HAL
open science

Contributions à l'évolution de la méthode de l'onde thermique pour la mesure des charges d'espace dans les structures isolantes pour les câbles HTCC

Shuo Zhao

To cite this version:

Shuo Zhao. Contributions à l'évolution de la méthode de l'onde thermique pour la mesure des charges d'espace dans les structures isolantes pour les câbles HTCC. Electronique. Université Montpellier, 2017. Français. NNT : 2017MONTS025 . tel-01916704

HAL Id: tel-01916704

https://theses.hal.science/tel-01916704

Submitted on 8 Nov 2018

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THÈSE POUR OBTENIR LE GRADE DE DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE MONTPELLIER

En Électronique

École doctorale Information, Structures, Systèmes

Unité de recherche UMR 5214, Institut d'Électronique et des Systèmes

Contributions à l'évolution de la Méthode de l'Onde Thermique pour la mesure des charges d'espace dans les structures isolantes pour les câbles HTCC

Présentée par Shuo ZHAO

Le 30 Novembre 2017

Sous la direction de
Petru NOTINGHER et Jérôme CASTELLON

Rapporteurs

M. Thierry PAILLAT, Professeur, Université de Poitiers

M. Gilbert TEYSSEDRE, Directeur de recherche CNRS, Laboratoire LAPLACE, Toulouse

Devant le jury composé de

M. Stéphane HOLÉ, Professeur, Université Pierre et Marie Curie Paris 6	Président du jury
M. Gilbert TEYSSEDRE, Directeur de recherche CNRS, Laboratoire LAPLACE, Toulouse	Rapporteur
M. Anthony COMBESSIS, Docteur, Ingénieur de recherche, Nexans	Examinateur
M. Jean-Charles LAURENTIE, Maître de Conférences, Université de Montpellier	Co-encadrant de thèse
M. Jérôme CASTELLON, Maître de Conférences HDR, Université de Montpellier	Co-directeur de thèse
M. Petru NOTINGHER, Professeur, Université de Montpellier	Directeur de thèse
M. Ludovic BOYER, Docteur, Ingénieur de recherche, Nexans	Invité

UNIVERSITÉ DE MONTPELLIER

REMERCIEMENTS

Ce travail a été réalisé au sein du Groupe Énergie et Matériaux (GEM) de l'Institut d'Électronique et des Systèmes (UMR 5214 CNRS/Université de Montpellier), en collaboration avec le Centre de Recherches de la société Nexans de Lyon.

Je tiens tout d'abord à remercier mon directeur de thèse, Monsieur Petru NOTINGHER, Professeur à l'Université de Montpellier, pour la confiance qu'il m'a accordée en m'accueillant au sein de son groupe, pour son attention durant tous mes travaux, pour ses conseils avisés et pour son écoute, qui ont été déterminants pour la réussite de cette thèse.

J'adresse de chaleureux remerciements à mon co-directeur de thèse, Monsieur Jérôme CASTELLON, Maître de conférences HDR à l'Université de Montpellier, pour sa confiance, sa patience et tous les conseils qui m'ont permis d'aller vers l'avant. J'ai pris un grand plaisir à travailler avec lui.

Je remercie Monsieur Anthony COMBESSIS, Ingénieur de recherche chez Nexans Lyon, pour avoir mis à ma disposition tous les échantillons nécessaires au bon déroulement de mon travail de thèse et aussi pour m'avoir fait l'honneur de participer au Jury de soutenance. Il m'a beaucoup appris, j'ai apprécié son enthousiasme et sa sympathie.

J'ai été très honoré que Monsieur Stéphane HOLÉ, Professeur à l'université Pierre et Marie Curie Paris 6, ait accepté de présider le jury de cette thèse.

Monsieur Thierry PAILLAT, Professeur à l'Université de Poitiers et Monsieur Gilbert TEYSSEDRE, Directeur de recherche CNRS au Laboratoire LAPLACE, ont accepté d'être les rapporteurs de cette thèse, et je les en remercie. Ils ont largement contribué par leurs remarques et suggestions à améliorer la qualité de ce mémoire.

Je voudrais également remercier mes collègues du GEM : les permanents, les docteurs et les futurs docteurs pour leur sympathie et leur amitié. J'ai eu beaucoup de plaisir à travailler avec eux. Je souhaite remercier en particulier Monsieur Jean-Charles LAURENTIE et Monsieur Olivier GUILLE pour leur aide précieuse à la mise en place du banc expérimental.

Merci aux anciens doctorants, en particulier Zahir, Julien et Amgad. Merci pour tous les moments passés ensembles et pour votre présence à ma soutenance.

Je remercie bien évidemment ma collègue de bureau Hanen, pour son aide, pour l'excellente ambiance que nous avons partagée, ainsi que pour ses encouragements durant la période de rédaction.

Enfin, je ne pouvais pas finir cette page sans dire un grand merci à ma famille en Chine, loin des yeux, mais toujours près de mon cœur. Son amour, son soutien et son encouragement m'ont permis d'être là aujourd'hui.

TABLE DES MATIERES

Introduction Générale 11

Chapitre I Câbles haute tension courant continu et charges d'espace 15

1. Introduction 16
2. Réseaux de transport d'énergie électrique 17
3. Câbles haute tension courant alternatif 18
4. Transport de l'énergie en haute tension courant continu (HTCC) 19
   - 4.1. Objectifs et structure des réseaux HTCC 19
   - 4.2. Considérations et avantages liés aux réseaux et câbles HTCC 22
   - 4.3. Problématiques liées au développement des réseaux HTCC 23
5. Câbles HTCC 24
6. Isolants solides sous fortes contraintes électriques continues 28
   - 6.1. Polarisation et pertes diélectriques 28
     - *6.1.1. Généralités* 28
     - *6.1.2. Différents processus de polarisation* (Figure I. 7) 29
     - *6.1.3. Pertes diélectriques* 31
   - 6.2. Injection et transport de charges dans un isolant 33
     - *6.2.1. Bandes d'énergie et états localisés (pièges)* 33
     - *6.2.2. Interface conducteur/isolant* 34
     - *6.2.3. Mécanismes d'injection de charges* 35
     - *6.2.4. Transport de charges dans le volume* 37
   - 6.3. Charges d'espace et objectifs de la thèse 41
     - *6.3.1. Définition et origines des charges d'espace* 41
     - *6.3.2. Effet des charges d'espace sur le comportement des isolants* 42
     - *6.3.3. Conséquences des charges d'espace sur la conception des câbles et accessoires HTCC et objectifs de la thèse* 44
7. Techniques de mesure de charges d'espace 46

7.1. Techniques sans résolution spatiale 47
7.1.1. Méthode des courants thermostimulés 47
7.1.2. Méthode miroir 48
7.1.3. Méthode du déclin du potentiel de surface (DPS) 49
7.1.4. Spectroscopie diélectrique 49
7.2. Techniques à résolution spatiale (méthodes « à stimulus ») 50
7.2.1. Méthodes acoustiques 50
7.2.2. Méthodes thermiques 52
7.3. Synthèse et analyse par rapport aux objectifs du travail 55
8. Conclusions 58

Chapitre II Études par simulation 59
1. Introduction 60
2. Aspects et grandeurs liés au principe et à la mise en œuvre de la méthode de l'onde thermique (MOT) 60
2.1. Équations de base 60
2.2. Diffusion de la chaleur dans l'échantillon et notion d'épaisseur équivalente virtuelle « x_0 » 62
2.3. Mises en œuvre expérimentales de la méthode 64
2.3.1. Géométrie plane 64
2.3.2. Géométrie cylindrique 65
2.4. Mesures sous champ électrique continu appliqué 66
3. Aspects liés à l'estimation des résolutions spatiales 67
3.1. Définition des grandeurs 67
3.2. Méthode utilisée pour estimer les résolutions spatiales 69
3.3. Expression du courant d'onde thermique utilisée dans les simulations 70
4. Analyses paramétriques par simulation 72
4.1. Objectifs, paramètres et valeurs 72
4.2. Forme, durée et amplitude des signaux d'onde thermique 73

4.3. Estimations de résolutions spatiales 78
4.3.1. Résolution de positionnement 78
4.3.2. Résolution de discernement 80
4.3.3. Conclusions 81
5. Estimations de résolution avec prise en compte d'aspects lié à la chaîne de mesure 81
5.1. Problématique 81
5.2. Résultats et discussion 82
6. Conception d'un diffuseur thermique à haute efficacité à l'aide de simulations multi-physiques 85
6.1. Considérations préliminaires 85
6.2. Configuration de base, domaine de calcul et équations 86
6.3. Analyse des transferts thermiques dans la configuration de base 88
6.4. Optimisation de la structure du diffuseur 90
7. Conclusions 96

Chapitre III Résultats Expérimentaux 97
1. Introduction 98
2. Échantillons 98
2.1. Films minces en PRC 98
2.1.1. Méthode de fabrication 98
2.2. Plaques de polyéthylène téréphtalate (PET) 103
3. Tests du principe de mesure 104
4. Structure et mise en œuvre du banc de mesure 106
4.1. Composition et principe de fonctionnement 106
4.2. Système de génération du stimulus thermique 107
4.2.1. Diffuseur thermique 107
4.2.2. Système hydraulique 109
4.2.3. Système pneumatique 112
4.3. Circuits de commande et de mesure 115

4.3.1. Carte d'acquisition 115
4.3.2. Interfaçage commande / puissance 116
4.3.3. Mesure du courant d'onde thermique 117
4.4. Logiciel de contrôle et de commande 118
5. Systèmes dédiés à la caractérisation et à l'optimisation du banc 122
5.1. Mesure de la pression dans le système hydraulique 122
5.1.1. Capteurs de pression et implantation 122
5.1.2. Exemples de mesures et analyse 123
5.2. Mesure de la température dans le diffuseur thermique 124
5.2.1. Sondes Pt 1000 et conditionneurs associés 124
5.2.2. Thermocouples et conditionneurs associés 126
5.2.3. Exemples de mesures et analyse 127
5.2.4. Conclusion 128
6. Caractérisation, optimisation et évaluation du système 128
6.1. Tests préliminaires 128
6.2. Amélioration du système 130
6.2.1. Génération du stimulus thermique 130
6.2.2. Contact électrique entre l'échantillon et le circuit de mesure 135
6.2.3. Cellule de mesure 136
6.3. Mesures de charges d'espace et évaluation du banc 137
6.3.1. Évaluation du banc à l'aide de mesures sous champ électrique appliqué 137
6.3.2. Mesures de charges d'espace après application de fortes contraintes 142
6.3.3. Analyse critique des performances du banc et pistes d'évolution 144
7. Conclusions 148

Conclusion et perspectives 151

Table des symboles

Symbole	Désignation
A	Constante de Richardson-Dyshman [1,26 10^6 A/ (m K) ^{2}]
β_s	Constante de Schottky [J.m$^{1/2}$.V$^{-1/2}$]
β_{PF}	Constante de Poole-Frenkel [J.m$^{1/2}$.V$^{-1/2}$]
C	Capacité d'un échantillon [F]
c_p	Chaleur massique [J.kg^{-1}.K^{-1}]
D	Densité de charge déplacée sous l'effet du champ appliqué []
E	Champ électrique dans un matériau [V/m]
Ec	Energie au niveau de bande de conduction [eV]
E_F	Niveau de Fermi [eV]
E_V	Energie au niveau de bande de valence [eV]
E_r	Champ résiduel [V/m]
$G(\varepsilon)$	Coefficient de variation de la permittivité pour les méthodes de pression [K^{-1}]
ε	Permittivité diélectrique du matériau [F/m]
ε_0	Permittivité du vide [8,85 10 $^{-12}$ F/m]
ε_r	Permittivité diélectrique relative du matériau
g	Accélération gravitationnelle [m/s^2]
h	Constante de Planck [6,62620. 10^{-34} J. s]
I_{MOT}	Courant de l'onde thermique [A]
I_{res}	Courant dû aux charges résiduelles internes du matériau isolant [A]
J	Densité de courant [A/m^2]
J_{FN}	Densité de courant Fower-Nordheim [A/m^2]
J_{PF}	Densité de courant Poole-Frenkel [A/m^2]
J_S	Densité de courant Schottky [A/m^2]
k	Constante de Boltzmann [1,38. 10^{-23}J.K^{-1}]
n_0	Densité de porteurs intrinsèques [C.m^{-3}]
n_c	Densité d'électrons libres à la cathode [C.m^{-3}]
S	Surface d'un échantillon [m^2]
T	Température [K ou °C]
$Tan\ \delta$	Facteur de pertes diélectriques
T_0	Température initiale d'un échantillon [°C]
ΔT	Échelon de température [K ou °C]
t_{BD}	Duré de vie du matériau [s]
q	Charge élémentaire [1,60219 10^{-19} C]
Q_i	Charge contenue dans un isolant [C]
Φ_0	Hauteur de la barrière au contact métal-isolant [eV]
α_x	Coefficient de dilatation linéique d'un échantillon en fonction de la température [K^{-1}]
α	Coefficient de variation thermique de la capacité [K^{-1}]

α_ε	Coefficient de variation de la permittivité d'un échantillon en fonction de la température [K^{-1}]
V	Tension appliquée [V]
V_{TFL}	Tension correspondant au remplissage complet d'un niveau de pièges (Trap Filled Limit) [V]
V_{tr}	Tension de passage entre le régime ohmique et limité par charges d'espace [V]
W	Inverse de la diffusivité thermique du matériau [s/m^2]
W	Pulsation [rad/s]
X	Susceptibilité électrique du matériau isolant
Σ	Conductivité électrique du matériau [$S.m^{-1}$]
M	Mobilité des porteurs de charges [$m^2.s^{-1}.V^{-1}$]
μ_0	Mobilité initiale de porteurs de charge [$m^2.s^{-1}.V^{-1}$]
Λ	Distance de entre les pièges [m]
Γ	Facteur d'augmentation du champ
P	masse volumique [kg/m^3]

Liste des abréviations

Abréviation	Désignation
ATWN	Alternative Thermal Wave Method
FLIMM	Focused Laser Intensity Modulation Method
HTCA	Haute tension courant alternatif
HTCC	Haute tension courant continu
IGBT	Transistors Bibolaires à Grille Isolée
LCC	Line Commutated Converters
LIMM	Laser Intensity Modulation Method
MIND	Mass-Impregnated Non-Draining Insulation
MOT	Méthode de l'Onde Thermique (Thermal Step Method)
NB	Niveau du bruit
OF	Oil-Filled
PEA	Méthode du Pulse Électrostatique (Pulsed Electro-Acoustic)
PET	Polyethylene terephthalate
PME	Petite et moyenne entreprise
PPL	Polypropylene Paper Laminate
PRC	Polyéthylène Réticulé Chimiquement
RP	Résolution de positionnement
RD	Résolution de discernement
SNR	Signal to Noise Ratio (Rapport signal sur bruit)
VSC	Voltage Source Converters
XLPE	Cross-linked Polyethylene

Introduction générale

Mis en place et développés depuis plus d'un siècle, les réseaux de transport d'électricité constituent les principaux vecteurs à travers lesquels l'énergie électrique, indispensable aux activités de la société, est acheminée vers les utilisateurs. Le développement économique croissant des pays émergents et la nécessité d'agir fortement sur les facteurs responsables de la pollution amènent aujourd'hui une évolution de l'architecture de ces réseaux, afin qu'ils puissent répondre aux exigences du présent et de l'avenir. On voit ainsi une augmentation importante des moyens de production d'énergie « propre » (hydrauliques, solaires, éoliennes…) de fortes puissances, placés à des endroits de plus en plus éloignés des centres de consommation.

L'essentiel du transport de l'énergie électrique est aujourd'hui réalisé par des réseaux à courant alternatif. En revanche, l'avènement de « super-grids » censés convoyer cette énergie sur de très longues distances est intimement lié au développement de la haute tension à courant continu (HTCC, ou HVDC pour *High Voltage Direct Current* en anglais). Ainsi, au-delà d'une distance seuil qui peut varier de quelques dizaines de kilomètres à plusieurs centaines de kilomètres, le transport en courant continu est économiquement plus avantageux qu'en courant alternatif. D'autre part, le continu permet, à travers des stations de conversion basées sur l'électronique de puissance, de connecter des réseaux non synchronisés ou de fréquences différentes. Enfin, ce type de réseau est particulièrement adapté au transport par câbles sous-marins et terrestres sur des très longues distances, du fait que les effets capacitifs, limitant l'emploi des câbles haute tension alternative à quelques dizaines de kilomètres, n'existent pas en continu. Les prévisions font état, pour la prochaine décennie, de besoins en capacités de transmission de 6 GW sur 3000 km, soit la nécessité d'augmenter 2,5 fois la tension des réseaux câblés HTCC (800 kV contre 320 kV actuellement), et donc de développer de nouveaux composants.

Afin de réduire les problèmes liés à la maintenance des câbles HTCC isolés au papier imprégné utilisés traditionnellement et de favoriser le développement de ce type de réseaux vers les très fortes puissances, un effort significatif est aujourd'hui réalisé pour le développement de nouveaux câbles à isolation dite « sèche » (à base de matériaux polymères). Il est alors nécessaire de mettre au point des matériaux et des structures avec des propriétés adaptées aux contraintes spécifiques induites par ce type de réseau, à savoir des forts champs électriques continus et des gradients thermiques. Lorsque l'on sait que la durée de vie exigée d'un câble haute tension est de 40 ans minimum (à savoir, du même ordre que pour une centrale nucléaire), on comprend aisément les contraintes qui règnent sur la conception et la fiabilité d'un tel composant, et qui amènent un fort besoin de connaissance et de maîtrise des facteurs et des processus physiques associés à son fonctionnement et à son évolution.

Dans le cas des câbles et accessoires à courant continu à isolation polymère, la problématique de la fiabilité est liée à l'établissement, sous l'effet des fortes valeurs de champ électrique et des gradients de température, de zones de charges électriques dans les diélectriques. De telles accumulations de charges (dites « charges d'espace » car reparties dans un espace isolant) sur-sollicitent localement le matériau et peuvent le faire vieillir prématurément, voire le faire claquer de manière intempestive. Les nouveaux matériaux et les procédés mis en œuvre à la

fabrication de l'isolation doivent permettre de limiter l'accumulation de ces charges. La détermination de la dynamique des charges d'espace dans les matériaux et aux interfaces est alors un facteur clé, car il est indispensable de pouvoir localiser et quantifier avec la plus grande précision les champs induits par ces charges, afin d'anticiper leurs effets et garantir la longévité et les performances des composants. C'est à ce niveau que se situe notre travail, qui porte sur la mesure des charges d'espace dans les matériaux isolants polymères pour câbles HTCC.

Depuis plusieurs années, le Groupe « Energie et Matériaux » de l'IES développe une méthode non-destructive permettant de mesurer les charges d'espace, basée sur l'application d'un échelon de température de faible amplitude à l'objet à caractériser. Cette méthode de l'onde thermique a été utilisée essentiellement dans des configurations planes et cylindriques à moyennes et fortes épaisseurs d'isolant. Nous avons eu pour but de la faire évoluer pour qu'elle contribue à une meilleure compréhension de l'établissement et de l'évolution des champs électriques et des charges d'espace, au niveau des interfaces entre les divers matériaux d'un câble HTCC (couches semi-conductrices et couches isolantes en particulier).

Dans ce travail de thèse, nous nous sommes par conséquent intéressés à la détection de charges d'espace aux interfaces isolant/composite semi-conducteur, avec une résolution la plus proche possible du niveau d'homogénéité spatiale de ces interfaces, à savoir de l'ordre du micromètre. En effet, malgré le développement de techniques expérimentales de plus en plus performantes, les outils actuels ne peuvent pas fournir de telles prestations sur des échantillons représentatifs de structures rencontrées dans les câbles. Dans le cadre d'une collaboration entre l'IES et le centre de recherches de la société Nexans, notre objectif a été l'étude de faisabilité et le développement d'un outil qui puisse répondre à ces contraintes, induites par le développement de nouveaux isolants pour câbles HTCC. Mis à part l'intérêt évident d'obtenir une meilleure résolution spatiale, un tel travail doit permettre de maîtriser l'ensemble de la chaîne de génération du stimulus et de mesure mise en place, afin d'en connaître les limites et d'assurer la reproductibilité des résultats, ce qui est indispensable pour une interprétation juste des données. Une attention particulière a été ainsi portée à l'évaluation des performances souhaitées et réelles de l'outil, en tenant compte de l'ensemble des paramètres rencontrés en pratique.

Le présent mémoire est organisé en trois chapitres ayant des rôles et des contenus bien distincts.

Le premier chapitre débute par une vue d'ensemble du sujet à la base de notre travail, portant essentiellement sur les objectifs, les enjeux et les problématiques liés au développement des câbles HTCC. Les principaux phénomènes physiques rencontrés dans les diélectriques solides (polarisation, injection, conduction et piégeage de charges) sont ensuite traités dans le but d'appréhender les mécanismes et les conséquences de la création des zones de charges d'espace dans les isolants polymères soumis à de fortes contraintes électrothermiques. Sont par la suite décrites les différentes techniques de mesure des charges d'espace existantes, sans

et avec résolution spatiale. Ces dernières sont alors analysées par rapport aux objectifs de ce travail et le choix de la méthode de l'onde thermique est discuté.

Le deuxième chapitre est consacré à des simulations basées sur des modèles analytiques et numériques. Dans un premier temps, différents aspects et grandeurs liés la méthode de l'onde thermique, essentiels à la quantification du transfert thermique et à la mise en œuvre d'échantillons-type, sont abordés. Les définitions utilisées et les méthodes mises au point pour estimer des résolutions spatiales sont ensuite détaillées, suivies d'analyses paramétriques de signaux et de résolutions susceptibles d'être obtenus sur des éprouvettes modèle. Est présentée ensuite une étude par simulation multi-physique menant à la mise au point d'un concept et d'une architecture de diffuseur thermique haute efficacité, visant à approcher des résolutions élevées.

Les résultats expérimentaux que nous avons obtenus font l'objet du chapitre III. La première partie est consacrée à la fabrication des échantillons, que nous avons réalisés en accord avec les possibilités technologiques, les simulations du chapitre II et la représentativité souhaitée par rapport aux câbles. Une partie importante du chapitre est ensuite consacrée à la conception et à la réalisation du banc de mesure. On y décrit et justifie la structure que nous avons proposée, ainsi que les différents composants, algorithmes, séquences, programmes, capteurs et instruments que nous avons étudiés, choisis et/ou mis au point pour permettre sa réalisation pratique et son fonctionnement. S'ensuivent deux sections portant sur la caractérisation et l'amélioration du système, à travers notamment des mesures de température, de pression et de bruit fournies par les capteurs et les instruments mis en place. Sont ensuite présentées une évaluation du banc en terme de résolution, obtenue à travers des mesures effectuées sous champ électrique appliqué sur des éprouvettes en polyéthylène réticulé de 100 µm d'épaisseur munies d'électrodes en composite polymère/noir de carbone d'épaisseur de 30 µm, et des mesures de charges d'espace réalisées après application de fortes contraintes à des échantillons du même type. La dernière partie du chapitre est consacrée à une analyse critique de l'outil mis au point et à des pistes que nous proposons pour son évolution.

Enfin, les principaux aboutissements et les différentes perspectives ouvertes par ce travail sont résumés dans une conclusion générale.

Chapitre I

Câbles haute tension courant continu et charges d’espace

1. Introduction

Les câbles haute tension courant continu (HTCC) sont des éléments essentiels dans la construction des futurs réseaux de transport d'énergie électrique, qui doivent permettre de véhiculer de fortes puissances sur de longues distances (« Super Grids »). La croissance nécessaire des réseaux HTCC, induite par une hausse continue des besoins en énergie au niveau mondial, par un éloignement de plus en plus important des lieux de production par rapport aux centres de consommation et par l'essor des énergies renouvelables, nécessite aujourd'hui d'augmenter les capacités de production de câbles HTCC, notamment en mettant au point des systèmes d'isolation à haute fiabilité basés sur des polymères thermoplastiques extrudés (principalement le polyéthylène réticulé chimiquement). Ceci nécessite la prise en compte, lors de la conception, d'effets liés à la présence de forts champs électriques continus, de températures élevées et de gradients thermiques. C'est dans ce cadre que se situent les travaux menés lors de cette thèse.

Dans ce chapitre, nous décrivons le contexte ayant motivé notre travail. Y sont détaillés en particulier les enjeux et les verrous liés aux réseaux HTCC, aux câbles HTCC à isolation synthétique, aux phénomènes physiques intervenant lorsque des forts champs électriques sont appliqués aux diélectriques et aux techniques de mesure des charges électriques présentes dans des espaces isolants (« charges d'espace »).

Dans un premier temps, l'organisation des réseaux électriques alternatifs et continus est abordée. Une attention particulière est ensuite portée à la structure et au fonctionnement des câbles HTCC, avec une description des différentes technologies employées à ce jour et des évolutions envisagées. Le cas des câbles à isolation synthétique est traité, en identifiant les problématiques qui freinent leur développement.

Dans un deuxième temps, nous nous intéressons au comportement des matériaux diélectriques solides soumis à de forts champs électriques continus et à de hautes températures. Le but de cette partie est de poser les bases servant à la compréhension des phénomènes à l'origine de la formation de zones de fortes contraintes électriques à l'intérieur des isolants. Les mécanismes de polarisation, d'injection, de transport et de piégeage, liés à la structure des matériaux, sont développés. La notion de charge d'espace est définie et ses effets sur les isolations sont présentés et discutés. Ces effets sont recentrés dans le cadre de l'étude, ce qui permet de mettre en évidence les principaux buts de notre travail, portant sur l'amélioration de la mesure des charges d'espace dans les matériaux et structures pour câbles HTCC.

