakdown». *Annual Report Conference on Electrical Insulation Dielectric Phenomena*. p. 404-407
- Swoboda Benjamin, 2007. « Amélioration du comportement au feu de PET et d'alliages PET/PC recyclés». Thèse de doctorat en Chimie des Matériaux. Université Montpellier II. p. 279.

Syang Pang Rwei. 1999. Properties of Poly (Ethylene Terephthalate)/ Poly (Ethylene Naphthalate) Blends. *POLYMER ENGINEERING AND SCIENC.*, Vol. 39, No. 12, p. 2475- 2481

Stephen Collins. Differential Scanning Calorimetry. Page 7  
[http://www.google.ca/#hl=fr&gs\\_nf=1&cp=33&gs\\_id=23&xhr=t&q=Stephen+Collins+spectroscopie+DSC&pf=p&sclient=psy-ab&oq=Stephen+Collins+spectroscopie+DSC&aq=f&aqi=&aql=&gs\\_l=&pbx=1&bav=on.2,or.r\\_gc.r\\_pw.r\\_qf.,cf.osb&fp=226ce4f7e4331842](http://www.google.ca/#hl=fr&gs_nf=1&cp=33&gs_id=23&xhr=t&q=Stephen+Collins+spectroscopie+DSC&pf=p&sclient=psy-ab&oq=Stephen+Collins+spectroscopie+DSC&aq=f&aqi=&aql=&gs_l=&pbx=1&bav=on.2,or.r_gc.r_pw.r_qf.,cf.osb&fp=226ce4f7e4331842). Consulté le 20 avril 2012

Tanaka.T, 2002. «Aging of Polymeric and Composite Insulating Materials Aspects of Interfacial Performance in Aging» *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation* Vol. 9 No. 5.

Tanaka T. ,Y. Ohkit, Shimuzu et S. Okabe. «Superiority in Partial Discharge Resistance of Several Polymer Nanocomposites». CIGRE 2006. D1-303. p. 1-8.

Torres N. a, J.J. Robin a, et B. Boutevin , 2000. «Study of thermal and mechanical properties of virgin and recycled poly(ethylene terephthalate) before and after injection Molding». European Polymer journal.

Uchida .K et N. Shimizu, 1991.«The Effect of Temperature and Voltage on Polymer High-field Chain Scission in Region» . *IEEE Transactions on Electrical Insulation*. Vol. 26 No. 2, p. 271-277.

Ul Haq.S et R. Omranipour, 2011. Accelerated Life Testing of High Voltage Stator Coils with Enhanced PET-Mica Insulation System. *Electrical Insulation Conference(EIC)*, p 479–482.

VINCENT Axel, 2002. «Conception et simulation d'un réacteur fil-cylindre à décharge couronne avec barrière diélectrique adapté au traitement des oxydes d'azote dans des effluents marqués par un isotope». Thèse de doctorat en génie des procédés et haute technologie. L'Université de Paris VI Pierre et Marie Curie, p. 244.

Zhilng LI, 2008. «Décharge couronne dans l'hélium liquide et gaz dense sous champ électrique intense : pré-claquage, transport de charge, spectroscopie d'émission». Thèse de doctorat en Physique pour l'instrumentation. Université de Joseph Fourier-Grenoble, p. 81.

Zhe Li, Kenji Okamoto, Yoshimichi Ohki and Toshikatsu Tanaka. 2009 « Role of Nano-Filler on Partial Discharge Resistance and Dielectric Breakdown Strength of Micro-Al203 / Epoxy Composites». *Proceedings of the 9th International Conference on properties and Applications of Dielectric Materials*. p. 753-756.