Dans la dernière partie du chapitre, nous faisons un état de l'art des techniques de mesure de charges d'espace existantes et nous les analysons à la lumière des objectifs et du contexte particulier de la thèse, afin d'identifier les actions à mener par la suite.

2. Réseaux de transport d'énergie électrique

La production, le transport et la distribution efficaces de l'énergie électrique conditionnent aujourd'hui le fonctionnement et l'évolution de l'économie. L'acheminement de l'énergie des centrales de production (nucléaires, hydrauliques, éoliennes, photovoltaïques, …) vers les centres de consommation nécessite des infrastructures contenant des équipements de puissance (transformateurs, lignes aériennes, câbles, postes électriques) et des équipements de surveillance et de commande (disjoncteurs, sectionneurs, …). Ces infrastructures constituent les réseaux électriques.

Ces entités, tel que le réseau français (Figure I. 1), sont généralement organisées en deux niveaux : un réseau de transport et un réseau de distribution. Le réseau de transport est celui qui permet d'acheminer l'énergie électrique sur de très longues distances. Il est constitué de lignes, de câbles et d'équipements haute et très haute tension (50 kV à 400 kV), afin de diminuer les courants qui y circulent et de réduire ainsi les pertes Joule dans les conducteurs, qui sont proportionnelles au carré du courant transporté et qui peuvent représenter jusqu'à 80 % des pertes totales. Le réseau de distribution a, quant à lui, le rôle de transporter l'énergie électrique à l'échelle locale, vers le client final (PME, commerces, particuliers), avec des niveaux de tension entre 230 V et 20 kV. Le passage de la haute tension vers la moyenne et la basse tension est assuré par des postes de transformation placés à l'interface entre les deux sous-réseaux.

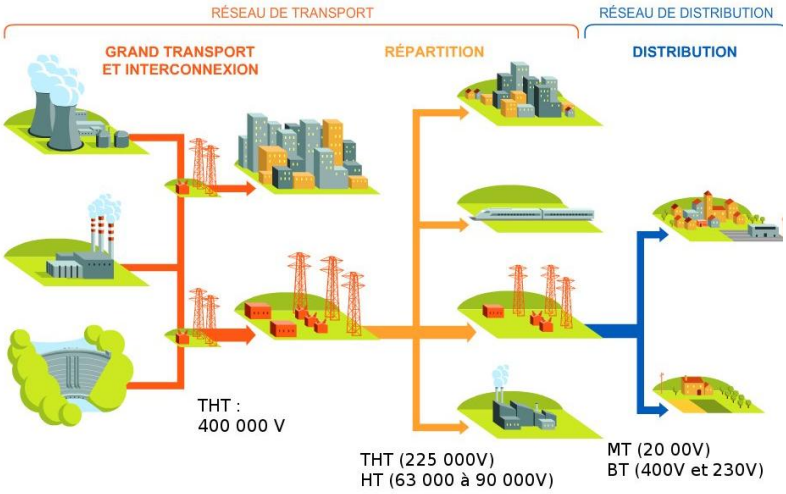


Figure I. 1 Schéma de principe du réseau électrique français [EDF 01]

Les réseaux électriques sont aujourd'hui très majoritairement des réseaux alternatifs. Ceci est dû en particulier à la facilité d'élever et d'abaisser les valeurs des tensions alternatives à l'aide de transformateurs. Cependant, la nécessité croissante de transporter des fortes puissances sur des distances importantes et d'acheminer l'énergie produite de façon décentralisée (ex. énergies renouvelables), ainsi que la baisse de coûts et l'augmentation de la fiabilité des dispositifs de puissance à semi-conducteurs permettant d'abaisser et d'élever les tensions continues, favorisent de plus en plus le développement du transport en courant continu.

3. Câbles haute tension courant alternatif

L'essentiel de l'énergie électrique produite actuellement en France et dans de nombreux pays du monde est transportée vers les consommateurs par des lignes aériennes haute et très haute tension (110 kV à 400 kV). La principale raison est d'ordre financier, les coûts à la construction de ce type de lignes étant généralement inférieurs à ceux des câbles enterrés, en particulier si des endroits à forte densité de population ne sont pas à traverser.

Les lignes aériennes présentent néanmoins quelques inconvénients notables en termes d'environnement et de gestion d'énergie. Outre l'aspect inesthétique évident, les réseaux aériens provoquent des pollutions hertziennes et atmosphériques (production d'ozone) et sont à l'origine de problèmes liés à la sécurité des sites et des personnes. Ces lignes sont également sensibles aux intempéries, comme ont pu le montrer à de nombreuses reprises des incidents climatiques survenus ces 20 dernières années. A titre d'exemple, les tempêtes de décembre 1999 ont endommagé un tiers des réseaux haute et très haute tension et ont laissé sans électricité 3,4 millions de foyers en France [EDF 02]. Des incidents similaires ont été enregistrés à plusieurs reprises depuis le début des années 2000, reposant à chaque fois la question de l'enfouissement des lignes ; par exemple, en mai 2012, des vents de 150 km/h ont provoqué des dégâts considérables en Rhône-Alpes et en Auvergne, en privant 160 000 foyers d'électricité pendant plusieurs jours [CAM 01].

D'autre part, entre 7 et 10% de la puissance transmise est perdue dans le transport avec les lignes aériennes. Le coût des pertes sur une ligne est de l'ordre de grandeur du prix de sa construction. Les pertes dans les lignes aériennes sont dues essentiellement à l'ionisation de l'air (effet Corona), phénomène qui n'existe pas dans les câbles.

Le moyen de transport de l'énergie du futur semble donc être le câble enterré. Il permet l'amélioration des paysages (disparition des pylônes), l'arrêt des pollutions atmosphériques et hertziennes et la sécurisation de l'environnement. De surcroît, son usage généralisé peut engendrer des économies d'énergie importantes : les pertes dans les câbles sont, à usage égal, 2 à 3 fois moindres que dans les lignes aériennes. Ces arguments justifient l'utilisation de plus en plus fréquente, depuis 25 ans, des câbles d'énergie, qui remplacent ainsi les lignes aériennes dans les agglomérations, dans les centrales électriques, dans les sites industriels de grande puissance. De même, dans les campagnes, la distribution de l'énergie électrique se fait de plus en plus par câble. Ainsi, les réseaux de distribution Enedis basse et moyenne tension sont aujourd'hui composés de câbles enterrés à hauteur de 40%, tandis que 83% des nouvelles lignes à haute tension et 97% des nouvelles lignes à moyenne tension sont souterraines [CAM 01]. La France compte cependant encore du retard dans l'enfouissement des lignes, surtout si on la compare à ses voisins (Belgique, Allemagne). Ce retard est particulièrement notable en haute et très haute tension, où moins de 10 % des réseaux sont enfouis, contre plus de 80 % en Allemagne et pratiquement 100 % en Belgique.

L'apparition des isolants synthétiques (dits « secs ») a considérablement atténué les problèmes techniques posés auparavant par les câbles à papier imprégné. Les isolations

« sèches » (le plus souvent à base de polyéthylène) ont des caractéristiques mécaniques nettement supérieures au papier imprégné, une température de fonctionnement plus élevée et un poids réduit. La pose et la maintenance des câbles secs sont également plus aisées. Le principal obstacle devant l'expansion de ce type de câbles est d'ordre financier : le coût de l'investissement reste important pour contrecarrer celui des lignes aériennes haute et très haute tension. Toutefois, en tenant compte des pertes sur la durée de vie d'un câble (40 ans), le rapport des coûts câbles/lignes peut être ramené à 3 voire 2 en haute tension et à moins de 10 en très haute tension alternative. Par ailleurs, le nombre de liaisons par câble étant en constante augmentation et la demande de plus en plus élevée, ces coûts sont en constante diminution.

Un autre inconvénient du câble haute tension courant alternatif est sa limitation en longueur. Le câble étant un condensateur, il absorbe, sous tension alternative, un courant de déplacement, même en l'absence de charge. La source doit débiter ce courant quel que soit l'état de charge du réseau, et, de surcroît, ce courant capacitif à vide produit des effets Joule (et donc des pertes de puissance active) dans les équipements situés en amont du câble (transformateurs, conducteurs…) Ce courant augmente avec la capacité du câble, donc avec la longueur de la liaison, ce qui fait qu'au-delà d'une certaine longueur appelée « longueur critique » le courant maximum admissible est atteint et aucune puissance ne peut plus être délivrée à la charge. Des solutions de compensation à l'aide d'inductances placées à des endroits appropriés permettent d'augmenter cette longueur critique, mais leur coût élevé et les limitations techniques (ex. dans les liaisons sous-marines) font que la longueur des liaisons par câbles haute tension alternative ne peut aujourd'hui dépasser quelques dizaines de kilomètres. En revanche, cet effet n'existe pas en courant continu, ce qui offre des possibilités de transport par câble sur des grandes longueurs à travers des réseaux haute tension courant continu.

4. Transport de l'énergie en haute tension courant continu (HTCC)

4.1. Objectifs et structure des réseaux HTCC

Les réseaux de transport et de distribution en courant continu sont apparus simultanément à ceux en courant alternatif, à savoir à la fin du XIX^{éme}, lorsque l'utilisation des machines électriques et de l'éclairage a commencé à se développer à grande échelle. Néanmoins, les réseaux continus ont été vite surpassés par les réseaux à courant alternatif, notamment grâce à l'invention de la machine asynchrone et de la possibilité d'élever et d'abaisser les tensions à l'aide de transformateurs (donc de transporter l'énergie en haute et très haute tension en limitant ainsi les échauffements et les pertes). Des solutions permettant le changement des niveaux de tension continue ont pendant longtemps été inexistantes ou extrêmement onéreuses, ce qui fait que le transport en courant continu est resté pendant de nombreuses années réservé à des situations particulières.

Il existe pourtant de plus en plus de cas où le transport en courant continu devient plus avantageux qu'en courant alternatif des points de vue économique, technique et

environnemental. C'est notamment le cas des liaisons aériennes très longue distance (plus de 1500 km), des interconnexions entre deux réseaux asynchrones et des liaisons souterraines ou sous-marines de plus de 50 km. Aujourd'hui, la connexion des nouvelles centrales de production (par exemple, les fermes éoliennes offshore), qui sont implantées de plus en plus loin des lieux de consommation, favorisent l'utilisation du transport de l'énergie en courant continu par câble enterré ou immergé. Ceci est dû notamment au fait que le courant continu permet de s'affranchir des problèmes liés à la puissance réactive générée par les câbles en courant alternatif (suppression de l'effet capacitif). Cette adaptation du réseau de transport face à la nouvelle cartographie des sources d'énergies renouvelables a donné naissance au concept de « grands réseaux de transport d'énergie électrique » ou « Super Grids ».

La Figure I. 2 illustre le concept de « Super Grid » à travers le projet Desertec, dans lequel les centrales de production d'énergies renouvelables situées en Afrique du Nord pourraient alimenter les consommateurs situés en Europe à travers des réseaux de transport en haute tension courant continu (HTCC). Même si ce type de projet à très grande échelle est en attente en raison de l'instabilité politique en Afrique, d'autres « Super Grids » sont aujourd'hui à l'étude dans de nombreux endroits du monde, où le nombre d'interconnexions est en croissance constante. En Europe, on peut citer l'exemple de l'Allemagne (qui projette de créer trois corridors de liaisons HVDC pour transporter l'électricité produite dans le nord vers le sud, pouvant être vus comme une première étape vers un SuperGrid) ou du projet anglo-belge Nemo (connexion des réseaux belge et anglais, en créant la première étape d'un réseau marin dans la mer du nord afin de transmettre efficacement l'énergie produite par les éoliennes de Grande-Bretagne) [WIK 01]. Le marché de la HTCC est estimé à 60 milliards d'euros dans les années à venir, avec 20,3 milliards d'euros pour la Chine seule (qui détient actuellement 51 % de ce marché).

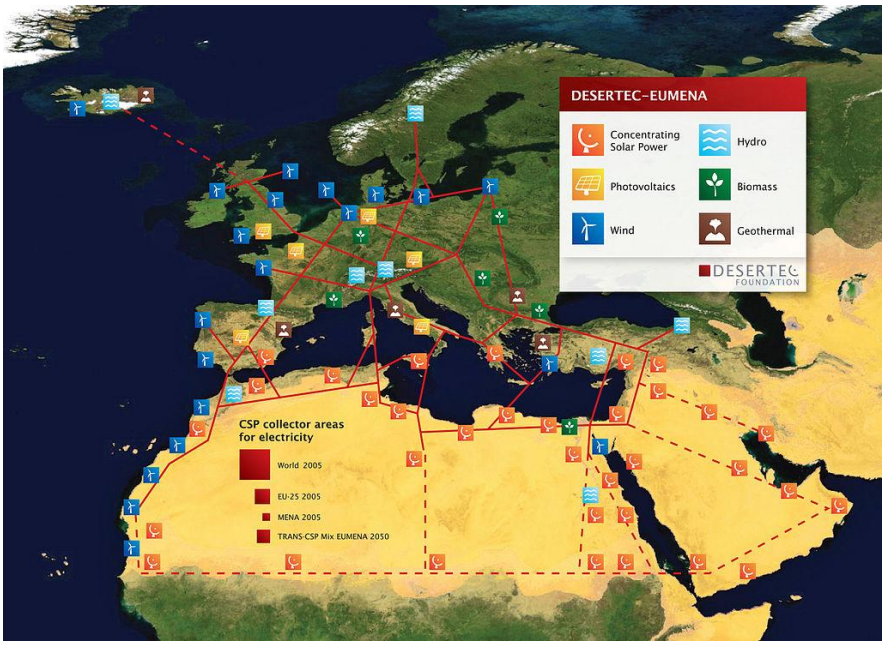


Figure I. 2 Schéma d'un projet d'infrastructure pour un approvisionnement en énergie entre l'Europe, l'Afrique du Nord et le Moyen-Orient [WIK 02]

Le transport de l'énergie en HTCC nécessite l'emploi de stations de conversion HTCA/HTCC à l'entrée du réseau HTCC et HTCC/HTCA à sa sortie. Ainsi, un redresseur placé à l'une des extrémités du réseau convertit la tension alternative en tension continue, alors qu'un onduleur placé à l'interface HTCC/HTCA effectue la conversion inverse. Plusieurs configurations impliquant l'emploi d'une ou deux lignes ou câbles existent, en fonction du chemin de retour du courant (Figure I. 3).

Des trois technologies de convertisseurs ayant été exploitées dans l'histoire des systèmes HTCC, deux sont encore aujourd'hui utilisées : les convertisseurs *LCC* (*Line Commutated Converters*), à base de thyristors, et les convertisseurs *VSC* (*Voltage Source Converters*), qui utilisent des Transistors Bipolaires à Grille Isolée (IGBT). Les diodes à vapeur de mercure ont été supplantées par les systèmes LCC au début des années 1970.

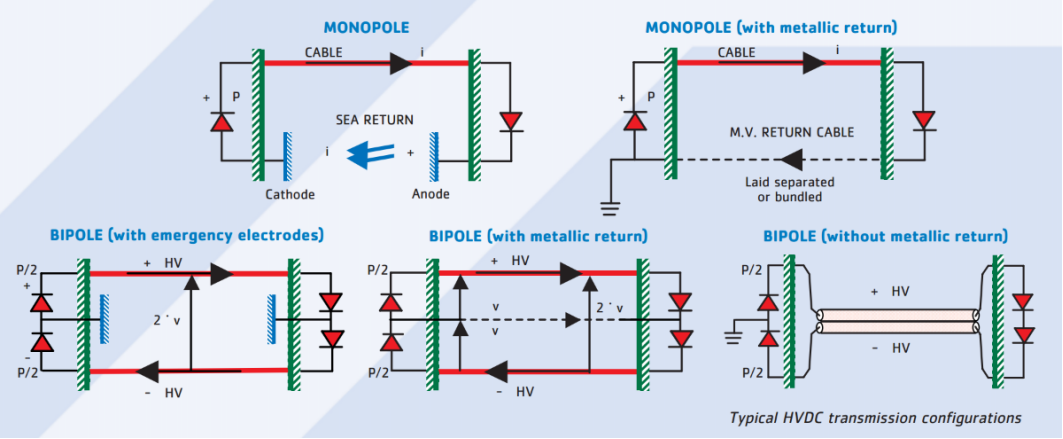


Figure I. 3 Différentes configurations de réseaux HTCC [MAZ 13]

La différence fondamentale entre les convertisseurs LCC et VSC et liée au type de composant de puissance utilisé. En raison de l'emploi de thyristors, l'inversion du flux de puissance ne peut se faire dans les LCC qu'en inversant le sens de la tension ; en revanche, l'usage d'IGBT permet aux VSC d'inverser le sens du transfert de puissance en inversant le sens du courant. L'inversion de polarité est une épreuve pour les systèmes d'isolation, qui doivent évacuer rapidement les charges électriques stockées aux interfaces sous peine de voir le champ électrique doubler au voisinage des électrodes. Les flux de puissance pouvant s'inverser plusieurs fois par jour en fonction des demandes des deux réseaux interconnectés, il peut en résulter des contraintes très sévères pour les isolations. Ceci a été pendant longtemps un verrou important à l'emploi de câbles à isolation « sèche » dans la HTCC. Avec les VSC, les composants bidirectionnels tel que les IGBT permettant d'inverser le sens du courant, l'inversion de polarité n'est plus nécessaire. Ce type de convertisseur a tendance aujourd'hui à se généraliser, d'autant plus qu'il bénéficie des progrès en termes de montée en tension et de baisse des coûts de la technologie IGBT. Néanmoins, il existe encore de nombreux convertisseurs LCC en service et l'on demande très souvent que le matériel soit qualifié pour être employé en conjonction avec les deux types de convertisseurs.

Globalement, le choix d'une technologie HTCA ou HTCC fait intervenir un ensemble de considérations économiques, techniques et environnementales, que nous allons résumer ci-après.

4.2. Considérations et avantages liés aux réseaux et câbles HTCC

De point de vue technique, l'un des avantages du transport en HTCC par rapport au HTCA est la réduction des pertes au-delà d'une distance « seuil » (« break-even distance »). Au-delà de cette distance, les pertes supplémentaires engendrées par les stations de conversion AC/DC sont compensées par la baisse de la résistance des conducteurs (due à l'absence d'effet de peau en courant continu), par la diminution des pertes par effet Corona (qui diminue avec la fréquence) dans le cas des lignes et des pertes dans les gaines et blindages dans le cas des câbles (Figure I. 4). Les réseaux HTCC offrent aussi, de par la présence des stations de conversion basées sur l'électronique de puissance, l'avantage de stabiliser le réseau en injectant de la puissance à une fréquence et un déphasage donnés, ainsi que de connecter des réseaux entre eux, qu'ils soient synchronisés ou non ou encore exploités à des fréquences différentes. Enfin, à travers le pilotage de ces mêmes convertisseurs, il est possible de réaliser le redémarrage du réseau après un black-out (« black start »).

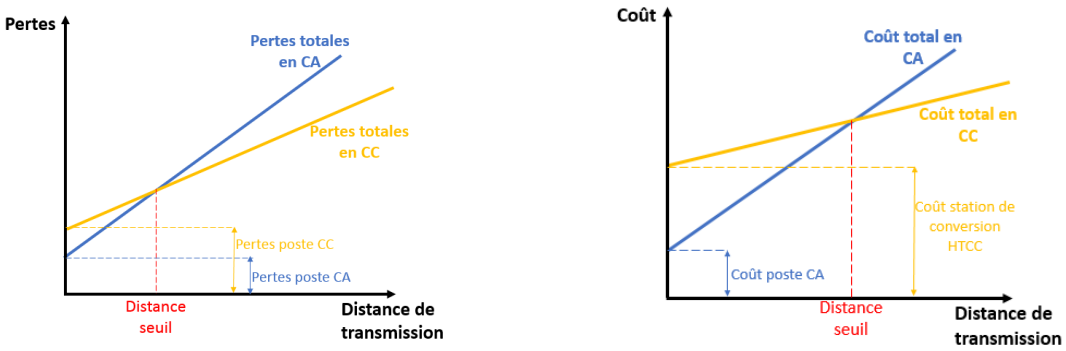


Figure I. 4 Comparaison des pertes entre les technologies HTCA et HTCC en fonction de la distance et évolution du coût en fonction de la distance pour les mêmes technologies [MBO 17]

Sur le plan économique, les liaisons HTCC nécessitent, à puissance équivalente, moins de conducteurs que les HTCA (deux conducteurs au lieu de trois, quatre, voire même cinq, en fonction de la présence ou non du neutre et du câble de mise à la terre), ce qui diminue le coût lié à la masse de cuivre nécessaire et aux matériaux nécessaires à la construction des pylônes dans le cas des lignes aériennes. Comme pour les pertes, il existe une distance seuil à partir de laquelle les liaisons HTCC deviennent plus rentables que leurs homologues HTCA ; elle se situe à environ 600 à 800 km pour les lignes aériennes et à environ 50 km pour les liaisons par câbles souterrains ou sous-marins.

Du point de vue environnemental, on peut dire que la technologie HTCC est *a priori* globalement plus respectueuse de l'environnement que la HTCA, en raison de son lien avec le

développement des sources renouvelables, de la diminution de l'emprise au sol des lignes aériennes (donc impact réduit sur la flore et le paysage) et de la diminution de la pollution par ozone (effet Corona réduit).

Si l'on revient aux liaisons par câbles, outre les aspects que nous venons d'évoquer en regard des réseaux HTCC en général, on peut résumer les principaux avantages qu'ils présentent par rapport aux câbles HTCA :

- Du fait de l'absence de courant capacitif à vide, les longueurs des liaisons HTCC par câbles peuvent être beaucoup plus grandes qu'en HTCA. En effet, la seule limite de longueur est celle imposée par la chute de tension résistive sur l'âme, qui est cependant très faible et qui laisse envisager des liaisons de plusieurs milliers de kilomètres ;
- Les pertes dans les câbles HTCC sont globalement inférieures aux pertes des câbles HTCA (absence d'effet de peau, de pertes dans la gaine, le blindage...) ;
- Possibilité de concevoir des câbles HTCC avec des isolations supportant des champs électriques d'amplitude plus élevés que leurs homologues HTCA - donc réduction du coût lié à la quantité de matière et du poids des câbles.

Toutes ces raisons impulsent aujourd'hui le développement du transport d'énergie sur des longues distances par câble sous-marin et terrestre en courant continu. Ceci nécessite de bien maîtriser l'ensemble des aspects liés à la spécificité de la contrainte afin de concevoir des systèmes d'isolation fiables et à coût maîtrisé.

4.3. Problématiques liées au développement des réseaux HTCC

Pendant de nombreuses années, l'électronique de puissance a été un frein important à l'expansion des réseaux HTCC. Bien que le coût des stations de conversion reste encore relativement élevé, le développement récent de dispositifs semi-conducteurs de puissance bidirectionnels haute tension et fort courant a résolu une bonne partie des problèmes que posaient les technologies à diodes et thyristors.

Les principaux verrous au développement des réseaux HTCC restent aujourd'hui les câbles, les accessoires et les dispositifs de coupure. Ils sont liés à l'établissement, sous l'effet des fortes valeurs de champ électrique et des gradients de température, de zones de charges électriques dans les diélectriques. De telles accumulations de charges (dites « charges d'espace » car reparties dans un espace isolant) sur-sollicitent localement les matériaux et peuvent les faire vieillir prématurément, voire provoquer des ruptures diélectriques intempestives. Il est ainsi indispensable de pouvoir déterminer les champs induits par ces charges afin d'anticiper leurs effets et ainsi garantir la longévité et les performances des infrastructures d'énergie à isolation synthétique. C'est à ce niveau que se situe notre travail de thèse, qui porte sur la mesure des charges d'espace dans les matériaux isolants pour câbles HTCC. La connaissance des matériaux et les procédés mis en œuvre à la fabrication doivent alors permettre de maitriser l'accumulation des charges d'espace, aussi bien dans le volume des diélectriques qu'au niveau des diverses interfaces des systèmes d'isolation.

5. Câbles HTCC

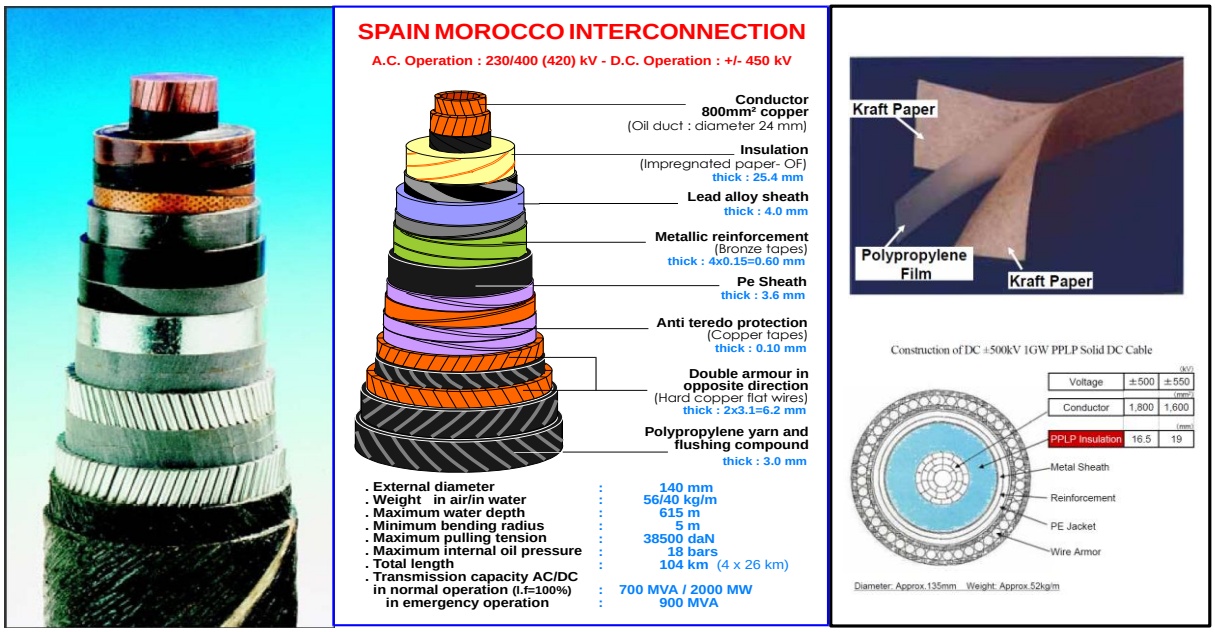
L'isolant étant la partie la plus critique d'un câble haute tension, on classe habituellement ce type de composant selon le type d'isolation utilisée, qui détermine par ailleurs sa structure. On emploie aujourd'hui deux technologies pour la fabrication des câbles HTCC : la technologie de l'isolation en papier imprégné à l'huile et celle de l'isolation synthétique à base de polymères extrudés (isolation dite « sèche »).

L'isolation à papier imprégné est la plus ancienne : elle remonte au premier câble HTCC (50 kV), d'une longueur de 4 km, posé à Lyon en 1906. Les techniques de fabrication et les matériaux se sont depuis diversifiés, et on retrouve aujourd'hui sur le marché les trois types de câbles suivants :

- Câbles à isolation imprégnée dans la masse (*MIND* en anglais pour *Mass-Impregnated Non-Draining Insulation*). Ils comportent une isolation en papier de cellulose séché sous vide, puis imprégné d'huile visqueuse et de résine (Figure I. 5.a). Ce type de câble est aujourd'hui disponible pour des tensions de l'ordre de 500 kV et des courants jusqu'à 1600 A, correspondant à une capacité maximale en termes de puissance de 800 MW pour une liaison unipolaire et 1600 MW pour une liaison bipolaire. Il permet une transmission à des distances importantes, la seule limite étant celle liée à la chute de tension sur l'âme. Il existe néanmoins des problèmes de contraction-dilatation sous l'effet des cycles d'échauffement et refroidissement, dus à une grande différence de coefficient de dilatation des matériaux qui le constituent, et qui peuvent engendrer des variations importantes du volume du système d'isolation. Ces variations ne sont pas compensées par une circulation de la matière d'imprégnation, qui reste essentiellement immobile. Ceci implique une température nominale d'utilisation assez faible (55°C au niveau conducteur), d'où la limite en puissance en dessous de 2 GW. Ce type de câble a été récemment employé pour la réalisation de l'interconnexion sous-marine en courant continu entre l'Italie et la Grèce du projet Grita (connexion 400 kV, 500 MVA et longueur sous-marine de 160 km) [COV 08].
- Câbles à huile fluide (*OF* pour *Oil-Filled* en anglais). Ils sont caractérisés par la présence d'huile entre l'âme centrale et le gaine métallique (Figure I. 5.b). Ce liquide circule lentement sous pression en jouant le rôle d'isolant, mais également d'agent de refroidissement. Cette possibilité de refroidir le conducteur constitue le principal avantage du câble à huile fluide, car cela permet d'augmenter la puissance véhiculée. La température peut atteindre 90°C au niveau de l'âme conductrice, avec des puissances véhiculées autour de 3 GW actuellement. Evidemment, la présence d'un fluide en circulation impose l'adoption de circuits hydrauliques et de postes de pompage aux extrémités, ce qui limite la longueur de ce type de câble à 100 km en raison de la puissance nécessaire pour les pompes. La première utilisation du câble à huile fluide date de 1952. La Suède et la France ont été les premiers pays à adopter ce type de câble, qui fonctionnait initialement à une tension de 400 kV (HTCA). La

puissance transportée pourrait atteindre 10 GW sous une tension de 600 kV [LIU 13].

- Câbles à isolation de type *PPL* (pour *Polypropylene Paper Laminate*). Leur isolation est constituée de couches de papier haute densité et de films de polypropylène imprégnés d'un mélange visqueux (Figure I. 5.c). Cette solution récente est censée conjuguer les performances des deux technologies précédentes [COV 08]. En particulier, elle prétend assurer la tenue de contraintes électriques 60 % plus élevées que les deux autres technologies. Les températures d'utilisation se situent entre 80°C et 90°C, pour des puissances transmissibles au-delà du GW à des distances très importantes. C'est néanmoins une technologie encore en cours de développement, bien que certains fabricants la proposent déjà pour des tensions allant jusqu'à 600 kV.



a) *b)* *c)*

Figure I. 5 Les différents types du câble à isolation en papier imprégné d'huile
a) MIND, b) OF, c) PPL [TEY 13]

Mis à part le PPL, les technologies des câbles à isolation papier imprégné à l'huile sont aujourd'hui arrivées à maturité. Leur utilisation depuis de nombreuses années dans les liaisons HTCC sous-marines et souterraines a été rendue possible grâce à leur grande fiabilité. Toutefois, ces câbles présentent certains inconvénients, dont on peut citer la maintenance coûteuse et complexe (détection des fuites, surveillance de la pression, remplacement de l'huile…), les limitations en longueur ou en puissance, ainsi que les problèmes environnementaux pouvant être causés par les fuites d'huile.

Les câbles à isolation synthétique extrudée constituent le deuxième type de câbles HTCC aujourd'hui en production. Cette technologie est utilisée pour les câbles HTCA depuis les années 1960, mais son emploi en HTCC a été longtemps limité en raison de problèmes de fiabilité que peuvent poser les matériaux utilisés (principalement, le polyéthylène) sous forte

contrainte électrique continue. La demande croissante d'isolations plus respectueuses de l'environnement et capables de fonctionner à température élevée suscite aujourd'hui la mise au point de câbles HTCC extrudés avec des capacités de plus en plus importantes.

Le polyéthylène réticulé chimiquement (*PRC* ou *XLPE* en anglais pour *Cross-linked Polyethylene*) est la matière principale utilisée pour l'isolation sèche des câbles haute tension. L'isolation est fabriquée par extrusion, technique permettant de déposer une couche uniforme et compacte d'isolant polymère autour du conducteur, prise en sandwich entre deux écrans semi-conducteurs. L'isolation de câbles à haute tension est obtenue par un procédé de co-extrusion de l'isolant et des semi-conducteurs internes et externes, suivi le plus souvent d'une phase de réticulation de l'isolant afin de lui conférer des propriétés thermomécaniques supérieures [HAN 03]. La température nominale d'utilisation du PRC étant supérieure à celle du polyéthylène non réticulé (90°C contre 70°C pour le polyéthylène non réticulé), les courants et donc les puissances pouvant être véhiculés augmentent sans qu'il soit nécessaire d'agrandir les dimensions de l'isolation. A cela s'ajoutent des propriétés mécaniques meilleures, tout en conservant une flexibilité suffisante du câble.

En général, les câbles HTCC à isolation synthétique sont constitués des composants suivants :

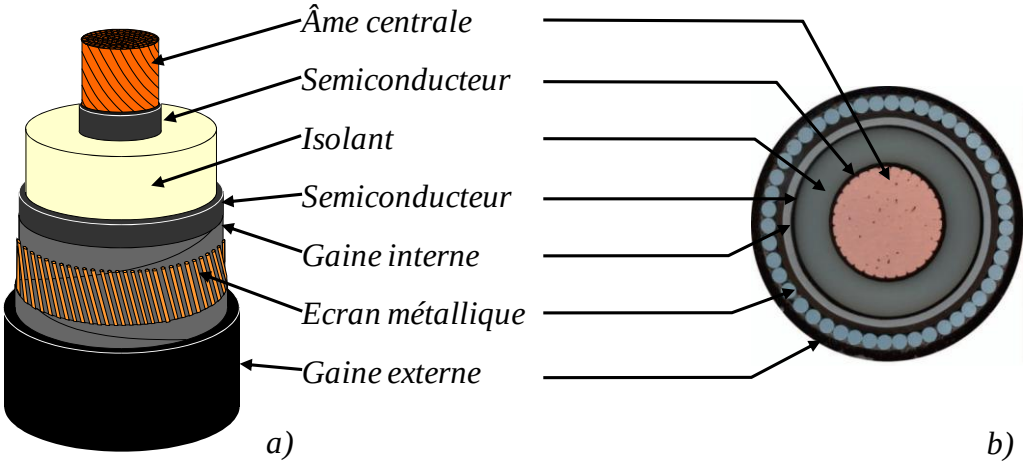


Figure I. 6 Structure d'un câble HTCC à isolation synthétique [TES 13]
a) vue générale, b) vue en coupe

- Une âme conductrice en cuivre ou en aluminium pour assurer le passage du courant. Le choix entre le cuivre et l'aluminium s'opère en fonction de diverses contraintes (notamment le poids, le coût et l'échauffement), le cuivre étant le plus souvent privilégié pour les fortes sections ;
- Deux couches semi-conductrices d'un côté et de l'autre de l'isolant, l'une en contact avec l'âme, l'autre avec la gaine. Elles ont pour rôle d'éviter les effets de champ et les décharges qui pourraient apparaître suite à présence de pointes et cavités à l'interface conducteur/isolant. Elles permettent aussi une bonne accroche entre le conducteur et le reste de la structure. Ces couches sont réalisées d'un « compound » à base de polyéthylène et de noir de carbone ;

- Le diélectrique, généralement en polyéthylène réticulé chimiquement (PRC) ;
- Une gaine interne ou bande semi-conductrice ;
- Un écran métallique en plomb ou en aluminium qui constitue l'électrode de référence (0 V), dimensionné de manière à permettre le transit des courants de court-circuit, d'assurer une protection mécanique et d'empêcher la pénétration d'eau ;
- Une gaine extérieure en polyéthylène pour des raisons de protection mécanique.

Les avantages et les inconvénients des diverses technologies de câbles HTCC sont résumés dans le tableau suivant.

Tableau I. 1 Comparaison des technologies d'isolation pour câbles HTCC

Type d'isolation	**Papier imprégné avec de l'huile**	**Isolation synthétique**
Avantages	• Technologie mature • Grande fiabilité • Possibilité de véhiculer des puissances importantes (OF) • Longueur pratiquement non-limitée (MIND) • Disponible pour des liaisons terrestres et sous-marines	• Température d'utilisation élevée → câbles plus compacts • Facilité de réalisation des jonctions • Pertes dans l'isolation plus faibles • Barrière d'humidité plus légère → câbles plus légers • Longueur pratiquement non-limitée • Maintenance réduite • Coût de fabrication réduit
Inconvénients	• Longueur limitée (OF) • Système de maintenance complexe lié à l'emploi d'huile (OF) • Limitation de la puissance véhiculée en raison de la limite thermique de l'isolation inférieure à 55°C (MIND) • Problèmes environnementaux liés à l'huile • Fabrication plutôt compliquée et chère	• Faiblesse sous inversion de polarité • Technologie nouvelle, n'ayant pas encore entièrement fait ses preuves • Résistivité • Charges d'espace • Vieillissement

Il ressort que l'utilisation de matériaux synthétiques apporte des avantages certains en termes de coût, de température de fonctionnement, de risque de pollution ou encore de maintenance par rapport à l'isolation à base de papier imprégné.

En revanche, il est nécessaire de mettre au point des matériaux et des structures ayant des propriétés adaptées aux contraintes spécifiques induites par ce type de réseau, à savoir des forts champs électriques continus et des gradients thermiques. Ceci nécessite la prise en compte des phénomènes susceptibles d'apparaître sous fort champ continu et de leurs effets (en particulier l'accumulation de charges d'espace), que nous allons détailler dans la section suivante.

6. Isolants solides sous fortes contraintes électriques continues

Lorsqu'un diélectrique est soumis à un champ électrique, plusieurs phénomènes impliquant des charges électriques présentes à l'intérieur du matériau et au niveau des interfaces peuvent se produire (polarisation, conduction, injection de charges). Afin d'approcher les mécanismes à l'origine des accumulations des charges d'espace, du vieillissement et du claquage, nous allons nous intéresser dans les pages suivantes à ces phénomènes et à leurs effets sur les diélectriques.

6.1. Polarisation et pertes diélectriques

6.1.1. Généralités

Tout diélectrique est un matériau polarisable. On entend par polarisabilité l'apparition dans le volume du matériau, sous l'effet d'un champ électrique externe, d'un moment dipolaire équivalent non nul. On rappelle que le moment dipolaire $\vec{p} = q\vec{r}$ est une grandeur vectorielle orientée selon la droite passant par les centres de deux charges $+q$ et $-q$ qui constituent le dipôle, placées à une distance r l'une de l'autre.

Le phénomène de polarisation correspond à l'apparition de dipôles suite à l'« étirement » des atomes et molécules, ou à des orientations dans le sens du champ appliqué de moments dipolaires déjà existants au niveau de la structure moléculaire ou supramoléculaire. Au niveau macroscopique, ce phénomène est traduit par la permittivité ε du diélectrique, qui est d'autant plus grande que le nombre de dipôles créés ou orientés par le champ est important. Si l'on note par ε_0 la permittivité du vide ($\varepsilon_0 = 8{,}85*10^{-12}$ F/m), on peut utiliser la permittivité relative $\varepsilon_r = \varepsilon / \varepsilon_0$ pour exprimer la capacité du matériau à se polariser.

Selon le mécanisme de polarisation, on distingue deux catégories de diélectriques :

- Les diélectriques polaires, qui contiennent des molécules polaires, pour lesquelles les centres de gravité des charges positives et négatives sont séparés. Ces molécules possèdent donc des moments dipolaires permanents. Initialement orientés de façon aléatoire, ces moments s'orientent majoritairement selon la direction du champ extérieur lorsque ce dernier est appliqué au diélectrique. On parle alors de polarisation d'orientation. Parmi les diélectriques polaires, on peut citer le PVC, le PMMA, le PET, l'eau…

- Les diélectriques non polaires, avec des molécules où les centres de gravité des charges positives et négatives coïncident, leur moment dipolaire étant donc nul en l'absence du champ. Il s'agit de matériaux constitués de molécules possédant un centre de symétrie (exemples : les gaz, le polyéthylène…). A l'application d'un champ externe, les molécules se déforment car les charges positives et négatives qui les composent ont tendance à se déplacer dans des sens contraires, ce qui donne naissance à des dipôles. On parle alors de polarisation de déformation et de dipôles induits par le champ.

Dans un diélectrique polarisé par un champ externe $\vec{E}$, il existe un champ électrique local $\vec{E}_l$ résultant de la contribution du champ externe $\vec{E}$ et de la présence de dipôles. Ce champ local induit au niveau de chaque molécule un moment dipolaire $\vec{p} = \alpha \vec{E}_l$, où α est appelée polarisabilité de la molécule. Au niveau macroscopique, on définit le vecteur polarisation $\vec{P}$ correspondant à la densité volumique $d\vec{p} / dv$ de moments dipolaires créés ou orientés sous l'effet du champ. Si l'on note par *N* la concentration de ces dipôles, on peut écrire :

$$\vec{P} = \frac{d\vec{p}}{dv} = N\vec{p} = N\alpha\vec{E}_l \qquad \textit{Eq I.1}$$

Dans le vide, le déplacement électrique (densité de charge déplacée sous l'effet du champ appliqué) et le champ électrique sont liés par la relation $\vec{D} = \varepsilon_0 \vec{E}$. Dans un matériau polarisé (autre que le vide), il faut prendre en compte l'effet de la polarisation, et l'on obtient donc :

$$\vec{D} = \varepsilon_0 \vec{E} + \vec{P} \qquad \textit{Eq I.2}$$

Si l'on considère un isolant homogène, linéaire et isotrope, la polarisation est proportionnelle au champ :

$$\vec{P} = \varepsilon_0 \chi \vec{E} \qquad \textit{Eq I.3}$$

où χ est la susceptibilité électrique du matériau isolant. On peut alors écrire :

$$\vec{D} = \varepsilon_0 \vec{E} + \varepsilon_0 \chi \vec{E} = \varepsilon_0 \left(1 + \chi\right) \vec{E} \qquad \textit{Eq I.4}$$

ou :

$$\vec{D} = \varepsilon \vec{E} = \varepsilon_0 \varepsilon_r \vec{E} \qquad \textit{Eq I.5}$$

où $\varepsilon_r = 1 + \chi$ correspond à la permittivité relative ou la constante diélectrique d'un matériau. On voit donc de quelle manière la permittivité diélectrique traduit quantitativement l'effet de la polarisation du matériau.

6.1.2. Différents processus de polarisation (Figure I. 7)

6.1.2.1. Polarisation électrique

Cette polarisation de déformation est due à un déplacement très rapide (~ 10^{-15} s) et très léger du nuage électronique entourant le noyau des atomes, sous l'action d'un champ électrique externe. Si ce champ électrique cesse, le nuage reprend rapidement sa position et sa forme initiale, et la polarisation disparaît. Ce type de polarisation apparaît dans tous les matériaux.

6.1.2.2. Polarisation ionique et atomique

Cette polarisation est également une polarisation de déformation, caractéristique des matériaux à liaisons ioniques ou iono-covalentes (oxydes). Elle est due à la déformation des molécules en raison du léger déplacement des ions par rapport à leur position équilibre sous l'effet du champ électrique, avec une constante de temps de l'ordre de 10^{-13} s (10^{13} Hz).

6.1.2.3. Polarisation dipolaire (ou d'orientation)

Ce type de polarisation est propre aux diélectriques polaires et consiste, tel que nous l'avons indiqué, en l'orientation des moments dipolaires permanents des molécules principalement dans la direction du champ. Selon la taille des dipôles orientés, la température et la

« viscosité » du matériau, les constantes de temps peuvent varier entre 10^{-9} s et plusieurs secondes [COE 93, FOU 86, BLA 92].

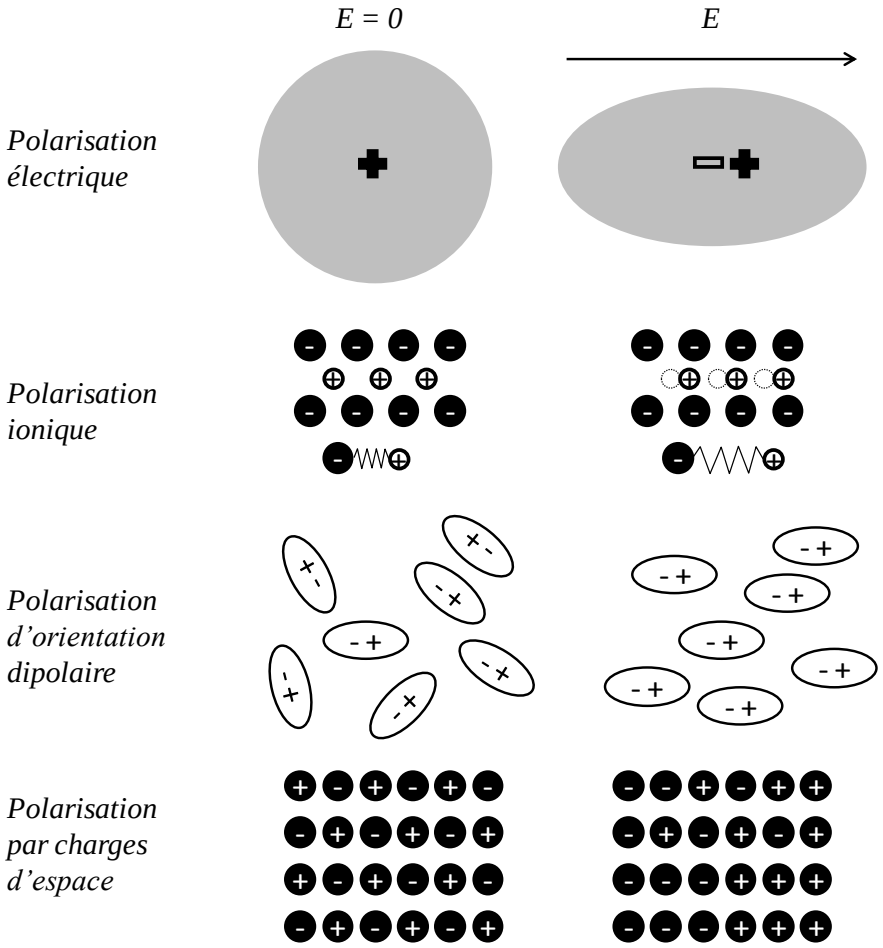


Figure I. 7 Représentation schématique des mécanismes de polarisation.

6.1.2.4. Polarisation interfaciale (Maxwell - Wagner)

Ce type de polarisation [MAX 81] apparaît dans les milieux hétérogènes, possédant des régions de permittivités différentes. Sous l'effet du champ électrique externe, les porteurs de charge s'approchent et s'accumulent aux interfaces entre ces régions, en produisant, à l'échelle macroscopique, une polarisation supplémentaire. Il s'agit donc d'une polarisation équivalente, induite par la non homogénéité du diélectrique. L'établissement de ce type de polarisation nécessite des temps longs (car les charges associées sont peu mobiles dans les isolants), de l'ordre de 10^{-2} à 10^{3} secondes.

6.1.2.5. Polarisation par charges d'espace

Ce mécanisme est liée à la migration des charges libres dans le matériau diélectrique et est caractérisée par des temps d'établissement du même ordre que la polarisation interfaciale. Si l'on considère un isolant d'épaisseur *d* pourvu d'électrodes, contenant autant de pièges que de charges libres et en l'absence d'injection, sous l'effet d'un champ électrique externe, les

porteurs de charges vont migrer vers les électrodes de signe opposé. Il apparaitra ainsi une polarisation moyenne [ROS 53, COE 83] :

$$P_{CE} = \frac{1}{d}\int_0^d x\rho(x)dx \qquad \textit{Eq I.6}$$

où $\rho(x)$ correspondant à la densité volumique de charges à l'équilibre à la profondeur x dans le matériau. La répartition de $\rho(x)$ dépend de la distribution et de la profondeur des pièges dans le matériau, ce qui traduit au niveau microscopique l'effet Maxwell - Wagner. Le champ électrique créé par la polarisation P_{CE} et sa répartition dans l'isolant va donc dépendre, à tout moment, de la charge présente dans l'isolant, de la fraction de charge piégée, de son signe et de l'endroit où les pièges sont situés.

6.1.3. Pertes diélectriques

Les pertes diélectriques traduisent la puissance (ou l'énergie) dissipée dans un diélectrique suite aux mouvements de charges induits par le processus de polarisation. Dans un diélectrique parfait, la polarisation (ou le déplacement électrique) devrait suivre instantanément les variations du champ, mais dans les diélectriques réels l'alignement des dipôles dans la direction du champ appliqué se fait avec un retard plus ou moins important, selon leur taille et leur moment dipolaire. Dans le cas de l'application d'un champ alternatif, il en résulte un déphasage entre la polarisation et le champ appliqué, ce qui fait apparaître une composante du courant en phase avec la tension appliquée, reflet de la puissance active dissipée dans le diélectrique. A cela s'ajoute l'effet du courant dû à la conduction dans le matériau.

Pour illustrer ces propos, considérons l'expression de la densité de courant électrique J :

$$J(t) = \sigma E(t) + \frac{dD(t)}{dt} \qquad \textit{Eq I.7}$$

avec σ conductivité électrique, E champ électrique et D déplacement électrique. En régime harmonique, l'équation précédente devient :

$$J(\omega) = \sigma E(\omega) + j\omega D(\omega) \qquad \textit{Eq I.8}$$

et, en utilisant Eq I.4 :

$$\begin{aligned} J(\omega) &= \sigma E(\omega) + j\omega[\varepsilon_0 E(\omega) + \varepsilon_0 E(\omega)\chi(\omega)] \\ J(\omega) &= \{\sigma + j\omega\varepsilon_0[1 + \chi'(\omega) - j\chi''(\omega)]\}E(\omega) \end{aligned} \qquad \textit{Eq I.9}$$

ou encore :

$$J(\omega) = [\sigma + \omega\varepsilon''(\omega) + j\omega\varepsilon'(\omega)]E(\omega) \qquad \textit{Eq I.10}$$

avec :

$$\varepsilon_0(1 + \chi'(\omega) - j\chi''(\omega)) = \varepsilon'(\omega) - j\varepsilon''(\omega) = \varepsilon(\omega) \qquad \textit{Eq I.11}$$

où χ' et χ'' sont les composantes réelle et imaginaire de la susceptibilité électrique χ, et ε' et ε'' sont les composantes réelle et imaginaire de la permittivité électrique complexe ε. Du point de vue physique, la partie réelle de la permittivité électrique traduit la polarisation du matériau, alors que la partie imaginaire est une image de l'énergie dissipée lors de ce processus. On définit le facteur de pertes comme :

$$\tan\delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} = \frac{\varepsilon_r''}{\varepsilon_r'} \qquad \textit{Eq I.12}$$

où δ est l'angle de pertes (l'angle du déphasage courant/tension). On peut alors écrire l'expression de la puissance dissipée dans le diélectrique par unité de volume sous la forme :

$$P_v = \varepsilon_0 \varepsilon_r'' \omega E^2 = \varepsilon_0 \varepsilon_r' \omega E^2 \tan\delta \qquad \textit{Eq I.13}$$

Nous avons considéré précédemment la présence d'un seul type de dipôles dans le matériau (donc, un seul type de polarisation). Cependant, la structure de la plupart des diélectriques fait que plusieurs types de polarisation peuvent apparaître (par exemple, polarisation électronique + polarisation dipolaire). En faisant varier la fréquence et en mesurant les composantes réelle et imaginaire de la permittivité, on obtient alors des spectres tels que celui présenté dans la figure suivante, où l'effet des divers mécanismes de polarisation présents dans le matériau peut être mis en évidence.

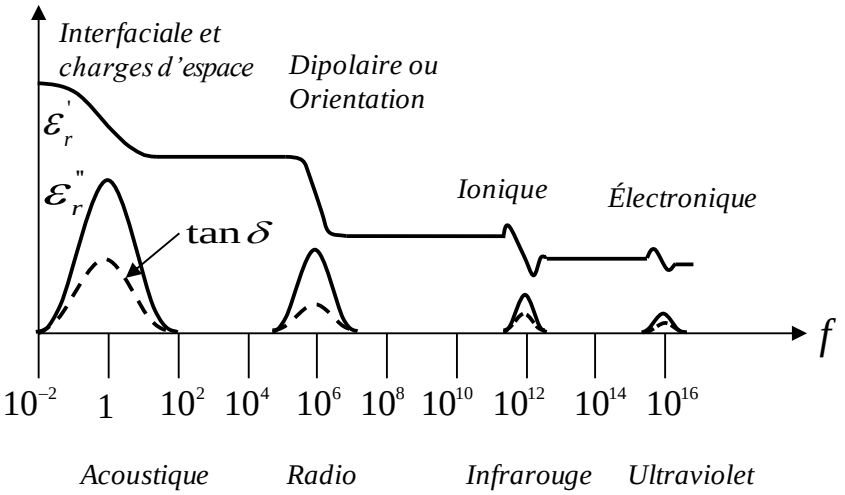


Figure I. 8 Spectre diélectrique d'un isolant mettant en évidence les différents mécanismes de polarisation.

Ces spectres s'expliquent par le fait que, au fur et à mesure que la fréquence augmente, les dipôles ayant les tailles les plus importantes cessent progressivement de suivre les variations du champ en raison de leur inertie. Chaque fois qu'une relaxation apparaît, elle se traduit par une baisse de la permittivité réelle (car, les dipôles n'oscillant plus, ils n'attirent plus de charges sur les armatures du condensateur) et par un pic de pertes. Compte tenu de la taille des différentes espèces chargées que peut contenir un diélectrique et de leurs mobilités, les relaxations à des fréquences les plus basses correspondent à des relaxations dipolaires, interfaciales ou par charges d'espace, alors que les pics liés à des polarisations de type ionique ou électronique se manifestent dans le domaine des fréquences hautes. En particulier, vues les faibles mobilités des charges libres ou quasi-libres dans un isolant, les effets de la conduction et de la polarisation interfaciale sont visibles à des fréquences très basses (10^{-2} à 10^{-6} Hz).

6.2. Injection et transport de charges dans un isolant

6.2.1. Bandes d'énergie et états localisés (pièges)

Les phénomènes d'injection, conduction et accumulation de charges dans les matériaux peuvent être analysés à travers la théorie des bandes d'énergie de la matière, qui postule que l'énergie des électrons dans un atome est quantifiée. On a donc affaire à des bandes qui rassemblent des valeurs d'énergies que les électrons peuvent avoir (bandes permises) et des bandes contenant des niveaux énergétiques que les électrons ne peuvent pas posséder (bandes interdites).

Ainsi, pour qu'un électron puisse assurer la conduction, il faut que son énergie soit comprise dans les valeurs définies par une bande permise, et aussi que des niveaux d'énergie non occupés par d'autres électrons soient disponibles dans cette bande (autrement, il ne peut accepter l'énergie fournie de l'extérieur). Deux bandes d'énergie interviennent pendant le mouvement des charges : la bande de valence, qui est l'avant-dernière bande permise, et la bande de conduction, qui est la dernière bande permise. Les bandes permises d'énergies inférieures à la bande de valence étant complétement occupées, les électrons de ces dernières ne peuvent assurer la conduction. Un électron de la bande de valence acquérant suffisamment d'énergie pour passer dans la bande de conduction pourra par la suite assurer la conduction, car le nombre de niveaux libres dans la bande de conduction est très grand : on parle alors d'« électron libre ».

Les propriétés de conduction d'un matériau sont donc liées à l'écart entre la bande de valence et la bande de conduction et à la position du niveau de Fermi (énergie la plus élevée qu'un électron peut posséder à 0 K). Dans le cas des conducteurs, le niveau de Fermi se situe dans la bande de conduction (ou l'on peut dire que les bandes de valence et de conduction se chevauchent) ; les électrons dont les énergies sont voisines du niveau de Fermi peuvent ainsi assurer la conduction dès que la température dépasse 0 K. Pour les semi-conducteurs, les bandes de valence et de conduction sont séparées par une bande interdite de faible largeur (~1 eV) et le niveau de Fermi passe par cette bande interdite. La bande de conduction étant quasiment vide, les électrons de la bande de valence doivent « sauter » ce gap (c'est-à-dire, recevoir suffisamment d'énergie) pour devenir des électrons de conduction, ce qui peut arriver sous l'effet d'un champ externe modéré ou d'une augmentation raisonnable de la température. Pour les isolants, le nombre d'électrons dans la bande de conduction est très faible (virtuellement nul) et le gap entre la bande de conduction et la bande de valence est très large, (supérieur à 5 eV). Il est donc très difficile pour les électrons de la bande de valence d'acquérir assez d'énergie pour « sauter » dans la bande de conduction ; cela nécessite des champs électriques très forts ou des températures très élevées. Ces concepts sont illustrés dans la figure suivante.

Pour un isolant parfait (Figure I. 9.c), compte tenu de la largeur la bande interdite, la densité des charges libres est très faible (de l'ordre de 10^{-18} m^{-3} à la température ambiante). Le courant de conduction est donc nul puisqu'aucune charge électrique n'est susceptible de se déplacer sous l'action d'un champ extérieur [LAU 99]. En réalité, sous l'effet d'un champ

électrique assez important, les électrons de valence sont dissociés des noyaux atomiques. Ce phénomène correspond au passage, par effet tunnel à travers la bande interdite, d'électrons de valence dans la bande de conduction. Les matériaux utilisés dans l'isolation électrique ne se comportent donc jamais comme des isolants parfaits.

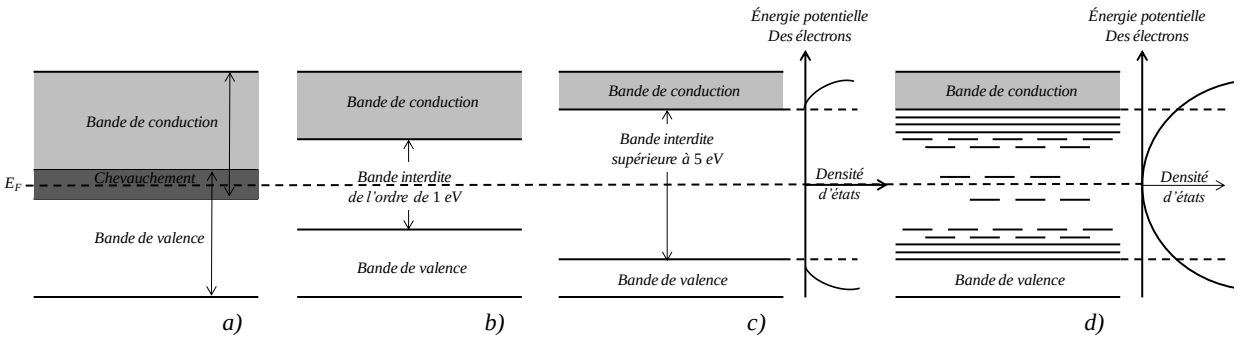


Figure I. 9 Diagramme de bande d'un métal (a), d'un semiconducteur (b), d'un isolant parfait (c) et d'un isolant réel (d) [LAU 99]

La Figure I. 9.d correspond au diagramme de bandes d'un isolant réel. La densité d'états dans la bande interdite n'est pas nulle ; les limites de la bande de valence, la bande interdite et la bande de conduction ne sont pas fixées sur des niveaux exacts à cause de la présence de ces états localisés, qu'on peut diviser en deux grands groupes :

- états localisés dont l'extension orbitale déborde sur les sites voisins (sites en interaction) ;
- états localisés dont l'extension orbitale est inférieure à la distance des premiers voisins.

Les états localisés de conduction et de valence sont distribués avec une densité décroissante au fur et à mesure qu'on s'éloigne des bords des bandes. On retrouve ainsi des sites peu profonds (quelques dixièmes d'eV), qui facilitent les passages des porteurs d'un site à l'autre – on parle alors de d'états localisés de conduction, dus principalement au désordre structural -, et des sites profonds (en nombre plus réduit), liés principalement à la présence d'impuretés ou à des défauts importants dans le matériau (ex. liaisons cassés). Ces derniers agissent comme des « pièges à charges » car les énergies nécessaires pour extraire les porteurs de ces sites étant importantes, les temps passés par ces derniers dans les pièges profonds peuvent être très longs. Ces états localisés de forte profondeur jouent donc un rôle important dans l'établissement de zones de charges dans les diélectriques, qu'on appelle « charges d'espace » car réparties dans des espaces isolants.

6.2.2. Interface conducteur/isolant

Lorsqu'une électrode conductrice est mise en contact avec un diélectrique sous vide, des électrons ou des trous peuvent pénétrer dans l'isolant à partir de l'électrode en traversant la barrière de potentiel existante à l'interface, illustrée dans la figure suivante. Dans cette figure, on a noté par E_F le niveau de Fermi de l'électrode (dépendant uniquement de sa nature) et par E_V et E_C les énergies correspondant au niveau supérieur de la bande de valence du diélectrique

et au niveau inférieur de sa bande de conduction. A la mise en contact des deux matériaux, le niveau de Fermi du métal s'aligne sur celui du diélectrique ; ϕ_0 correspond à la barrière de potentiel que les porteurs de charge doivent franchir pour pourvoir passer du métal dans le diélectrique.

En l'absence de champ électrique extérieur, un électron du métal doit acquérir une énergie supérieure à ϕ_0 pour franchir la barrière de potentiel (par exemple, sous l'effet de la température). Si la barrière de potentiel est faible ($\phi_0 < 0{,}3\ eV$), un faible champ appliqué est suffisant pour injecter un courant. Si la barrière de potentiel est élevée ($\phi_0 > 1\ eV$), le champ au contact est négligeable devant celui qu'il faudrait appliquer pour faire passer un courant mesurable [TOU 74].

Au-delà de quelques kV/mm, un électron peut passer du niveau Fermi de l'électrode métallique dans l'isolant :

- Soit en « sautant » par-dessus la barrière énergétique abaissée par le champ électrique extérieur (effet Schottky, correspondant à la voie 1 dans la Figure I. 10);
- Soit en traversant la barrière à énergie constante (effet tunnel ou Fowler-Nordheim, correspondant au voies 2 et 3 dans la Figure I. 10).

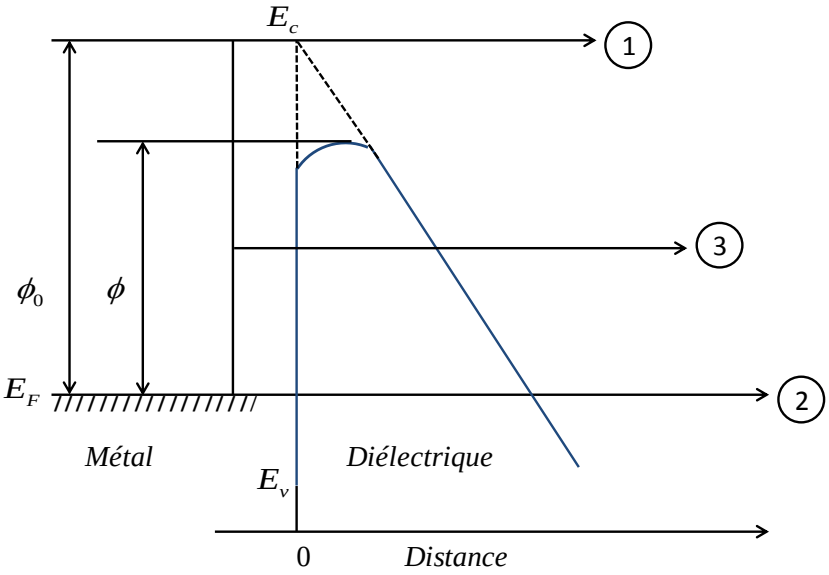


Figure I. 10 Sur l'injection de charges à l'interface conducteur/isolant

6.2.3. *Mécanismes d'injection de charges*

6.2.3.1. Effet Schottky

L'effet Schottky commence à se manifester à des champs électriques supérieurs à 1 kV/mm et intervient de manière significative au-dessus de 10 kV/mm. L'application d'un champ électrique provoque alors un abaissement non négligeable de la barrière énergique entre l'électrode et l'isolant illustrée dans la figure précédente, ce qui favorise le passage des électrons du métal vers l'isolant. Il a été démontré [LAM 67] que cet abaissement vaut :

$$\Delta\phi = \phi_0 - \phi = \beta_s E_C^{1/2} \qquad \text{Eq I.14}$$

avec E_C valeur du champ électrique à la cathode et $\beta_s = q^{3/2}/(4\pi\varepsilon_0\varepsilon_r)^{1/2}$ constante de Schottky, où q = 1,6*10^{-19} C est la charge électrique élémentaire, ε_r la permittivité relative du diélectrique et ε_0 la permittivité du vide.

La densité de courant associée au passage de porteurs dans l'isolant par effet Schottky est fonction de la hauteur réelle de la barrière à franchir et de la température :

$$J_s = AT^2 \exp\left[-\frac{\phi_0 - \beta_s E_c^{1/2}}{kT}\right] \qquad \textit{Eq I.15}$$

où $A = \frac{4\pi qmk^2}{h^3} = 1,2*10^6 \, A/m^2K^2$ est la constante de Richardson-Dushman, T est la température absolue, m la masse de l'électron, k la constante de Bolzmann et h la constante de Planck.

On voit bien que cette grandeur augmente sensiblement avec la température de l'isolant. On peut identifier ce mécanisme en traçant la densité de courant en fonction de 1/T en coordonnées logarithmiques.

Si le champ électrique n'est pas constant dans l'échantillon (ce qui est souvent le cas en raison du piégeage des porteurs près de l'interface métal/isolant ou dans le volume du matériau), il est possible de prendre en compte les effets de la charge injectée en considérant pour le champ au contact une expression simple du type :

$$E_c = \gamma \frac{V}{d} \qquad \textit{Eq I.16}$$

où V est la différence de potentiel appliquée à l'échantillon, d l'épaisseur de l'échantillon et γ un coefficient qui permet de définir l'état électrique au contact (γ<1 si présence d'homocharge et γ>1 si présence d'hétérocharge) [TOU 74]. Dans ces conditions, l'expression du courant Schottky devient :

$$J_s = AT^2 \exp\left[-\frac{\phi_0 - \beta_s\left(\gamma \frac{V}{d}\right)^{1/2}}{kT}\right] \qquad \textit{Eq I.17}$$

La connaissance de ε_r et de la pente expérimentale de ln(J) en fonction de $(V/d)^{1/2}$ permet de trouver γ.

6.2.3.2. <u>Effet Fowler-Nordheim (Effet tunnel)</u>

L'effet Fowler-Nordheim (ou effet tunnel) [FOW 28, SIM 71] intervient de manière significative pour des champs électriques à l'interface supérieurs à 100 kV/mm. Dans ce mécanisme quantique, les porteurs passent à travers la barrière de potentiel métal/ diélectrique sans avoir une énergie supérieure à la hauteur de la barrière. La densité de courant est quasiment invariante en fonction de la température et dépend seulement du champ appliqué et de la largeur de la barrière de potentiel, d'où le nom de « loi d'émission froide ». Elle s'écrit :

$$J_{FN} = \frac{q^2 E_c^2}{8\pi h \phi_0} \exp\left[-\frac{8\pi\sqrt{2mq}\phi_0^{3/2}}{3hE_c} \right] \qquad \textit{Eq I.18}$$

On en conclut que si le courant mesuré est contrôlé majoritairement par ce mécanisme, la représentation graphique de $\ln(J/E^2)$ est proportionnelle à $1/E$.

Enfin, les électrons peuvent aussi passer d'un métal à un isolant avec une énergie supérieure au niveau de Fermi. On parle alors d'effet tunnel assisté thermiquement.

6.2.4. Transport de charges dans le volume

Les charges injectées selon les mécanismes décrits précédemment peuvent migrer dans le volume de l'isolant à travers la bande de conduction, via des processus de capture et d'excitation sur les niveaux d'énergie permis localisés de la bande interdite (pièges). Le « hopping » de piège en piège est également caractéristique des isolants et en particulier du polyéthylène, qui est le matériau type utilisé dans les isolations pour câbles haute tension à courant continu. Aux charges injectées s'ajoutent les porteurs intrinsèques du matériau (électrons, trous, ions). Nous allons introduire ces mécanismes de conduction, en particulier ceux qui sont les plus souvent rencontrés dans le polyéthylène.

6.2.4.1. Courants limités par charge d'espace

Dans le cas d'un isolant plan parfait (sans charges d'espace), une différence de potentiel appliquée à ses bornes conduit à un champ électrique uniforme dans le volume. Dès qu'un porteur est injecté à partir de l'une des électrodes ou qu'un déplacement de charges intrinsèques issues de dissociation détruit localement la neutralité électrique, le champ en un point donné du diélectrique n'est plus égal au champ appliqué. Dès lors, à travers le champ électrique, les phénomènes de transport dans l'isolant sont affectés par cette charge.

L'injection de charge à l'interface électrode/isolant provoque l'abaissement du champ électrique au contact. Un équilibre peut néanmoins être atteint entre le champ à l'interface et l'injection de charge qui a tendance à le réduire. Moyennant quelques approximations (dont les plus courantes consistent à supposer la mobilité des porteurs indépendante du champ électrique et à négliger le courant de diffusion devant le courant de conduction), il est en principe possible de trouver les expressions des « courants limités par charge d'espace » en régime transitoire et permanent [LAM 70, CAS 69].

En régime permanent (à l'équilibre), la densité maximale du courant correspondant à la saturation de la charge d'espace dans un diélectrique sans porteurs intrinsèques, sans pièges et à contacts « ohmiques » a été formalisée par Mott [MOT 40]:

$$J = \frac{9}{8}\varepsilon_0 \varepsilon_r \mu \frac{V^2}{d^3} \qquad \textit{Eq I.19}$$

où μ est la mobilité des porteurs et V la tension appliquée à l'échantillon d'épaisseur d.

Sous l'effet d'un champ faible, la transition entre le régime ohmique et le régime quadratique se produit pour une certaine valeur de la tension appliquée V_{tr}, qui peut être calculée en égalant le courant ohmique et le courant limité par charge d'espace :

$$V_{tr} = \frac{8}{9}\frac{qd^2 n_0}{\varepsilon_0 \varepsilon_r} \qquad \textit{Eq I.20}$$

A bas champ (injection négligeable), on peut observer la loi d'Ohm également lorsque le diélectrique contient des pièges ; c'est le cas le plus fréquent.

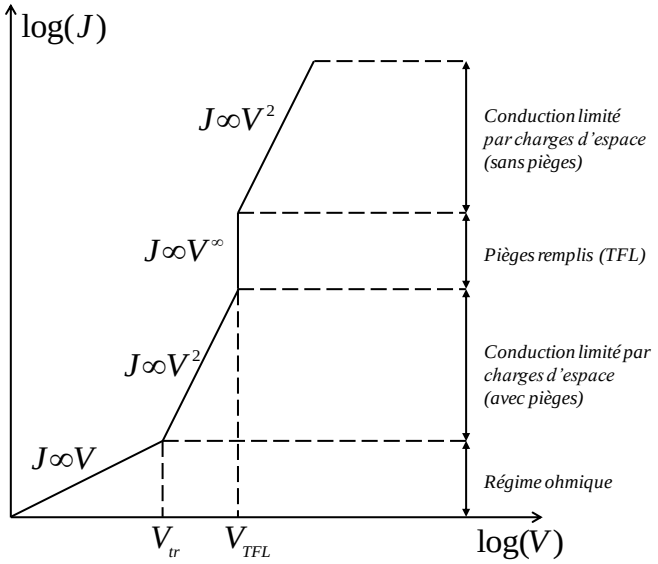


Figure I. 11 Caractéristique courant-tension théorique pour un mécanisme de conduction limitée par charge d'espace en régime permanent

A champ fort, on retrouve une loi quadratique analogue à celle d'un isolant sans piège. Le courant est réduit d'un facteur $\theta = n_c / n_0$ (n_c correspond la densité des porteurs injectés libres, n_0 correspond la densité des porteurs piégés) par rapport au cas du diélectrique parfait en raison de la fraction de porteurs injectés qui sont piégés à l'intérieur du matériau [COE 93] :

$$J = \varepsilon_0 \varepsilon_r \mu \theta \left(V^2 / d^3 \right) \qquad \textit{Eq I.21}$$

- Lorsque la tension appliquée sur la surface de l'échantillon V est inférieure à une tension de transition V_{tr} ($V < V_{tr}$), les pièges sont très efficaces. Le nombre de porteurs libres est très faible devant le nombre de porteurs piégés ($n_c << n_0$, $\theta << 1$). Le courant de conduction qui est proportionnel à V est ainsi faible (Figure I. 11) :

$$J = q n_0 \mu \left(V / d \right) \qquad \textit{Eq I.22}$$

- Pour $V > V_{tr}$, les porteurs sont injectés dont une partie est piégée. Mais, θ est toujours inférieur à 1. Cette situation se poursuit jusqu'à ce que les porteurs piégés remplissent tous les pièges ($n_c = n_0$). Le courant de conduction augmente alors très fort. Ce phénomène s'appelle la « Trap Filled Limit » ou TFL (Figure I. 11). La valeur de tension de TFL est calculé selon :

$$V_{TFL} = q n_0 d^2 / \left(2 \varepsilon_0 \varepsilon_r \right) \qquad \textit{Eq I.23}$$

- Pour $\theta > 1$ ou $V > V_{TFL}$, tous les pièges ont capté un porteur et ne sont donc plus disponibles pour de nouveaux piégeages. Le courant suit une loi de limitation par

charge d'espace sans pièges (proportionnel à V^2). On retrouve la relation de Mott (Figure I. 11).

6.2.4.2. Effet Poole-Frenkel

L'effet Poole-Frenkel est très similaire à l'effet Schottky car il s'agit aussi de la diminution d'une barrière de potentiel suite à l'application d'un champ électrique. Le champ électrique effectue sur les pièges une action similaire à l'effet Schottky : il abaisse la barrière de potentiel qu'un porteur piégé doit franchir pour se retrouver dans la bande de conduction ou dans un autre piège.

Si E_{T0} est la profondeur du piège (Figure I. 12), l'abaissement $\Delta\phi$ de cette profondeur par le champ électrique E vaut :

$$\Delta\phi = \left(\frac{qE}{\pi\varepsilon_0\varepsilon_r}\right)^{1/2} = \beta_{PF}E^{1/2},\ \ avec\ \beta_{PF} = \frac{q^{3/2}}{\left(\pi\varepsilon_0\varepsilon_r\right)^{1/2}} \qquad \textit{Eq I.24}$$

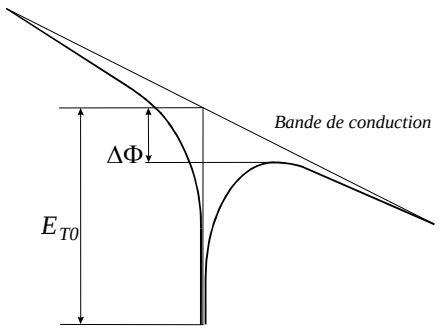


Figure I. 12 Effet Poole-Frenkel

où β_{PF} correspond le constante de Poole-Frenkel qui est deux fois plus grande que la constante de Schottky, $\beta_{PF} = 2\beta_s$. La pente est donc double en ln(J) en fonction de $(V/d)^{1/2}$. L'effet Poole (interaction de deux sites) donne une loi en V/d. Sont sensibles aux effets Poole seulement les pièges neutres lorsqu'ils sont occupés.

L'effet Poole-Frenkel augmente la probabilité de libération d'un porteur piégé de la valeur :

$$\Delta p = \exp\left[\frac{\Delta\phi}{kT}\right] = \exp\left[\frac{\beta_{PF}E^{1/2}}{kT}\right] \qquad \textit{Eq I.25}$$

Le densité de courant J sera alors augmentée de Δp suite à l'effet Poole-Frenkel [MUR 70]:

$$J_{PF} = J\exp\left[\frac{\beta_{PF}E^{1/2}}{kT}\right] \qquad \textit{Eq I.26}$$

Par exemple, dans le cas particulier d'un diélectrique contenant un seul type de pièges de profondeur E_{T0}, en supposant que la vitesse des porteurs de densité n est proportionnelle au champ et que leur mobilité μ dépend uniquement de la température, on peut écrire :

$$J = \sigma E = n\mu qE = n\mu_0 qE\exp\left[-\frac{E_{T0}}{kT}\right] \qquad \textit{Eq I.27}$$

On obtient alors pour le courant Poole-Frenkel l'expression :

$$J_{PF} = n\mu_0 qE \exp\left[-\frac{E_{T0} - \beta_{PF} E^{1/2}}{kT}\right] \qquad \textit{Eq I.28}$$

En pratique, lorsqu'on trace ln(J) en fonction de $(V/d)^{1/2}$, on peut obtenir des droites dont les pentes β_{PF} ne correspondent pas aux valeurs de la permittivité déterminées expérimentalement. Il convient alors de tenir compte de la non-uniformité du champ dans l'échantillon (effet de l'accumulation de charges d'espace dans les pièges). En considérant que la charge d'espace existante dans le matériau modifie le champ qui agit sur les pièges d'un facteur γ [TOU 74], on peut alors écrire, pour le cas général :

$$J_{PF} = J \exp\left[\frac{\beta_{PF} (\gamma E)^{1/2}}{kT}\right] \qquad \textit{Eq I.29}$$

ce qui donne :

$$J_{PF} = n\mu_0 qE \exp\left[-\frac{E_{T0} - \beta_{PF} (\gamma E)^{1/2}}{kT}\right] \qquad \textit{Eq I.30}$$

6.2.4.3. Conduction par sauts (« hopping »)

La conduction électronique peut aussi s'effectuer sans passage par la bande de conduction, mais entre états localisés dans la bande interdite, au voisinage du niveau de Fermi. L'expression du courant établie par Hill [HIL 71] pour le cas de porteurs transitant entre des pièges distants de λ (quelques Angströms à quelques nanomètres dans les polymères) et entre lesquels la différence d'énergie vaut $\Delta\phi$ s'écrit :

$$J_H = 2qN^* \lambda (kT)^2 \nu_0 \exp\left[-\frac{\Delta\phi}{kT}\right] \sinh\left[\frac{q\lambda E}{2kT}\right] \qquad \textit{Eq I.31}$$

Où N^* est homogène à une densité de porteurs et ν_0 la fréquence de dépiégeage thermique (10^{13} Hz). Au-dessus de 10 kV/mm, on peut écrire :

$$J_H = J_0 \sinh\left[\frac{q\lambda E}{2kT}\right] \qquad \textit{Eq I.32}$$

6.2.4.4. Transport ionique

Si l'on considère les ions d'impuretés ou issus de l'électro-dissociation comme des charges ponctuelles, la plupart des mécanismes de conduction que nous avons décrits pour les électrons et les trous (Poole-Frenkel, hopping…) sont applicables à la conduction ionique. Il y a cependant des différences notables, en raison des dimensions beaucoup plus élevées d'un ion par rapport à un électron.

Le volume propre important des ions ne leur permet de se déplacer que si l'arrangement des molécules et des fragments de chaînes du voisinage prend une configuration favorable. Cette notion est liée, dans le cas des polymères, à la notion de volume libre. Des modèles basés sur le volume libre ont été établis dans les années 70 et ont permis d'interpréter la conduction ionique dans plusieurs polymères amorphes [SEG 78]. On peut, en principe, déterminer le type de conductivité (électronique ou ionique) en augmentant la pression hydrostatique, qui rapproche les atomes du polymère, en amplifiant la conduction électronique et en diminuant

la conduction ionique. Dans des polymères tels que le polyéthylène, la conduction ionique est en général inférieure à la conduction électronique.

6.3. Charges d'espace et objectifs de la thèse

6.3.1. Définition et origines des charges d'espace

Comme il a été montré ci-avant, sous l'effet de forts champs électriques et de la température des porteurs de charge peuvent pénétrer dans un isolant à travers les électrodes et/ou se déplacer à travers les pièges existants dans le matériau. Selon la dynamique d'injection, les profondeurs et la répartition des différents pièges (qui déterminent la mobilité des porteurs), des accumulations de charge peuvent se créer à l'intérieur du diélectrique. Ces zones de charges d'espace évoluent dans le temps en fonction de la position des pièges et des taux de piégeage et de dépiégeage des porteurs. Les zones de charge d'espace apparaissant au voisinage des électrodes du même signe sont appelées *« zones d'homocharges »*, celles placées près des électrodes de signes opposées *« zones d'hétérocharges »*.

La répartition des charges d'espace à un moment donné résulte du bilan entre injection et conduction de charges extrinsèques, auxquelles s'ajoutent les charges intrinsèques. La plupart des ions issus de l'ionisation des impuretés se recombinent après une durée courte, mais les ions non recombinés peuvent se déplacer en direction de l'anode ou de la cathode où ils s'accumulent, car ils ne peuvent pas traverser l'interface électrode/isolant. S'ils ne sont pas neutralisés par des charges injectées, ils font apparaître des régions d'hétérocharges. En même temps, les ions immobiles constituent une charge d'espace stable et dispersée dans le volume.

Notons enfin qu'un état de polarisation non homogène en volume (« gradient de polarisation ») produit des effets similaires à une zone de charges d'espace formée par des porteurs libres piégés. Ceci est particulièrement caractéristique aux diélectriques polaires (polarisation dipolaire non homogène dans l'épaisseur) ou hétérogènes (accumulation de charges aux interfaces).

En effet, selon l'équation de Poisson, on a :

$$\frac{\partial D(x)}{\partial x} = \rho(x) = \rho_C(x) + \rho_P(x) \qquad \textit{Eq I.33}$$

où $\rho(x)$ est la densité de charge totale, $\rho_c(x)$ est la densité volumique des charges non liées et $\rho_p(x) = -\partial P(x) / \partial x$ est la densité des charges liées (de polarisation). Dans le cas d'un matériau polaire uniformément polarisé, $\rho_p(x) = 0$, sauf dans une couche très mince près des électrodes ; pour le reste, $\rho(x) = \rho_c(x)$.

Nous appellerons ainsi charge d'espace l'ensemble des charges réelles (positives ou négatives) contenues dans un espace isolant, ce qui inclut les charges de surface et de volume. Pour ces dernières, la Figure I. 13 illustre leurs origines possibles, intrinsèques (gradient de polarisation, ions générés par électro-dissociation, impuretés) ou extrinsèques (électrons et trous injectés à travers les électrodes). Ces charges influent sur le comportement diélectrique des isolants, car leur propre champ modifie localement la contrainte électrique, en agissant à son tour sur les phénomènes de polarisation, d'injection, de piégeage et de dépiégeage.

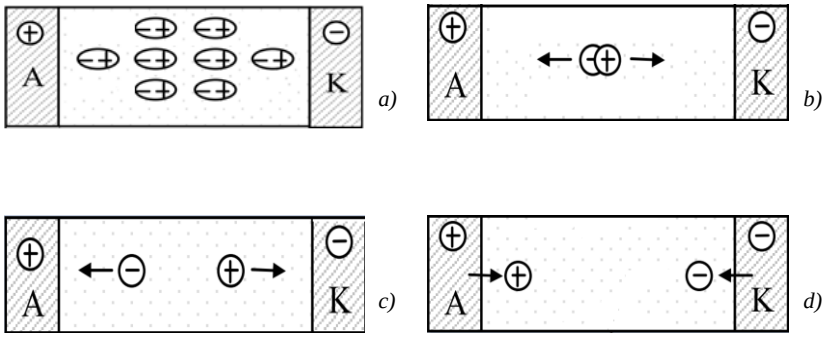


Figure I. 13 Différents types de charges d'espace selon leur origine : a) Gradient de polarisation, b) Ions issus de l'électro-dissociation, c) Ions intrinsèques (impuretés), d) Electrons et trous injectés à partir des électrodes

6.3.2. Effet des charges d'espace sur le comportement des isolants

L'effet majeur des charges d'espace est la modification de la distribution du champ électrique à travers l'isolant. Ceci est illustré dans les figures suivantes, représentant deux cas d'école : l'homocharge et l'hétérocharge.

Considérons, dans un premier temps, le cas d'une couche diélectrique plane parfaite, d'épaisseur *d*, placée entre deux électrodes métalliques, et qui ne contient aucune charge d'espace (Figure I. 14.a). Une tension V_0 est appliquée aux électrodes. Dans ce cas, le champ est uniforme dans tout le volume du matériau : $E_0 = V_0 / d$.

La Figure I. 14.b concerne le cas de la même couche diélectrique, cette fois-ci en court-circuit et contenant deux zones de charge d'espace adjacentes aux électrodes, de même épaisseur, de signes opposés et possédant des densités de charges ρ_0 égales. Le champ résultant de la présence des charges d'espace, en l'absence de potentiel appliqué, est alors donné en intégrant l'équation de Poisson : $E(x) = \int_0^d \rho(x)dx/\varepsilon$. On a noté dans la figure par E_v la valeur du champ en volume et par E_i sa valeur à l'interface électrode/isolant.

Si on applique maintenant une tension en imposant que l'anode soit adjacente aux charges d'espace négatives (Figure I. 14.c), la présence de charges de signes opposées aux électrodes conduit à une augmentation du champ interfacial et à une diminution du champ en volume (effet des héterocharges). L'application d'une tension de polarité opposée à la précédente, où le signe des électrodes est le même que celui des charges adjacentes (cas des homocharges, Figure I. 14.d), a pour effet d'abaisser le champ aux interfaces électrode/isolant et de le renforcer en volume.

Dans le polyéthylène, qui est le matériau de base pour les câbles HTCC, l'homocharge est considérée comme composée de porteurs piégés dans le matériau et/ou mobiles injectés à partir d'électrodes (phénomène généralement significatif sous champ électrique élevé) [SUH 94], alors que la formation d'hétérocharge est souvent attribuée à l'ionisation et à la migration d'impuretés organiques et inorganiques, ou de charges injectées à l'électrode opposée, sous l'effet du champ électrique [LI 91, SUH 94].

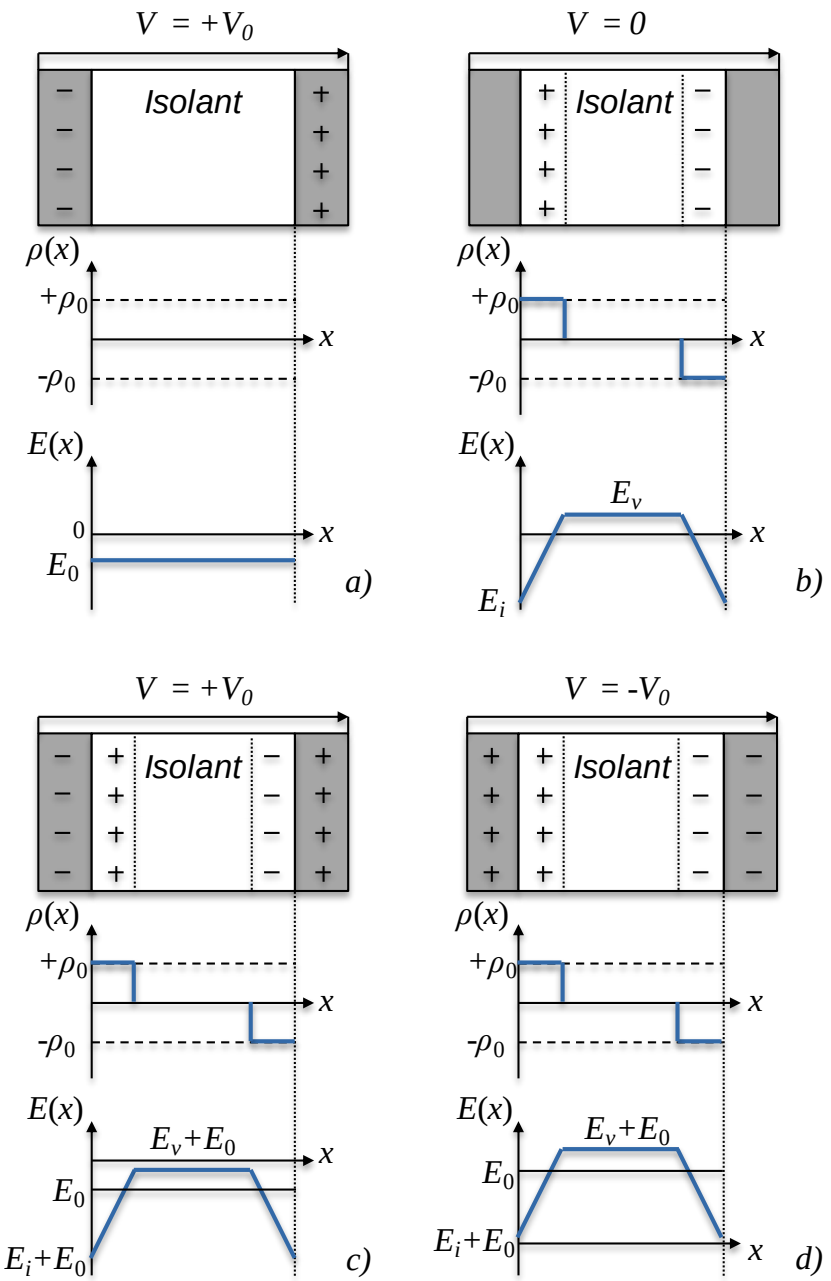


Figure I. 14 a) Isolant sans charges d'espace sous tension, b) Isolant contenant des charges d'espace en court-circuit, c) Isolant avec héterocharges sous tension continue, d) Isolant avec homocharges sous tension continue

Des tels renforcements locaux de champ, dus à de fortes accumulations de charges d'espace, peuvent provoquer la rupture diélectrique de l'isolant. Même sans aller jusqu'au claquage immédiat, l'établissement de zones de charges d'espace peut réduire sensiblement la durée de vie du matériau, en le sursollicitant localement au-delà des contraintes prévues à la conception.

Pour illustrer les effets que peut avoir sur le long terme une accumulation stable de charges d'espace, prenons l'exemple d'une isolation que l'on souhaite voir supporter 50 kV.mm^{-1} pendant 40 ans, et dans laquelle la charge piégée provoque une augmentation localisée du

champ de 10 kV.mm^{-1}. Aux endroits où la charge s'accumule, le champ maximum sera donc de 60 kV.mm^{-1} au lieu de 50. Si l'on considère que la durée de vie du matériau t_{BD} dépend de la contrainte appliquée selon une loi de puissance inverse, tel que sous contrainte alternative ($t_{BD} \sim E^{-n}$), avec $n = 15$ (valeur usuelle en AC) on obtient une durée de vie de 2,6 ans en présence du champ de 60 kV.mm^{-1} au lieu des 40 ans souhaités. Même si l'effet réel est probablement plus réduit (la CIGRE TB 496 [CIGTB] préconise $n = 10$, sans qu'il y ait pour l'instant de consensus à ce sujet), il ressort clairement que l'accumulation de charges d'espace doit être maîtrisée et le champ réel dans l'isolation connu.

6.3.3. Conséquences des charges d'espace sur la conception des câbles et accessoires HTCC et objectifs de la thèse

Afin d'accroitre les capacités de production de câbles HTCC en développant une alternative aux câbles isolés au papier imprégné, un effort significatif est aujourd'hui réalisé pour le développement de nouveaux câbles à isolation synthétique et d'accessoires associés (jonctions et extrémités). Pour ces composants, la problématique de la fiabilité est principalement liée à l'établissement, sous l'effet des fortes valeurs de champ électrique et des gradients de température, de zones de charges d'espace.

Dans les câbles à courant alternatif, du fait de l'inversion de la contrainte électrique plusieurs dizaines de fois par seconde, l'accumulation de charges d'espace dans l'isolant est relativement réduite, car la plupart des charges injectées aux électrodes pendant une demi-alternance sont éjectées pendant la demi-alternance suivante ; de la même manière, le transport de charges dans l'isolant est réduit. En revanche, dans le cas des câbles et accessoires HTCC, du fait de l'unipolarité de la contrainte électrique, les mécanismes évoqués antérieurement dans ce chapitre favorisent l'injection, la dissociation et l'accumulation de charges d'espace, avec les effets non désirables présentés. A cela s'ajoute la contribution du gradient de température qui apparaît inévitablement dans l'isolation lors du fonctionnement normal d'un câble.

En effet, en raison de l'effet Joule provoqué par le courant circulant dans l'âme du câble pendant le service, la température des régions de l'isolation proches du conducteur est plus élevée que celle des zones proches de la gaine externe, qui se refroidissent plus facilement au contact du milieu extérieur. Ce gradient thermique peut atteindre une vingtaine de degrés dans le cas des fortes épaisseurs nécessaires aux isolations très haute tension. Le phénomène existe aussi bien dans les câbles HTCA que dans les câbles HTCC ; cependant, il n'affecte pas la répartition – laplacienne - du champ électrique dans les câbles à courant alternatif, car cette dernière est gouvernée par la permittivité de l'isolant, qui varie peu avec la température (répartition capacitive). En revanche, dans le cas des composants HTCC, la répartition du champ est gouvernée par la résistivité ; or, cette grandeur varie avec la température et avec le champ de façon exponentielle. Même en l'absence d'injection de charge, l'existence de ce gradient de résistivité conduit à une inversion de la répartition du champ dans l'isolation par rapport au cas capacitif (ex. Figure I. 15). Si des injections et des accumulations importantes de charges d'espace ont également lieu, les répartitions du champ peuvent devenir très distordues et conduire à un vieillissement prématuré, voir au claquage de l'isolation.

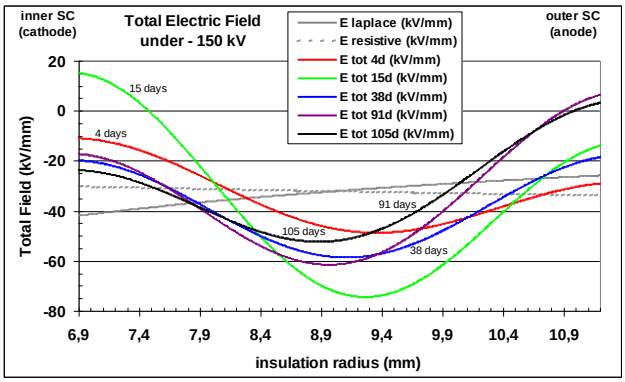


Figure I. 15 . Répartitions du champ électrique dans l'isolation d'un câble haute tension durant un conditionnement longue-durée sous contrainte électrique continue et gradient thermique. Les répartitions capacitive et résistive sont incluses pour comparaison. [CAS 09]

Il est donc indispensable que la connaissance des matériaux et les procédés mis en œuvre à la fabrication de l'isolation permettent de maitriser l'accumulation des charges d'espace. Dans ce but, la compréhension des phénomènes d'accumulation de charge d'espace et de leur influence sur la distribution du champ électrique dans les isolants pour câbles HTCC et les jonctions de câble est un enjeu crucial lors de leur conception.

Parmi les répartitions de charge illustrées à la section précédente, celle due à l'apparition d'héterocharges est considérée comme plus contraignante, car résultant en général d'accumulations sur des épaisseurs faibles, conduisant de ce fait à des champs à l'interface plus élevés. Dans la réalité, les distributions sont souvent plus compliquées que les cas d'école représentés ici. Elles résultent du bilan de l'injection, du piégeage et du dépiégeage de plusieurs types de porteurs, faisant intervenir des concentrations, des mobilités et des distributions de pièges très difficiles à connaître. En raison de ce grand nombre de paramètres difficiles à estimer et de la non homogénéité du matériau à l'échelle microscopique, il est généralement impossible de prédire quelle sera, à un instant donné, la répartition du champ interne, les calculs par simulation ne permettant pas (du moins, pour l'instant) de reproduire de manière satisfaisante les résultats expérimentaux. La meilleure (et, le plus souvent, la seule) manière d'approcher ces accumulations de charges est la mesure directe.

La mise en place d'isolants et de systèmes d'isolation optimisés, pouvant supporter de forts champs électriques, est la voie qui permettra d'augmenter l'efficacité des câbles HTCC et de diminuer leur coût, afin de répondre à la demande croissante des exploitants de réseaux électriques. Les contraintes électriques visées aujourd'hui par les industriels sont de l'ordre de plusieurs dizaines de kV/mm à des températures allant jusqu'à 90°C. A ces niveaux de contraintes, les effets d'injection, conduction et accumulation de charges deviennent très significatifs et les enjeux liés à leur connaissance et à leur maîtrise particulièrement forts. Ceci nécessite des techniques de mesure de charges d'espace de plus en plus performantes en termes de sensibilité, de résolution spatiale et d'applicabilité à des structures, épaisseurs et géométries particulières.

Compte tenu du fait que les contraintes les plus élevées apparaissent en général au voisinage des interfaces, *l'objectif de ce travail est de développer une technique de caractérisation adaptée aux structures de type couple isolant/semiconducteur dont la sensibilité et la résolution soient les plus élevées possibles, afin de permettre la mesure et l'observation des charges d'espace au niveau des interfaces isolant/semiconducteur avec la plus grande précision.*

Pour atteindre ce but, un cahier de charges a été défini, dont les principales spécifications sont les suivantes :

- la technique doit être non destructive (pas de modification de l'état électrique de l'échantillon pendant la mesure) et à résolution spatiale, afin de pouvoir suivre dans le temps l'évolution de la charge d'espace et du champ électrique interne ;
- la méthode doit pouvoir s'appliquer à des structures semiconducteur/isolant pour câbles HVDC, en prenant en compte la nature des matériaux, les dimensions et les épaisseurs minimales réalisables technologiquement par le partenaire industriel et leurs caractéristiques physiques, afin de s'approcher au plus des caractéristiques et des comportements pouvant être rencontrés dans des câbles grandeur nature ;
- la résolution près de l'interface isolant/semiconducteur doit s'approcher au plus de la granularité de l'interface, à savoir le micromètre ;
- sa sensibilité doit être le plus élevée possible.

Plusieurs techniques avec des caractéristiques complémentaires, basées sur différents principes et applicables à divers matériaux et épaisseurs, ont été développées ces dernières années pour mesurer les charges d'espace. La section suivante est consacrée à la description et à l'analyse de ces techniques.

7. Techniques de mesure de charges d'espace

Les techniques développées pour la localisation et la mesure de charges d'espace sont souvent classées en deux familles : les méthodes dites « destructives » et les méthodes dites « non destructives ». Les techniques destructives sont appelées ainsi puisqu'elles « détruisent » l'état de charge de l'échantillon, en faisant évacuer toute ou partie des charges stockées. Ces techniques permettent d'identifier la nature des phénomènes liés à l'état de polarisation du matériau et les énergies d'activation associées, ainsi que de quantifier une partie plus ou moins importante de la charge. Elles ont cependant l'inconvénient de ne pas donner d'information sur la répartition spatiale des charges. D'autre part, comme l'état électrique interne est modifié pendant la mesure, il est impossible de suivre l'évolution du matériau dans le temps.

Le principe de la plupart des méthodes non destructives est de faire varier les charges d'influence se trouvant aux électrodes placées sur chaque côté de l'échantillon, à l'aide d'une excitation (« stimulus » électrique, thermique ou mécanique) non homogène en temps et en espace. On obtient dans le circuit extérieur un signal transitoire (courant si les électrodes sont en court-circuit, tension si les électrodes sont en circuit ouvert). A partir de ce signal, on peut

déterminer la répartition et l'évolution de la charge et du champ électrique avec des traitements mathématiques.

Les méthodes non destructives ne modifient pas l'état électrique interne, en permettant le suivi du matériau dans le temps, ce qui est un grand avantage par rapport aux techniques destructives. Cependant, elles ne permettent pas de discerner directement la nature des charges piégées (d'où l'intérêt, lorsque c'est possible, de les coupler avec des techniques destructives afin d'avoir une caractérisation complète du matériau). Les méthodes les plus utilisées aujourd'hui s'appuient sur l'utilisation d'ondes de pression (ondes acoustiques) ou sur la diffusion de la chaleur (stimuli thermiques).

Une autre classification de ces techniques peut être faite selon la possibilité ou pas d'obtenir la répartition du champ électrique dans l'échantillon. On parle alors de techniques « sans résolution spatiale » ou de techniques « à résolution spatiale ». C'est de cette manière que nous les présentons dans les sections suivantes.

7.1. Techniques sans résolution spatiale

Les techniques de mesure sans résolution spatiale permettent d'accéder à des informations relatives aux charges d'espace dans les diélectriques sans la détermination de la distribution spatiale des charges. Parmi les plus employées, on trouve :

- La méthode des courants thermostimulés ;
- La méthode « miroir » ;
- La méthode du déclin du potentiel de surface ;
- La spectroscopie diélectrique.

7.1.1. Méthode des courants thermostimulés

La méthode des courants thermostimulés (CTS) [BUC 64, CRE 70, VAN 75, VAN 79] consiste à chauffer un échantillon court-circuité en lui appliquant une rampe de température et à mesurer en même temps le courant de thermostimulation apparaissant dans le circuit extérieur par libération des charges et/ou désorientation des dipôles (Figure I. 16).

Dans la phase de conditionnement, l'échantillon est soumis une tension V_C sous une température T_C. Les dipôles se forment ou s'orientent dans le diélectrique dans la direction du champ électrique appliqué et des phénomènes d'injection, conduction et piégeage se développent, selon les valeurs du champ et de la température de conditionnement. Après la durée de conditionnement souhaitée, on refroidit l'échantillon jusqu'à T_1, toujours sous tension afin de « figer » les charges. Pour la suite, l'échantillon est en court-circuit. Après une durée de stabilisation à température constante, une augmentation linéaire de la température du diélectrique (considérée comme constante dans tout l'échantillon) de quelques degrés/minute permet la relaxation de la charge stockée dans l'échantillon, qui a pour effet l'apparition d'un courant dans le circuit extérieur. Ce courant donne lieu à un spectre composé d'un ou plusieurs pics, correspondant aux différents phénomènes de décharge ou de dépolarisation. En

général, les premiers pics correspondent à des relaxations dipolaires, ceux apparaissant à des températures plus hautes correspondant à des dépiégeages de charges d'espace.

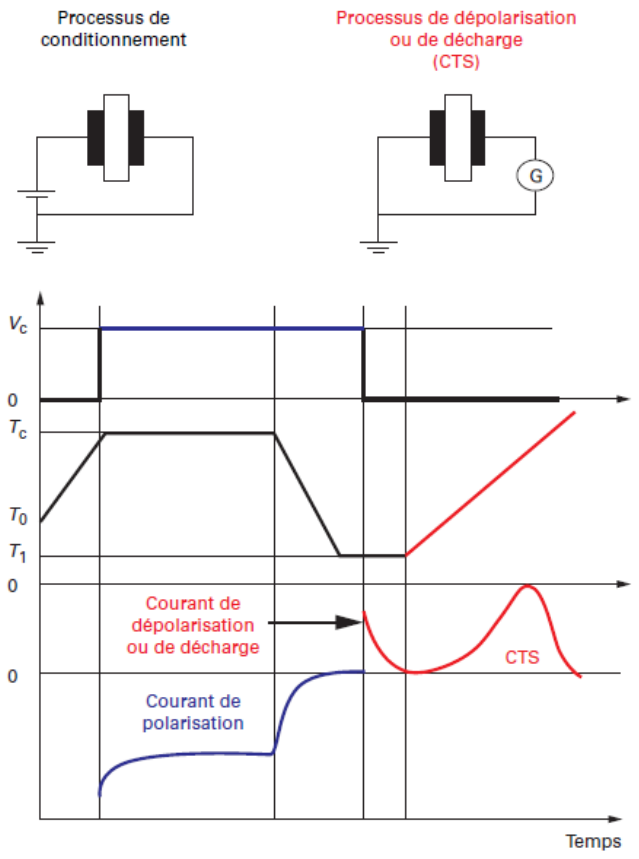


Figure I. 16 Principe de la méthode des courants thermostimulés [TOU 09]

Les courants thermostimulés permettent, surtout dans le cas des mécanismes dipolaires, d'obtenir les temps de relaxation, la charge équivalente totale et les énergies d'activation. Ils ne permettent pas de déterminer les positions des charges à l'intérieur du diélectrique.

7.1.2. Méthode miroir

La méthode miroir (Figure I. 17) [LEG 95, VAL 95] permet d'analyser la quantité maximale de charges susceptibles d'être stockées dans un diélectrique, ainsi que leur dynamique d'évacuation (dépiégeage) suite à l'application de différents contraintes (thermique, électrique, mécanique,…). Son principe de fonctionnement est d'implanter des charges électriques dans le diélectrique en utilisant un faisceau électronique de forte énergie (accéléré sous des tensions de 5 à 40 kV) dans un premier temps. Ces charges donnent naissance à un champ électrique dans le diélectrique et dans son environnement. Dans la phase d'observation, en utilisant un faisceau électronique de faible énergie (tensions d'accélération de 200 à 5000 kV), la trajectoire est dérivée par l'existence des équipotentielles dues à la présence des charges implantés. Après des analyses sur ces dérivations de faisceau, la densité des charges d'espace peut être calculée.

On peut parler de « technique destructive » car la phase d'implantation des charges modifie l'état du matériau ; néanmoins, ce n'est pas vraiment une méthode destructive, mais plutôt intrusive. Cette technique est intéressante pour étudier les propriétés de piégeage des isolants.

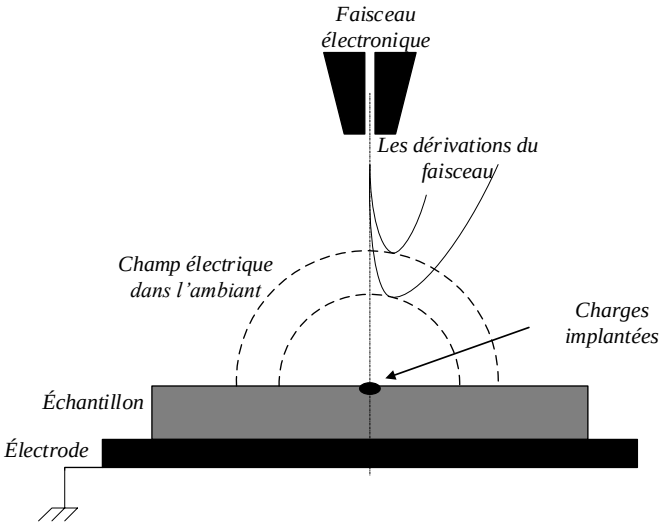


Figure I. 17 Principe de la méthode miroir

7.1.3. Méthode du déclin du potentiel de surface (DPS)

Apparu dans les années 1970, le principe de cette technique est de suivre l'évolution du potentiel de surface d'un échantillon préalablement chargé (par décharge couronne, par faisceau d'électrons ou par contact) [BAL 12, MOL 00]. La mesure du potentiel, effectuée par une sonde électrostatique, permet de fournir des informations sur le mode d'écoulement (surfacique et/ou volumique) des charges déposées et sur la mobilité de ces charges**.** La quantification des charges d'espace dans le diélectrique est rendue possible à l'aide de modèles physiques et des traitements mathématiques plus ou moins complexes.

7.1.4. Spectroscopie diélectrique

La spectroscopie diélectrique permet de déterminer la permittivité et le facteur de pertes d'un diélectrique en fonction de la fréquence, de la température et, dans certains cas, de la tension appliquée. Le principe de cette technique est présenté ci-après.

Une tension sinusoïdale de fréquence f est appliquée aux électrodes de l'échantillon, et le courant absorbé par ce dernier est mesuré en phase et en amplitude. La valeur du déphasage φ, inférieure à π / 2 en raison de la dissipation d'énergie par les mouvements des dipôles et des charges libres qui essaient de suivre les oscillations du champ sinusoïdal, est déterminée. Comme le matériau peut être modélisé par un circuit RC parallèle (avec $R = d/(S*\sigma)$ et $C = \varepsilon_0\varepsilon_r'*S/d$ avec S la surface et d l'épaisseur de l'échantillon), en déterminant l'impédance complexe, on peut calculer les valeurs de la conductivité σ et de la permittivité relative ε_r'. Le facteur de pertes est déterminé par :

$$\tan(\delta) = \tan(\pi/2 - |\varphi|) = \varepsilon_r''/\varepsilon_r' \qquad \textit{Eq I.34}$$

En variant la fréquence de la tension appliquée de quelques mHz jusqu'à quelques MHz, on détermine la variation de ε_r', de ε_r'' et de tan(δ) en fonction de la fréquence. Bien que ne donnant pas d'informations sur la quantité ou sur la distribution des charges d'espace dans l'échantillon, l'analyse du spectre diélectrique et de son évolution dans le temps permettent d'identifier les différents mécanismes de polarisation et de mouvement de charges dans le matériau.

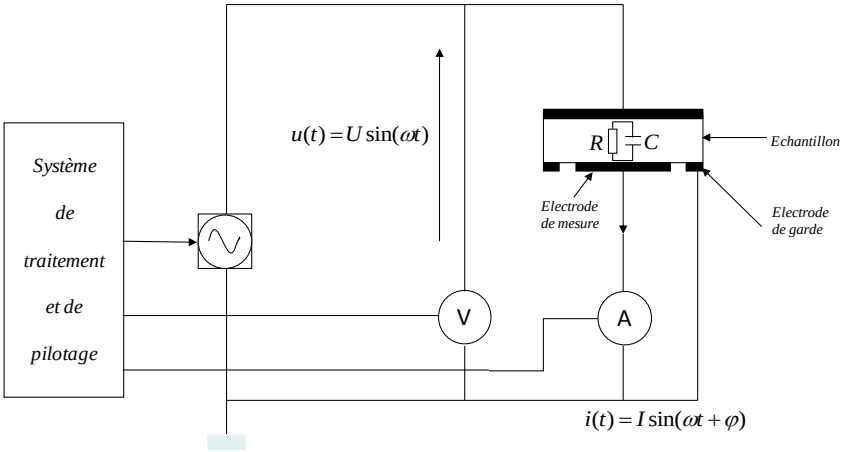


Figure I. 18 Principe de la spectroscopie diélectrique

7.2. Techniques à résolution spatiale (méthodes « à stimulus »)

Les techniques à résolution spatiale correspondent à des techniques non-destructives permettant d'accéder à la répartition des charges à l'intérieur des matériaux isolants. Ces méthodes utilisent des stimuli d'origine acoustique, thermique ou électrique.

7.2.1. Méthodes acoustiques

Ces méthodes reposent sur la propagation d'ondes élastiques. On peut citer parmi les plus répandues la méthode de l'onde de pression et la méthode de l'impulsion électroacoustique (PEA). Dans le premier cas, on utilise les ondes acoustiques pour faire bouger légèrement les charges ; dans le second cas, elles servent comme vecteur permettant de transmettre l'information sur la position des charges.

7.2.1.1. Méthode de l'onde de pression

La méthode de l'onde de pression (*Presure Wave Propogation*) [ALQ 81, SES 81] réside en la compression du matériau par une onde transitoire de pression à front raide (Figure I. 19). La propagation de l'onde de pression provoque un léger déplacement des charges d'espace, induisant une redistribution des charges d'influence aux électrodes, ce qui donne naissance dans le circuit extérieur à un courant (si l'échantillon est en court-circuit) ou à une variation de tension (si l'échantillon est en circuit ouvert). Avec une impulsion de pression, le signal est l'image de la distribution des charges ; le temps et la position sont reliés à travers la vitesse du son.

Pour générer le stimulus, on peut utiliser différents moyens (tube à onde de choc, transformateur à huile et condensateur chargé à travers une résistance, impulsion laser, couche piézoélectrique…), d'où plusieurs variantes de cette technique. Par exemple :

- La méthode LIPP (*Laser Induced Presure wave Propagation*), la plus développée, consiste à générer une onde acoustique à l'aide d'une impulsion laser d'une durée inférieure à la dizaine de nanosecondes appliquée à l'échantillon.
- La méthode PIPWP (*Piezoelectrically Induced Pressure Wave Propagation*) emploie une onde acoustique générée par un transducteur piézoélectrique.

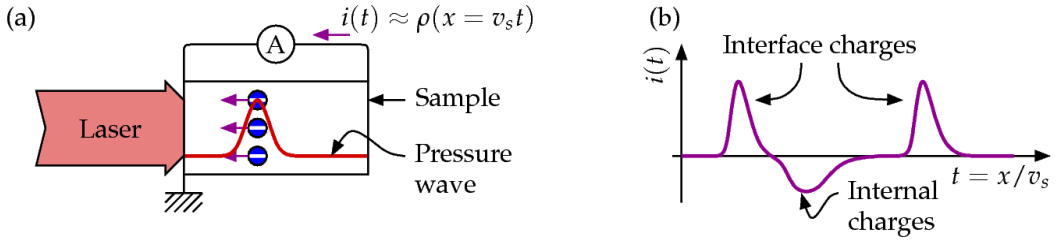


Figure I. 19 Principe de la méthode de l'onde de pression [NOT 12] *:*
(a) Mise en œuvre expérimentale typique (b) Signal typique

Dans tous les cas, le courant induit dans le circuit de mesure suite à la traversée de l'échantillon par l'onde de pression a pour expression :

$$I(t) = \lambda C G(\varepsilon) \int_0^d E(x) \frac{\partial P(x,t)}{\partial t} dx \qquad \textit{Eq I.35}$$

avec d épaisseur de l'échantillon, λ facteur de compression, C capacité de l'échantillon avant compression, $G(\varepsilon)$ coefficient lié à la variation de la permittivité du matériau avec la pression, $E(x)$ répartition du champ électrique à travers l'échantillon et $P(x,t)$ pression en fonction du temps et de la position dans l'échantillon. La connaissance du courant, de la répartition de la pression et des paramètres du matériau permet de remonter au champ électrique par déconvolution.

La méthode de l'onde de pression est particulièrement adaptée aux milieux sans discontinuité, car l'onde de pression se réfléchit aux interfaces, ce qui peut poser des problèmes d'interprétation des signaux obtenus. Les signaux sont très rapides, à cause de la grande vitesse du son dans les polymères (~2000 m/s) et on a besoin d'un appareillage complexe. La résolution spatiale de ces techniques peut descendre à 10 µm avec une sensibilité de l'ordre de 10 mC/m^3.

7.2.1.2. Méthode de l'impulsion électro-acoustique (PEA)

La méthode électroacoustique (*Pulsed ElectroAcoustic Method* – PEA, Figure I. 20) [MAE 88] consiste à placer un transducteur piézo-électrique sur une face de l'échantillon, et à exciter l'éprouvette par une pulsation haute tension (correspondant à un champ de l'ordre du kV/mm) pendant une durée de l'ordre de 10 ns. La force coulombienne produite par les charges sous l'effet du « pulse » engendre une onde de pression d'amplitude proportionnelle à la quantité de charges, recueillie après un temps t_A comme un signal de courant ou de tension à travers le capteur piézoélectrique. Après un traitement numérique de ce signal, la distribution

quantitative de la charge d'espace en fonction de leur position dans l'échantillon peut être déterminée.

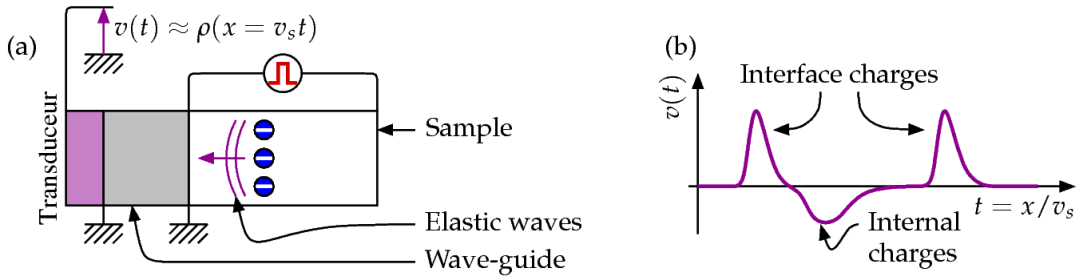


Figure I. 20 Principe de la méthode électroacoustique (PEA) [NOT12] *:*
(a) Mise en œuvre expérimentale typique (b) Signal typique

Cette méthode présente l'avantage de pouvoir réaliser des mesures en présence d'une tension extérieure (DC ou AC). Elle est donc adaptée à l'étude de l'injection et du transport de charges dans les isolants des câbles HTCC. En plus, les électrodes et le circuit de mesure sont séparés électriquement, ce qui permet de protéger les appareils pendant des mesures sous champs électriques élevés. Plusieurs variantes de PEA sont aujourd'hui disponibles [MOL 01]. La résolution spatiale dans le volume des échantillons dépend principalement de l'épaisseur du capteur piézoélectrique. Les configurations classiques de la méthode PEA offrent, en général, des résolutions constantes dans le volume de l'ordre de 10 µm [MAR 10].

7.2.2. Méthodes thermiques

Les méthodes thermiques (Figure I. 21.a) utilisent comme stimulus une variation de température sur l'une des électrodes de l'objet d'essai. La diffusion de la chaleur dans l'échantillon induit ensuite une dilatation non homogène du matériau, se traduisant par un léger déplacement des charges piégées et par une variation inhomogène de la permittivité.

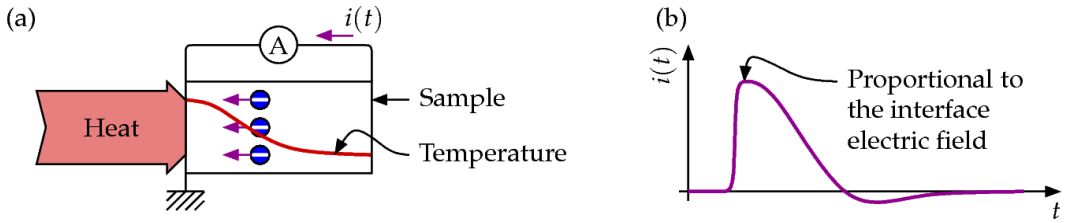


Figure I. 21 Principe des méthodes thermiques [NOT12] *:*
(a) Mise en œuvre expérimentale typique, (b) Signal typique

Comme l'équilibre électrostatique est changé, une redistribution des charges d'influence aux électrodes se produit. Si l'échantillon est en court-circuit, il apparaît alors dans le circuit extérieur un courant de la forme [TOU 09]:

$$I(t) = \pm \frac{S}{d} \int_0^d E(x)\alpha(x,t) \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} dx \qquad \textit{Eq I.36}$$

avec $\alpha(x,t)$ fonction modélisant les lois de variation de l'épaisseur et de la permittivité du matériau avec la température et $\Delta T(x,t)$ variation de la température avec le temps à une profondeur donnée dans le matériau. La connaissance du courant, de la répartition de la

température et des paramètres thermiques du matériau permet de remonter à la distribution du champ électrique, et, par suite, à la distribution des charges d'espace.

Les méthodes thermiques permettent une résolution pouvant descendre jusqu'à 1 µm avec une sensibilité de l'ordre de 1 mC/m^3 près de l'électrode excitée thermiquement, car le rendement du transfert thermique est supérieur à ceux des transferts d'énergie d'origine mécanique. Il s'agit en général de méthodes « lentes », avec une durée du signal supérieure à la seconde. De ce fait, on peut obtenir de très bons rapports signal/bruit et une excellente reproductibilité. En revanche, la résolution diminue en profondeur à cause de l'écrasement du stimulus thermique au fur et à mesure que la température diffuse dans l'échantillon.

Les diverses méthodes thermiques se différencient selon le type de stimulus thermique, qui influe directement sur l'amplitude de la perturbation (donc sur l'épaisseur mesurable) et sur l'appareillage à mettre en œuvre. On peut ainsi citer la méthode de l'impulsion thermique, les méthodes des ondes thermiques modulées et la méthode de l'échelon thermique (également appelée « méthode de l'onde thermique » par la communauté francophone).

7.2.2.1. Méthode de l'impulsion thermique

La méthode de l'impulsion thermique *(Thermal Pulse Method* – TPM, Figure I. 22) [COE 93, DER 78, DER 82] s'appuie sur l'application d'une impulsion de chaleur (réalisée par un coup de laser) sur une face métallisée de l'échantillon dont les électrodes sont en circuit ouvert ou fermé. La TPM permet une réponse rapide (de quelques µs à 1 s). Elle est souvent utilisée pour étudier les phénomènes qui évoluent rapidement avec le temps [BAU 93, BAU 03]. Cette méthode assure une très bonne résolution à la surface de l'échantillon (de l'ordre de 1 µm). Son application reste cependant limitée à des échantillons de faible épaisseur (10 à 150 µm) et muni d'électrodes très minces en raison de l'écrasement rapide de l'impulsion de chaleur dans les matériaux épais.

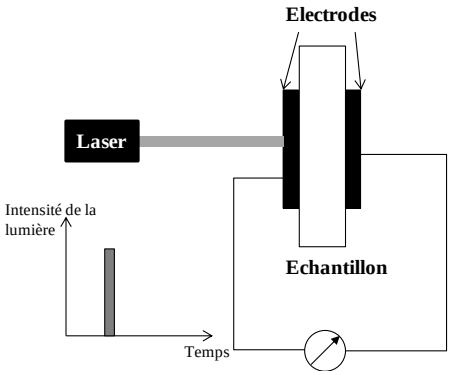


Figure I. 22 Principe de méthode de l'impulsion thermique

7.2.2.2. Méthodes utilisant des ondes thermiques modulées

Le principe de fonctionnement (Figure I. 23) pour ces méthodes est similaire à celui de la méthode de l'impulsion thermique. Néanmoins, l'amplitude du faisceau laser est modulée sinusoïdalement à plusieurs fréquences. Dans le cas d'une mesure en court-circuit, le courant en fonction de la fréquence vaut [ALQ 92] :

$$I(f) = j2\pi f \frac{S}{d}\int_0^d \rho(x)T(x,f)dx \qquad \textit{Eq I.37}$$

où $\rho(x)$ est la densité des charges d'espace. Pour les méthodes utilisant des ondes thermiques modulées, afin d'assurer une bonne résolution en profondeur, il est nécessaire d'utiliser un balayage en fréquence assez important, ce qui induit une durée de mesure relativement grande (1 à 100 min en fonction de la plage de balayage considérée). Elles sont utilisées pour étudier des phénomènes qui évoluent peu avec le temps dans des échantillons minces (ex. étude des électrets). La résolution spatiale de ces méthodes est de 1 à 10 µm (à la surface d'acquisition), avec une sensibilité de mesure de l'ordre de 10 mC/m^3.

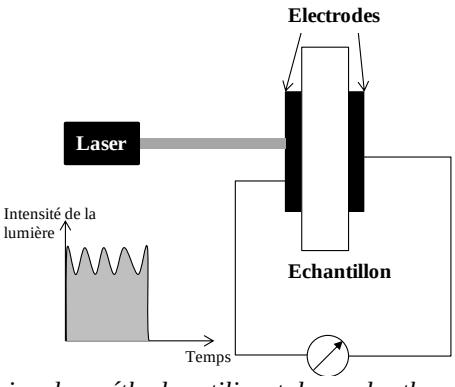


Figure I. 23 Principe des méthodes utilisant des ondes thermiques modulées

On peut citer, parmi les implémentations existantes de ce principe :

- La méthode LIMM (*Laser Intensity Modulation Method*) [LAN 86] consiste à échauffer une face de l'échantillon avec un faisceau laser modulé en intensité à une fréquence variable, et à mesurer le courant pyroélectrique résultant de l'échauffement de l'échantillon. En analysant le courant modulé, on peut déterminer la distribution de la charge dans l'isolant. La LIMM convient aux échantillons minces (films isolants) ;
- La méthode ATWM (*Alternative Thermal Wave Method*) [REB 06] fonctionne sur le même principe que la LIMM, mais la température est modulée à l'aide d'un module Peltier ;
- Les méthodes FLIMM (*Focused Laser Intensity Modulation Method*) et FLAMM (*Focused Laser Acoustic Modulation Method*) [FRA 97, FRA 00] utilisent le même principe que la LIMM, mais le faisceau laser est focalisé et son déplacement permet une cartographie en 3D de la charge dans l'échantillon.

7.2.2.3. Méthode de l'onde thermique

La méthode de l'onde thermique (MOT, ou TSM pour *Thermal Step Method* en anglais), mise au point par Toureille [TOU 87, TOU 91, TOU 94] et développée au sein du groupe « Énergie et Matériaux» de l'Institut d'Électronique et des Systèmes à Montpellier [CHE 93, AGN 96, NOT 00, CAS 97, CAS 09, CER 08, BOY 10], consiste en la mesure du courant de thermo-dilatation d'un matériau après application d'un échelon de température sur l'une de ses frontières à l'aide d'un liquide thermostaté. L'équation du courant est identique à celle de la TPM.

Par rapport aux autres méthodes thermiques, la quantité de chaleur transférée au matériau étant assez importante, la méthode de l'onde thermique convient bien à des échantillons plus épais (en général, entre 100 µm et 25 mm, avec des résolutions jusqu'à 10 µm, en fonction de l'épaisseur), mais on trouve des applications jusqu'à des épaisseurs de 100 nm (avec une très faible résolution spatiale dans ce dernier cas). Elle peut être appliquée aussi bien à des structures isolantes planes que cylindriques (câbles). La durée nécessaire pour la mesure varie entre 100 ms et 100 min.

7.3. Synthèse et analyse par rapport aux objectifs du travail

En raison de la nature du stimulus et de la chaîne de conversion utilisée pour acquérir le signal de mesure, chacune des méthodes présentées possède des caractéristiques propres. Une synthèse des données disponibles dans la littérature au sujet des principales techniques est présentée dans le tableau à la page suivante.

Les échantillons visés par notre travail sont des couches isolantes de polyéthylène réticulé chimiquement, qui doivent avoir une épaisseur suffisante pour pouvoir être facilement réalisables technologiquement par le partenaire industriel et suffisamment représentatives par rapport aux fortes épaisseurs nécessaires pour les câbles HTCC, à savoir de 1 mm à 100 µm minimum. Afin de reproduire la structure isolant/semi-conducteur d'un câble HTCC, les éprouvettes doivent comporter, au moins sur l'une des faces, une couche semi-conductrice dont l'épaisseur ne peut pas descendre, pour des raisons technologiques, en dessous de 20 à 30 µm.

Il est à noter que, quelle que soit la méthode utilisée, la résolution spatiale atteignable augmente avec la diminution de l'épaisseur de l'échantillon. Tel qu'on peut le voir dans le tableau, elle varie du micron à plusieurs dizaines de microns, en fonction de l'épaisseur des échantillons et des capteurs, de la profondeur d'analyse, ainsi que de la nature et de l'amplitude du stimulus.

Dans le cas des techniques acoustiques, certains auteurs ont fait état de résolutions de quelques microns dans le cas d'impulsions de pression appliquées à des échantillons de 25 à 75 µm d'épaisseur [EIS 82, SES 82, AHM 97], mais sans tenir compte de l'élargissement des impulsions de pression lorsqu'ils traversent l'isolant, qui conduit inévitablement à une baisse importante de la résolution. Pour la PEA, on s'accorde sur des résolutions du même ordre que l'épaisseur du capteur piézo-électrique utilisé (10 à 20 µm), disponibles sur des échantillons de quelques centaines de µm [MAE 01, MAE 03]. Des développements récents [GAL 14] indiquent la possibilité d'obtenir, à l'aide de capteurs ultraminces, des résolutions de quelques microns sur des films de 50 µm d'épaisseur munis d'électrodes métalliques très fines ; ceci est néanmoins difficilement transposable aux structures à électrodes de forte épaisseur de notre étude [HOL 03].

Dans le cas des méthodes thermiques, on évoque des résolutions de l'ordre de 1 µm [PHA 09, MEL 05] près de la surface de films minces. Les épaisseurs des échantillons étudiés sont typiquement de 10 µm à 150 µm pour les techniques de type TPM, LIMM ou FLIMM, et de

250 µm à 30 mm pour la MOT. Lorsque les épaisseurs dépassent 100 µm, les résolutions disponibles aujourd'hui peuvent difficilement descendre en-dessous de 10 µm. Il est admis que les techniques thermiques ont des meilleures résolutions et sensibilités que les techniques acoustiques, car le rendement du transfert thermique est bien supérieur à celui du transfert d'énergie d'origine mécanique [TOU 90]. D'autre part, les mises en œuvre expérimentales sont souvent plus aisées avec les méthodes thermiques et le rapport signal/bruit meilleur, mais la résolution diminue au fur et à mesure qu'on s'éloigne de l'endroit où le stimulus est appliqué.

Tableau I. 2 Principales caractéristiques des méthodes de mesure de charges d'espace

	Méthodes thermiques			*Méthodes de pression*		
Méthode	*TPM*	*LIMM*	*MOT*	*LIPP*	*PWP*	*PEA*
Perturbation et mode de génération	Diffusion de chaleur Impulsion laser courte devant le temps de relaxation thermique	Diffusion de chaleur Faisceau laser modulé en amplitude à différentes fréquences	Diffusion de chaleur Echelon de température appliquée sur l'une des électrodes	Onde élastique Impulsion laser courte devant le temps de transit acoustique	Onde élastique Echelon de pression généré par effet piézo sur un cristal	Champ électrique Impulsion de tension appliquée entre les électrodes
Réponse	Grandeur électrique de déplacement (variation de tension ou courant)					Onde acoustique convertie en tension par un capteur
Rapport signal/bruit	Faible	Faible Intégration de la réponse	Elevé Lecture possible sur mesure unique		Faible Intégration de la réponse possible	
Résolution estimée	Très bonne près de la surface (< 1 µm), diminue dans le volume	Bonne près de la surface (1 à 10 µm), diminue dans le volume	Bonne près de la surface (qq µm), diminue dans le volume	10 à 100 µm avant déconvolution ≤ 10 µm après déconvolution Bonne dans le volume, moins bonne près des électrodes		
Sensibilité	1 à 10 mC/m^3			10 à 100 mC/m^3		
Temps de mesure	Court (1 µs – 1 s)	Long (1 à 100 min)	Moyen à long (100 ms – 100 min)	Court (1 µs – 10 µs)		
Echantillons	Films minces (10 µm à 150 µm)		Films, plaques, câbles (100 µm à 30 mm)		Films épais, plaques, câbles (100 µm à 30 mm)	
Equipement de mesure	Sophistiqué	Peu sophistiqué		Sophistiqué		
Domaines d'application	Structures et films minces		Films, structures isolantes, plaques, câbles, condensateurs			

Les méthodes thermiques sont généralement plus lentes que les méthodes de pression, les durées de mesure pouvant aller jusqu'à plusieurs minutes, en fonction du type d'excitation et de l'épaisseur de l'échantillon. Aucun mouvement significatif de charge ne doit avoir lieu dans l'échantillon pendant ce temps sous peine d'erreurs dans l'interprétation des résultats, car les expressions des signaux à partir desquels sont extraites les répartitions et les valeurs des charges sont établies en considérant la stabilité de l'état électrique du matériau. Les techniques utilisant des faisceaux lasers modulés en amplitude nécessitent des durées de mesure supérieures à la dizaine de minutes sur des films de quelques dizaines de microns et sont ainsi tout à fait adaptées à la caractérisation de matériaux fortement polarisés ou contenant des charges piégées profondément (ex. matériaux irradiés ou electrets), mais moins pour le polyéthylène réticulé utilisé dans la câblerie si l'on veut tenir compte de la présence de pièges à constantes de temps plus faibles.

Des résolutions de l'ordre de 0,5 µm ont été indiquées dans la littérature en utilisant la TPM sur des échantillons de 10 à 20 µm d'épaisseur [MEL 08]; pour des échantillons plus épais, ces valeurs augmentent. Dans le cas d'échantillons munis d'électrodes semi-conductrices de plusieurs dizaines de µm d'épaisseur, tels que ceux faisant l'objet de notre étude, les énergies du faisceau laser nécessaires pour obtenir des résolutions de l'ordre cité à l'interface électrode/isolant (c'est-à-dire, au-delà des 30 µm du semi-conducteur) sont susceptibles de provoquer l'ablation de l'électrode, car l'impulsion de chaleur est rapidement absorbée par le matériau et donc son énergie doit être sensiblement augmentée si l'on souhaite analyser finement des zones plus éloignées de la surface sur laquelle est appliqué le stimulus. D'autre part, la température réelle de la surface de l'échantillon est très difficile à déterminer (en raison notamment de l'émissivité souvent méconnue de la surface excitée et des échanges de chaleur par convection avec l'extérieur lors de la mesure) ; les résultats obtenus par TPM sont ainsi le plus souvent présentés en unités arbitraires. Il a été récemment montré qu'une mesure directe de la température de surface peut être envisagée pour pallier à ce problème [FIL 15], mais à travers une mise en œuvre expérimentale peu compatible avec les structures sur lesquelles porte notre étude.

La méthode de l'onde thermique (MOT) a été initialement mise en place dans les années 1990 pour permettre l'étude d'isolants épais, car la quantité de chaleur fournie au matériau est, dans le cas de l'application d'un échelon de température, considérable, ce qui permet d'analyser des zones éloignées de la surface excitée. Elle a également été utilisée de façon ponctuelle sur des échantillons à faible épaisseur (~100 µm, [VEL 00]) avec des résultats intéressants, et même sur des structures nanométriques de l'électronique [FRU 06, BOY 10] (cette fois-ci, sans résolution spatiale). Sa sensibilité est similaire aux autres méthodes thermiques.

Compte tenu de ses caractéristiques, la MOT semble offrir un bon compromis entre degré de sophistication, compatibilité avec le type d'échantillon à étudier et possibilité d'obtenir la résolution visée dans les conditions de l'étude (de l'ordre du micromètre). C'est sur cette méthode que porte notre thèse. Cependant, sa résolution spatiale actuelle n'est pas suffisante pour permettre l'étude des zones proches de l'interface semi-conducteur/isolant dans le cas des structures visées. Le principal objectif de ce travail est ainsi de concevoir et de réaliser

une installation de mesure permettant de détecter les charges d'espace par la MOT sur des échantillons de polyéthylène d'épaisseur de l'ordre de 100 µm pourvus d'électrodes semi-conductrices d'épaisseurs de 20 à 30 µm.

Dans le cas de la MOT, un verrou important est le contact thermique au niveau de l'électrode excitée thermiquement, car le transfert thermique vers l'échantillon se fait par conduction à partir d'un liquide caloporteur et non pas par rayonnement. La qualité de ce contact influe fortement sur l'amplitude du signal à mesurer (donc sur la sensibilité de la mesure), ainsi que sur la résolution. Le contrôle de la température, du bruit ambiant, des vibrations liés au passage du liquide caloporteur et de la dynamique des signaux et des appareils de mesure est également un paramètre important. Tous ces aspects font l'objet de la suite de ce mémoire.

8. Conclusions

Dans ce chapitre, nous avons passé en revue les enjeux et les considérations qui ont été à la base de notre travail.

Dans un premier temps, la problématique du transport en courant continu par câble haute tension a été abordée. Ont été ainsi présentés les avantages techniques et économiques qui font de ce composant un vecteur de choix pour l'avenir de la transmission de l'électricité sur des longues distances.

Les verrous au développement des réseaux HTCC par câble enterré ou sous-marin ont ensuite été présentés. Il a été montré qu'un problème essentiel est l'établissement, sous des forts gradients électriques et thermiques, de zones de charges d'espace dans l'isolation, qui affectent ses performances et peuvent provoquer la diminution de sa durée de vie. Les différents mécanismes et phénomènes physiques liés à l'apparition et à l'établissement de ces zones ont été passés en revue.

Pour pourvoir analyser et maîtriser les charges d'espace, il est nécessaire de pouvoir les quantifier et de les localiser : c'est dans cette démarche scientifique que s'inscrit notre travail visant à améliorer la mesure de ces charges dans les matériaux et structures pour câbles HTCC. Les différentes techniques existantes ont ainsi été revues et analysées en lien avec les objectifs de la thèse, à savoir la conception et la réalisation d'une installation de mesure permettant de détecter avec la plus grande précision les charges d'espace sur des échantillons de polyéthylène réticulé chimiquement d'épaisseur de l'ordre de la centaine de microns, pourvus d'électrodes semi-conductrices épais de quelques dizaines de micromètres. Le principe de la méthode de l'onde thermique est apparu comme un candidat potentiel pour atteindre ces objectifs, et la mise en place d'un banc de mesure optimisé basé sur ce principe fera l'objet de la suite du mémoire.

Après avoir posé, dans cette partie du manuscrit, les bases pour la compréhension de notre sujet, l'étude par simulation des diverses problématiques afférentes et la recherche de solutions sont abordées au chapitre suivant.

Chapitre II

Études par simulation

1. Introduction

Ce chapitre est consacré à des études par simulation concernant l'application de la méthode de l'onde thermique sur des structures électrode – isolant dans des conditions en adéquation avec les objectifs de la thèse. Elles ont eu pour but de dégager des pistes visant à augmenter la précision des mesures, notamment en améliorant le transfert thermique de la source de chaleur vers l'isolant à caractériser.

Tout d'abord, nous détaillerons plusieurs aspects et grandeurs permettant de quantifier la résolution de la méthode et l'efficacité du transfert de chaleur entre le lieu où est produit le stimulus d'une part, et l'échantillon d'autre part. La suite du chapitre comporte des analyses paramétriques portant sur les signaux d'onde thermique et sur les précisions susceptibles d'être atteintes. Dans un troisième temps sont présentées des simulations multi-physiques visant à évaluer les performances d'un diffuseur thermique à haute efficacité et sa réalisation.

2. Aspects et grandeurs liés au principe et à la mise en œuvre de la méthode de l'onde thermique (MOT)

2.1. Équations de base

Considérons une structure isolante plan-parallèle d'épaisseur d et de surface S, placée entre deux électrodes situées à $x = 0$ et $x = d$. Le matériau est considéré comme homogène et de type demi-plan infini ($d << S^{1/2}$) ; le champ électrique est supposé constant dans un plan parallèle aux électrodes. L'échantillon est en court- circuit à la température T_0.

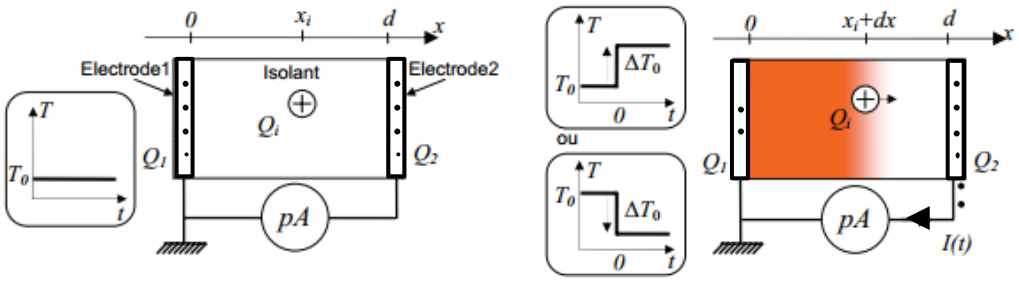


Figure II. 1 Principe de la méthode de l'onde thermique a) Échantillon à la température initiale T_0 b) Application d'un échelon de température ΔT_0 sur une face

Le système étant en équilibre électrostatique, la présence d'une charge Q_i située à l'abscisse x_i dans l'isolant induit aux électrodes des charges d'influence Q_1 et Q_2. L'expression de ces charges peut être obtenue à partir de la condition de court-circuit, de la loi de conservation de la charge électrique et des conditions de passage aux interfaces diélectrique/conducteur :

$$\int_0^d E(x)\,dx = 0 \qquad \textit{Eq II.1}$$

$$Q_1 + Q_2 + Q_i = 0 \qquad \textit{Eq II.2}$$

$$div_s \varepsilon \vec{E} = \frac{Q}{S} \qquad \textit{Eq II.3}$$

Il en résulte [TOU 91] :

$$Q_1 = -\frac{d - x_i}{d} Q_i \qquad \textit{Eq II.4}$$

$$Q_2 = -\frac{x_i}{d} Q_i \qquad \textit{Eq II.5}$$

Si une variation brusque de la température $\Delta T_0 = T - T_0$ a lieu sur l'une des deux électrodes, tel que présenté dans la figure ci-dessus, les variations des abscisses et de la permittivité avec la température entraînent une modification des charges d'influence à chaque électrode, qui s'écrivent :

$$Q_1(t) = -\frac{Q_i \int_{x_i}^{d} (1/\varepsilon)\, dx}{\int_0^d (1/\varepsilon)\, dx} \qquad \textit{Eq II.6}$$

$$Q_2(t) = -\frac{Q_i \int_0^{x_i} (1/\varepsilon)\, dx}{\int_0^d (1/\varepsilon)\, dx} \qquad \textit{Eq II.7}$$

Ces variations locales de la permittivité et des abscisses (dilatation ou contraction) s'écrivent, au premier ordre :

$$\varepsilon(x,t) = \varepsilon_{T_0}\left(1 + \alpha_\varepsilon \Delta T(x,t)\right) \qquad \textit{Eq II.8}$$

$$dx = dx_0\left(1 + \alpha_x \Delta T(x,t)\right) \qquad \textit{Eq II.9}$$

où $\Delta T(x,t)$ est la variation de la température à l'instant t et à l'abscisse x. Avec une approximation au 1er ordre :

$$dx/\varepsilon = dx_0\left(1 + \alpha \Delta T\right)/\varepsilon_{T_0} \qquad \textit{Eq II.10}$$

où α est le coefficient de variation de la capacité avec la température et :

$$\alpha = -\frac{1}{C}\frac{dC}{dT} = \frac{1}{x}\frac{dx}{dT} - \frac{1}{\varepsilon}\frac{d\varepsilon}{dT} \approx \alpha_x - \alpha_\varepsilon \qquad \textit{Eq II.11}$$

avec α_ε le coefficient de variation de la permittivité avec la température et α_x le coefficient de dilatation linéique avec la température. On obtient pour $Q_2(t)$ l'expression :

$$Q_2(t) = -Q_i \frac{x_i}{d}\left[1 + \frac{\alpha}{x_i}\int_0^{x_i} \Delta T(x,t)\, dx - \frac{\alpha}{d}\int_0^{d} \Delta T(x,t)\, dx\right] \qquad \textit{Eq II.12}$$

La variation des charges d'influence dans le temps se traduit par l'apparition d'un courant dans le circuit extérieur, qu'on appellera **courant d'onde thermique :**

$$I(t) = -\frac{dQ_2(t)}{dt} \qquad \textit{Eq II.13}$$

Si on connaît, à chaque l'instant, la valeur du courant et la distribution spatiale de la température, on peut déterminer la valeur de la charge Q_i et sa position x_i. Dans le cas général, où une répartition de charge résiduelle $\rho(x) = dD(x) / dx = \varepsilon dE(x) / dx$ induit un champ électrique $E(x)$ à travers l'échantillon, on peut montrer que ce courant transitoire a pour expression [CHE 93, CER 08] :

$$I(t) = -\alpha C \int_0^d E(x) \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} dx \qquad \textit{Eq II.14}$$

où C est la capacité de l'échantillon avant excitation thermique et $E(x)$ est l'intensité du champ électrique à l'abscisse x. Cette expression montre qu'il s'agit d'un courant transitoire, qui tend vers zéro lorsque la température dans le volume de l'échantillon n'évolue plus dans le temps (régime permanent).

Pour déterminer $E(x)$ à partir de l'équation précédente, la dérivée de la température en chaque point et à chaque instant $d\Delta T(x,t) / dt$ doit être connue. Pour cela, il faut résoudre l'équation de la chaleur, qui s'écrit en géométrie plane :

$$\frac{\partial^2 \Delta T(x,t)}{\partial x^2} = W \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} \qquad \textit{Eq II.15}$$

où $W = \rho c_p / k$ est l'inverse de la diffusivité thermique du matériau, ρ est sa masse volumique, c_p est sa chaleur massique et k sa conductivité thermique. Cette équation doit être couplée avec des conditions aux limites, qui pourront influer sur les techniques de résolution de l'équation intégrale. Trois modèles thermiques peuvent être considérés :

- Le modèle à deux sources de température, où l'on considère que chaque électrode se trouve à une température constante pendant la phase de mesure ($T_1 = T_0 + \Delta T$ pour l'électrode sur laquelle on applique l'échelon thermique et T_0 pour l'autre). L'équation de la chaleur peut alors être résolue analytiquement à l'aide de séries de Fourier, ce qui a mené au développement d'une technique de résolution de l'équation du courant MOT basée sur ces séries [TOU 91, CHE 92] ;
- Le modèle à une source de température, dans lequel on considère l'échantillon de type demi-plan infini. Ce modèle est valable tant que la température sur l'électrode opposée à celle excitée thermiquement n'a pas varié. La solution de l'équation de la chaleur est donnée, dans ce cas, par une fonction de type *erf*. La solution de l'équation sera définie par la suite. Cette approche présente l'avantage de permettre des développements analytiques plus simples. Plusieurs techniques de traitement ayant ainsi été mises au point [TOU 94, NOT 09].
- Le modèle général : on prend en compte la température réelle aux interfaces électrode/échantillon, et l'on détermine la répartition de la température dans l'isolant à travers une résolution numérique de l'équation de la chaleur. Ce modèle est associé à l'écriture de l'équation du courant d'onde thermique sous forme matricielle, l'inversion de la matrice de température permettant de remonter à la répartition du champ électrique [ABO 97, ABO 99, NOT 98].

2.2. Diffusion de la chaleur dans l'échantillon et notion d'épaisseur équivalente virtuelle « x_0 »

Si le stimulus thermique est appliqué par contact (par exemple, à l'aide d'un fluide passant dans un radiateur plan sur lequel est posé l'échantillon, ce qui est le cas pour les diverses mises en œuvre expérimentales de la MOT sur échantillons plans), la variation de température ressentie à la surface de l'isolant s'éloigne d'un échelon parfait, car la couche limite du fluide

et les interfaces diffuseur thermique/électrode et électrode/isolant provoquent l'écrasement de l'échelon. Une modélisation numérique de la température aux électrodes est possible, mais si l'on souhaite travailler avec des expressions analytiques, on peut utiliser une *épaisseur équivalente virtuelle* x_0 pour prendre en compte l'effet des diverses interfaces thermiques [TOU94]. L'idée est de considérer que l'épaisseur x_1 des différentes interfaces de diffusivité thermique inverse moyenne W_1, est équivalente à une épaisseur x_0 de même diffusivité thermique inverse W_0 que celle de l'isolant : $W_1 x_1^2 = W_0 x_0^2$.

On peut remplacer alors les limites 0 et d de l'intégrale du courant d'onde thermique par x_0 et $x_0 + d$, le champ électrique étant nul entre 0 et x_0. L'expression du courant devient :

$$I(t) = -\alpha C \int_{x_0}^{x_0+d} E(x) \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} dx \qquad \textit{Eq II.16}$$

Cette grandeur rend compte du transfert de chaleur au niveau des frontières de l'échantillon et permet de simplifier les calculs : plus x_0 est faible, plus le transfert thermique est rapide et efficace. Nous emploierons cette grandeur dans la suite du travail pour quantifier le transfert de chaleur de la source de température (considérée comme idéale et placée à $x = 0$) vers l'échantillon (placé à $x = x_0$).

Tant que l'on peut considérer l'éprouvette comme un demi-plan infini (à savoir, tant que la température sur l'électrode opposée n'a pas varié de manière significative : c'est le cas du modèle à une source), l'expression de la température dans l'isolant s'écrit :

$$\Delta T(x,t) = \Delta T_0 \left[1 - erf\left(x\sqrt{\frac{W}{4t}}\right) \right] \qquad \textit{Eq II.17}$$

où *erf* est la fonction d'erreur, définie comme :

$$erf(x) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^x e^{-t^2} dt \qquad \textit{Eq II.18}$$

La dérivée de la température dans l'épaisseur de l'échantillon à un moment donné vaut alors :

$$\frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} = \Delta T_0 \sqrt{\frac{W}{4\pi t}} \frac{x}{t} \exp\left[-\frac{Wx^2}{4t} \right] \qquad \textit{Eq II.19}$$

La représentation graphique de cette fonction, qui est l'image du stimulus thermique, ressemble à une onde qui s'amortit dans le temps (Figure II. 2). Seule la partie de l'onde thermique qui dépasse x_0 (comprise entre x_0 et $A(t)$ dans la représentation graphique ci-dessous) contribue au signal de courant, car la région sur laquelle le champ électrique est non nul commence à x_0 et s'étend jusqu'à $x_0 + d$. Aux premiers instants de la mesure, seule une petite région du diélectrique près de l'électrode excitée thermiquement est donc soumise à l'onde thermique; le signal est alors proportionnel au champ électrique à cet endroit (interface électrode/isolant). Au fur et à mesure que la chaleur diffuse dans le matériau, l'extrémité $A(t)$ de l'onde thermique avance et l'isolant est scruté de plus en plus dans l'épaisseur, la région de champ soumise à la variation de la température augmentant avec le temps.

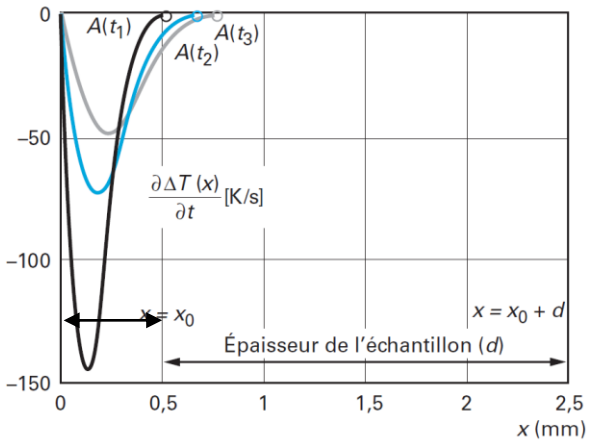


Figure II. 2 Représentation de la dérivée de la température à différents instants t_1, t_2 et t_3 dans un échantillon plan soumis à un échelon de température négatif à x=0 et t=0. L'épaisseur équivalente virtuelle x_0 est indiquée.

2.3. Mises en œuvre expérimentales de la méthode

2.3.1. Géométrie plane

Le principe des mises en œuvre expérimentales utilisées pour des mesures de courant d'onde thermique sur des structures planes est donné dans la Figure II. 3 [STA 08, FRU 08].

L'objet à mesurer (structure isolante munie d'électrodes) est placé sur une plaque métallique (diffuseur), fixée sur une pièce réalisée avec une matière isolante thermique afin de canaliser le flux de chaleur vers l'échantillon (radiateur). Il est maintenu en contact sur la plaque à travers un système permettant d'exercer une pression constante. Initialement, le radiateur est rempli d'un liquide à la température T_0. L'échantillon est court-circuité à travers un amplificateur de courant connecté à une carte d'acquisition, qui permet de mesurer le courant d'onde thermique.

L'échelon de température est produit par l'arrivée brusque dans le radiateur d'un fluide caloporteur à la température $T_0 + \Delta T_0$. La circulation du liquide est contrôlée par un système d'électrovannes commandées par l'ordinateur.

L'enregistrement du courant mesuré par l'amplificateur est déclenché à l'instant où la commande d'ouverture des électrovannes est donnée. On mesure usuellement des courants d'amplitude de quelques picoampères à quelques nanoampères, avec des durées de quelques millisecondes à plusieurs dizaines de secondes, en fonction du champ électrique dans l'échantillon, de la capacité de l'échantillon (donc de son épaisseur) et de l'efficacité du transfert de la chaleur du liquide vers l'échantillon, à travers le diffuseur.

Afin d'éviter la modification de l'état électrique du matériau pendant la mesure, on utilise en pratique des gammes de températures proches de la température ambiante, et, le plus souvent des échelons thermiques négatifs (par exemple, entre 25 °C et -5 °C). On « fige » ainsi les charges, en évitant les processus de décharge ou de dépolarisation. Ceci permet de suivre l'évolution de la charge d'espace en fonction de différents paramètres (contrainte électrique, temps, …).

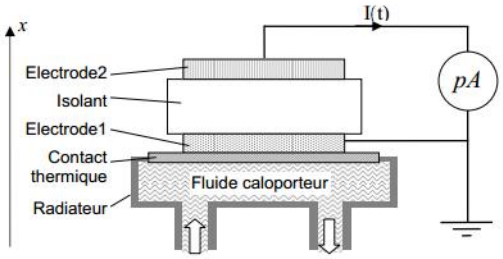


Figure II. 3 Mise en œuvre expérimentale de la méthode de l'onde thermique en géométrie plane

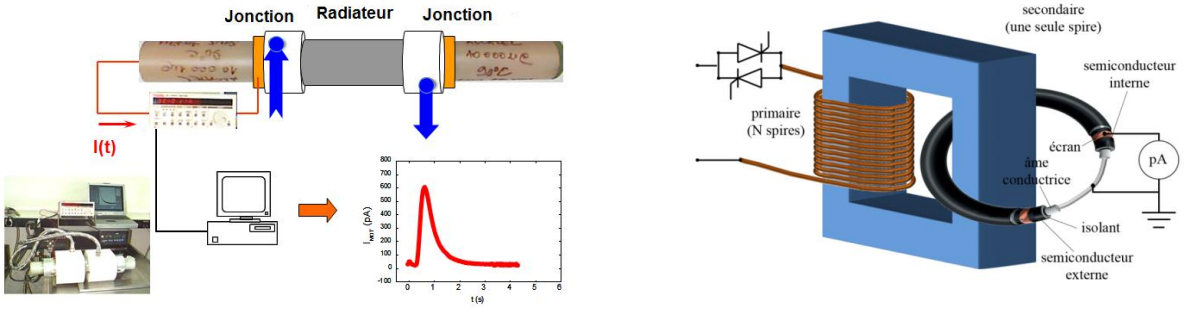


Figure II. 4 Principes de mises en œuvre expérimentales de la méthode de l'onde thermique en géométrie cylindrique (câbles) [TEY 13, PET 14]

2.3.2. Géométrie cylindrique

Le même principe peut être utilisé pour déterminer les charges d'espace dans des structures à géométrie radiale, par exemple dans des câbles [AGN 01, CAS 09, NOT 01, NOT 10, CAS 17].

Ainsi, si l'on souhaite mesurer les charges électriques dans l'isolation cylindrique d'un câble, on peut utiliser un radiateur de forme cylindrique qui permet d'appliquer le liquide caloporteur directement sur le semi-conducteur externe du câble, en créant ainsi une onde thermique centripète qui se déplace de l'extérieur vers l'intérieur (« refroidissement extérieur »). Si l'on souhaite produire le stimulus près de l'âme centrale du câble, on peut employer l'effet Joule provoqué par une courte impulsion d'un fort courant injecté dans le conducteur à l'aide d'un transformateur (Figure II. 4). Ces deux techniques sont complémentaires : le refroidissement externe permet de caractériser localement l'isolant du câble (on analyse la région enveloppée par le radiateur), alors que le chauffage par effet Joule permet d'obtenir une réponse de l'intégralité de l'isolation.

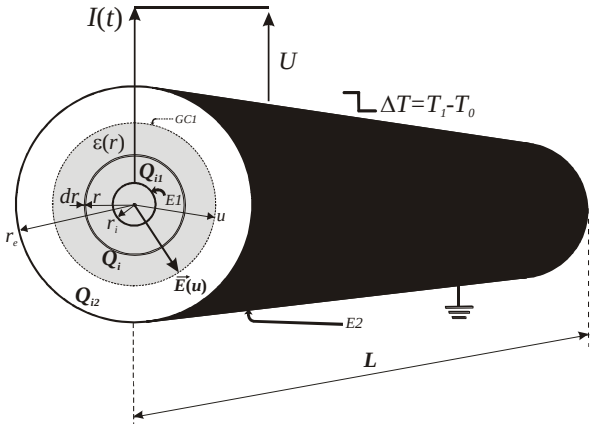


Figure II. 5 Sur l'application de la méthode de l'onde thermique en géométrie cylindrique [NOT 10]

Il est à noter que, en géométrie cylindrique (Figure II. 5), l'équation du courant d'onde thermique est similaire à celle correspondant à la géométrie plane, à cela près que la variable d'épaisseur est le rayon r de l'isolant, compris entre R_e (rayon extérieur du semi-conducteur) et R_i (rayon intérieur du semi-conducteur). On considère ainsi que la charge d'espace est constante sur une « peau » cylindrique infiniment mince de rayon r. Par exemple, pour un échelon appliqué sur l'extérieur de l'isolant, nous avons :

$$I(t) = -\alpha C \int_{R_e}^{R_i} E(r) \frac{\partial \Delta T(r,t)}{\partial t} dr \qquad \textit{Eq II.20}$$

avec $E(r)$ la distribution radiale du champ électrique induit par la charge d'espace et $\partial \Delta T(r,t) / \partial t$ la répartition radiale de la dérivée de la température à un instant t donné.

2.4. Mesures sous champ électrique continu appliqué

On peut démontrer que, si l'état électrique de l'échantillon ne varie pas pendant la mesure, l'équation du courant d'onde thermique établie en court-circuit (Eq II.14) est également valable sous tension [CER 08]. Néanmoins, pour des mesures sous champ électrique continu, la mise en œuvre présentée dans la Figure II. 3 présente deux inconvénients :

- L'amplificateur de courant ne doit pas être en contact avec la source de tension, surtout si des tensions supérieures à la centaine de volts sont appliquées ;
- Les courants de conduction et de polarisation qui apparaissent à la mise sous tension d'un isolant peuvent être du même ordre de grandeur que le courant d'onde thermique, voire supérieurs, et ainsi masquer ce dernier.

Une solution à ces problèmes est l'utilisation d'un échantillon de « compensation » de mêmes dimensions et mêmes propriétés électriques que l'échantillon à tester et placé en opposition par rapport à ce dernier (Figure II. 6). Ce montage en « double condensateur » [NOT 01] permet le placement de l'amplificateur de courant côté masse et assure la compensation mutuelle des courants de polarisation et de conduction des deux échantillons. Pendant la phase d'application de la haute tension (Figure II. 6 .a), la source est en contact avec électrode intermédiaire. Après application de la tension (Figure II. 6 .b), la source est déconnectée, mais les échantillons restent toujours sous champ électrique pendant la mesure. L'onde thermique est alors appliquée sur l'échantillon à caractériser, et on mesure le courant d'onde thermique sur l'échantillon de compensation.

Lorsque la source est connectée, les deux échantillons sont en parallèle par rapport à la source. Pendant la phase de mesure, ils sont en série par rapport à l'amplificateur de courant, qui « voit » donc une capacité équivalente $C_2 = C/2$.

Le courant de l'onde thermique mesuré par l'amplificateur de courant vaut donc :

$$I(t) = -\alpha C_2 \int_{x_0}^{x_0+d} E(x) \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} dx \qquad \textit{Eq II.21}$$

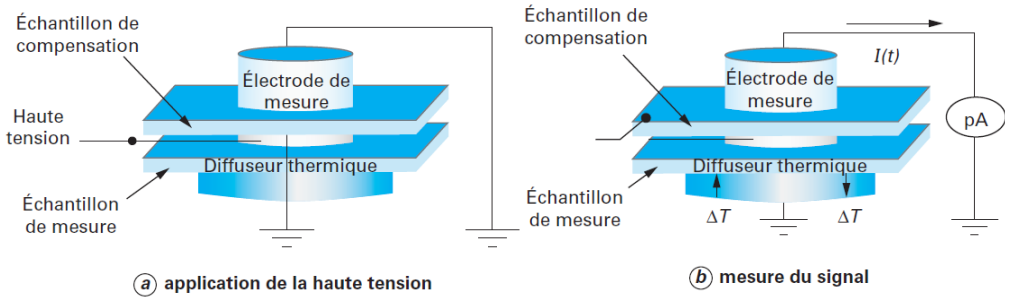


Figure II. 6 Principe du « double condensateur » [TOU 09]

Pour les matériaux non polaires sous faible champ électrique appliqué (moins de 1 kV/mm), le champ peut être considéré comme constant dans le matériau (pas de charges injectées) : $E(x) = E_0 = V_0/d$, où V_0 est la tension appliquée, ce qui donne :

$$I(t) = -\alpha C_2 \frac{V_0}{d} \int_{x_0}^{x_0+d} \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} dx \qquad \textit{Eq II.22}$$

Si l'échantillon à caractériser contient déjà des charges d'espace induisant un champ électrique résiduel $E_r(x)$, et un champ électrique externe $E_0 = V_0 / d$ qui ne modifie pas la distribution de charges d'espace est appliqué, le champ total présent dans l'échantillon vaut $E(x) = E_r(x) + E_0$. L'expression du courant de l'onde thermique devient alors :

$$\begin{aligned} I(t) &= -\alpha C_2 \int_{x_0}^{x_0+d} \left[E_r(x) + E_0\right] \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} dx \\ &= I_{res}(t) - \alpha C_2 \frac{V_0}{d} \int_{x_0}^{x_0+d} \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} dx = I_{res}(t) + I_0(t) \end{aligned} \qquad \textit{Eq II.23}$$

avec $I_{res}(t)$ le courant dû aux charges résiduelles internes et $I_0(t)$ le courant dû au champ appliqué E_0. En appliquant des champs électriques de polarités opposées ($+E_0$ et $-E_0$), puis en soustrayant les courants mesurés, on peut isoler le courant I_0. Ce montage permet d'effectuer des mesures sous des champs électriques connus, en particulier pour réaliser des calibrations. Le principe décrit ci-avant sur des échantillons type plaques peut également être appliqué à des dispositifs cylindriques.

3. Aspects liés à l'estimation des résolutions spatiales

3.1. Définition des grandeurs

De manière intuitive, la résolution spatiale correspond à la « largeur » du plus petit « trait » dans la distribution représentée de façon précise dans le profil mesuré [FLE 05], ou à la plus petite distance qui sépare deux objets discernables [RAY 96]. Quelle que soit la méthode de mesure employée, on peut définir deux types de résolution spatiale [HOL 08] :

- Une *résolution de positionnement* (RP), qui illustre l'effet de la précision de la position d'une charge sur le signal mesuré. Il s'agit du plus petit déplacement de charge entre deux mesures qui modifie le signal d'une valeur égale au niveau du bruit, pour un rapport signal sur bruit donné (Figure II. 7). Ainsi, si le signal induit par une charge à une position x_0 ne s'écarte pas d'un signal induit par une charge identique à une position $x_0 + \delta x$ d'une valeur supérieure au niveau du bruit, les

positions des deux charges ne peuvent être distinguées. En revanche, si la différence entre ces signaux est supérieure au niveau du bruit, il est possible de discerner les positions des deux charges.

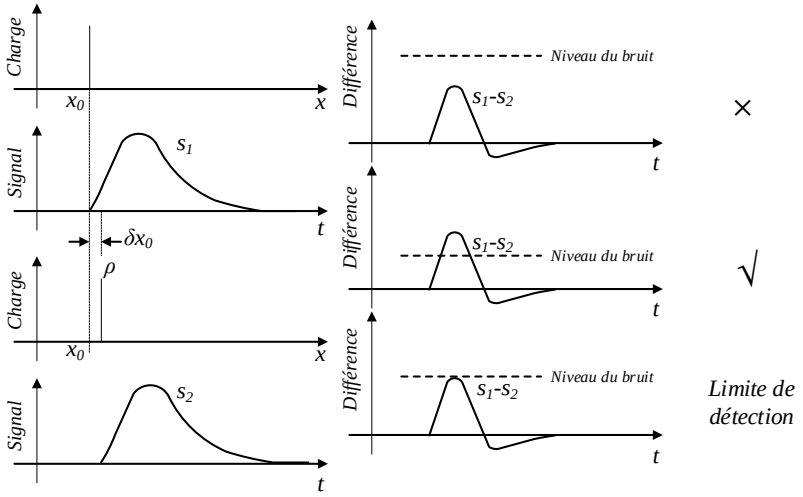


Figure II. 7 Sur la définition de la résolution de positionnement

- Une *résolution de discernement* (RD), qui décrit l'effet, sur le signal mesuré, de l'éloignement entre deux charges identiques. Elle est définie par la distance la plus faible entre deux charges identiques produisant un signal qui diffère, d'une valeur égale au niveau du bruit, du signal produit par une seule charge placée à la même position moyenne, mais dont la valeur est deux fois plus grande, pour un rapport signal sur bruit donné (Figure II. 8). Ainsi, si le signal induit par deux charges distinctes ne s'écarte pas par rapport à un signal induit par une seule charge de valeur double d'une valeur supérieure au niveau de bruit, alors la distance entre les deux charges est trop petite pour pouvoir les distinguer. En revanche, si la différence entre ces signaux est supérieure au niveau du bruit, il est possible de distinguer les deux charges.

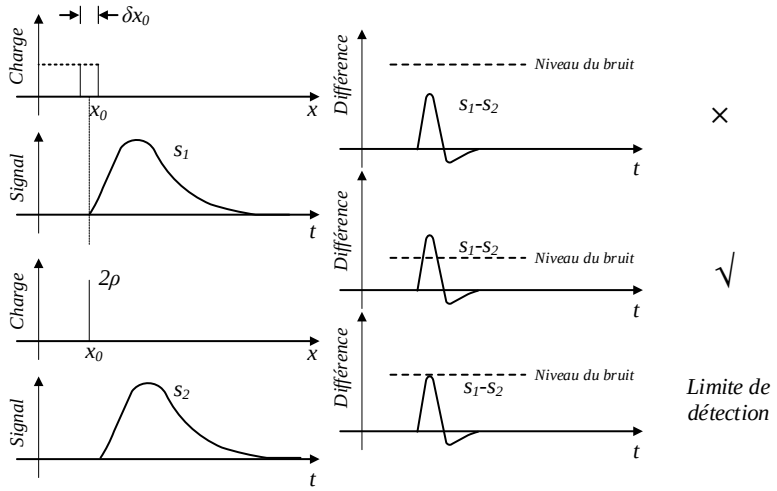


Figure II. 8 Sur la définition de la résolution de discernement

Dans le cas de la méthode de l'onde thermique, des calculs théoriques ont donné lieu à des expressions valant 0,52*x* / SNR pour la résolution de positionnement et de 1,14*x* / $(SNR)^{1/2}$ pour la résolution de discernement, avec *x* la position de la charge et SNR le rapport signal sur bruit [HOL08]. A titre d'exemple, pour un rapport signal sur bruit de 16, on obtient avec les expressions citées une résolution de positionnement de 0,32 µm à 10 µm, 0,65 µm à 20 µm et 0,97 µm à 30 µm, et une résolution de discernement de 2,8 µm à 10 µm, 5,7 µm à 20 µm et 8,5 µm à 30 µm.

L'analyse des résolutions susceptibles d'être obtenues en pratique doit également inclure la possibilité de mesurer les signaux, donc leurs amplitudes et leurs durées. Ainsi, l'étude des amplitudes et dynamiques des réponses aux stimuli appliqués à des structures simulant les objets à étudier est un facteur clé. Par ailleurs, ces stimuli doivent demeurer représentatifs de l'application envisagée. En outre, les structures testées doivent présenter des valeurs de charge et de champ résiduel similaires à ce que l'on pourrait rencontrer dans les cas pratiques. Dans ce but, nous avons utilisé la technique présentée ci-après.

3.2. Méthode utilisée pour estimer les résolutions spatiales

La procédure employée pour calculer les résolutions de positionnement est illustrée dans la Figure II. 9.a). Ainsi, soit une charge de valeur Q_1 et d'épaisseur Δx_q, placée à une position *x* dans le matériau isolant. L'application du stimulus thermique à l'échantillon produit alors un courant d'onde thermique I_1 que nous calculons.

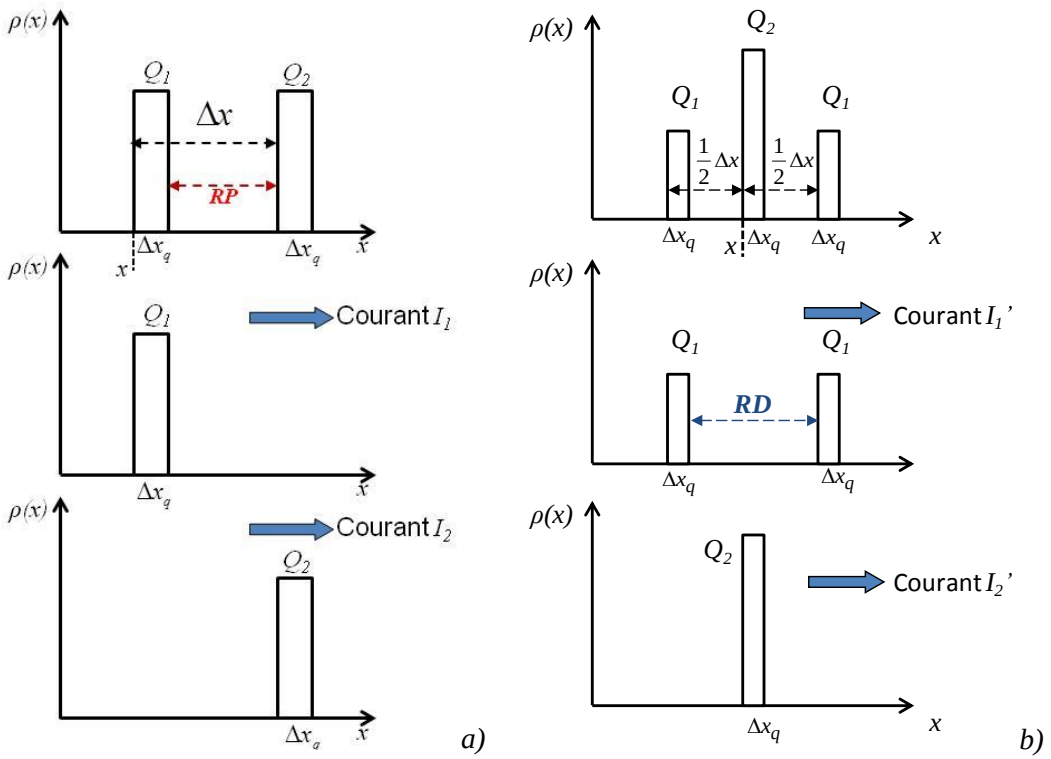


Figure II. 9 Sur le calcul des résolutions :
(a) Résolution de positionnement et (b) Résolution de discernement

Supposons maintenant que la charge précédente soit remplacée par une charge Q_2, identique à la première, mais placée à une position $x + \Delta x$ de l'électrode. L'application du stimulus thermique produit alors un courant I_2 que nous calculons. Si la différence ($I_1 - I_2$) est supérieure au niveau de bruit (*NB*), on peut considérer que la résolution est inférieure ou égale à Δx. Si la différence ($I_1 - I_2$) est inférieure au *NB*, la résolution est supérieure à la distance Δx. Pour déterminer la valeur de la résolution, on augmente alors la distance entre les deux charges en déplaçant Q_2 de δ ($\Delta x' = \Delta x + \delta$) et on recalcule I_2. On répète cette procédure jusqu'à ce que la différence entre I_1 et I_2 devienne supérieure au niveau de bruit. La valeur de l'éloignement entre les deux charges correspond alors à la résolution de positionnement.

Supposons maintenant que deux charges identiques Q_1, d'épaisseur Δx_q, sont placées à la position $x \pm 0{,}5\Delta x$ (Figure II. 9.b). L'application du stimulus thermique à l'échantillon produit alors un courant noté I_1'. Remplaçons maintenant les deux charges précédentes par une charge $Q_2 = 2Q_1$ placée à l'abscisse x (moyenne entre les positions des deux charges précédentes). L'application du stimulus produit alors un courant I_2'. Si la différence ($I_1' - I_2'$) est supérieure au niveau de bruit (*NB*), alors la résolution de discernement est inférieure ou égale à la distance entre les charges. Si la différence ($I_1' - I_2'$) est inférieure au *NB*, la résolution de discernement est supérieure à la distance entre les deux charges. Pour déterminer sa valeur, on augmente la distance entre les deux charges en les écartant et on recalcule I_2'. On répète la procédure jusqu'à ce que la différence entre I_1' et I_2' devient supérieure au niveau de bruit : la valeur de l'éloignement entre les deux charges correspond alors à la résolution de discernement.

Les domaines de variation des valeurs de charges et de leurs positions, ainsi que les dimensions de la structure isolante et ses caractéristiques physiques, ont été définis par rapport aux matériaux et des échantillons tests, tel qu'indiqué par la suite.

3.3. Expression du courant d'onde thermique utilisée dans les simulations

On rappelle l'expression générale du courant d'onde thermique (Eq II.14) :

$$I(t) = -\alpha C \int_{x_0}^{x_0+d} E(x) \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} dx$$

A partir de l'équation de la chaleur (Eq II.15), on tire :

$$\begin{aligned} &\partial^2 \Delta T(x,t) / \partial x^2 = W \, \partial \Delta T(x,t) / \partial t \\ &\rightarrow \partial \Delta T(x,t) / \partial t = (1/W) \partial^2 \Delta T(x,t) / \partial x^2 \end{aligned} \qquad \textit{Eq II.24}$$

En remplaçant la dérivée de la température par rapport au temps par l'expression précédente, puis en intégrant par parties, on obtient :

$$I(t) = -\frac{\alpha C}{W} E(x) \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial x}\bigg|_{x_0}^{x_0+d} + \frac{\alpha C}{W} \int_{x_0}^{x_0+d} \frac{\partial E(x)}{\partial x} \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial x} dx \qquad \textit{Eq II.25}$$

Le premier terme étant nul car la dérivée de la température et le champ à x_0 et $x_0 + d$ sont nuls, on a :

$$I(t) = \alpha C \int_{x_0}^{x_0+d} \frac{\partial E(x)}{\partial x} \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial x} dx \qquad \textit{Eq II.26}$$

En utilisant l'équation de Poisson et puisque $\rho(x) = \varepsilon \partial E(x) / \partial x$ et puisque $C = \varepsilon S / d$, on obtient :

$$I(t) = \frac{\alpha S}{Wd} \int_{x_0}^{x_0+d} \rho(x) \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial x} dx \qquad \textit{Eq II.27}$$

Si les électrodes de l'échantillon ne sont pas infiniment minces, mais composées de couches semi-conductrices d'épaisseur d_S et de mêmes caractéristiques thermiques que l'isolant, le champ étant nul à l'intérieur des électrodes, l'équation précédente devient :

$$I(t) = \frac{\alpha S}{Wd} \int_{x_0+d_S}^{x_0+d_S+d} \rho(x) \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial x} dx \qquad \textit{Eq II.28}$$

Discrétisons maintenant l'épaisseur isolante en tranches identiques d'épaisseur Δx et considérons un plan chargé de densité volumique ρ constante et d'épaisseur Δx_q, situé dans l'échantillon à une distance $n\Delta x$ de l'électrode excitée thermiquement, avec $n \geq 0$ et $n\Delta x \leq d$.

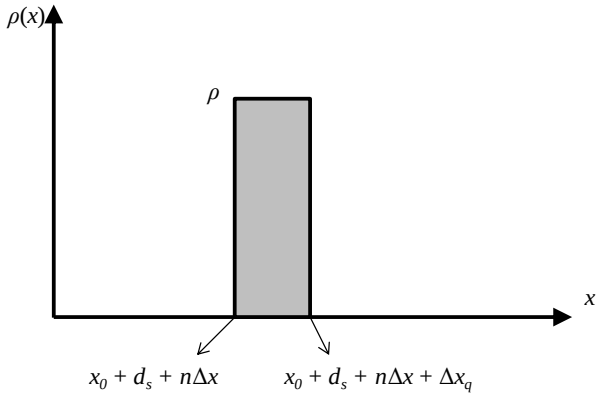


Figure II. 10 Configuration considérée pour les simulations

L'expression précédente devient :

$$I(t) = \frac{\alpha S}{Wd} \rho \int_{x_0+d_S+n\Delta x}^{x_0+d_S+n\Delta x+\Delta x_q} \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial x} dx = \frac{\alpha S}{Wd} \rho \Delta T(x,t) \Big|_{x_0+d_S+n\Delta x}^{x_0+d_S+n\Delta x+\Delta x_q} \qquad \textit{Eq II.29}$$

Dans le cas d'un stimulus thermique de type échelon de température appliqué à un domaine de type semi-plan infini (Eq II.17), il en résulte :

$$I(t) = \frac{\alpha S}{Wd} \rho \Delta T_0 \{ erf[(x_0 + d_s + n\Delta x)\sqrt{\frac{W}{4t}}] - erf[(x_0 + d_s + n\Delta x + \Delta x_q)\sqrt{\frac{W}{4t}}] \} \qquad \textit{Eq II.30}$$

Cette expression a été employée dans les simulations de courants d'onde thermique et dans les estimations de résolutions en fonction de l'épaisseur virtuelle x_0, de la densité de charge d'espace ρ, de la position de la charge x, du stimulus thermique ΔT_0 et du niveau de bruit *NB*. Le niveau de bruit a été défini soit en valeur absolue, soit comme le rapport entre l'amplitude du bruit et l'amplitude du signal. Compte tenu des résolutions à approcher, nous avons considéré des valeurs de Δx et de Δx_q respectivement égales à 0,1 µm et 1 µm.

4. Analyses paramétriques par simulation

4.1. Objectifs, paramètres et valeurs

L'objectif de cette partie du travail a été d'estimer, en considérant un modèle d'échantillon isolant en polyéthylène réticulé chimiquement (PRC) d'épaisseur 100 µm pourvu d'une couche semi-conductrice de 20 à 30 µm, des valeurs de courants d'onde thermique et des valeurs de résolutions en fonction de l'épaisseur équivalente virtuelle x_0, des amplitudes de charges d'espace et de champs électriques résiduels. Le modèle d'échantillon considéré, défini en accord avec le partenaire industriel, est présenté dans la Figure II. 11. Ses différentes caractéristiques géométriques et leur signification sont indiquées dans le tableau suivant.

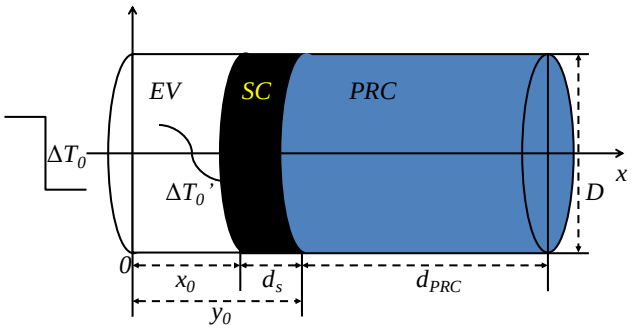


Figure II. 11 Schéma de l'objet d'étude (échantillon plan)

Tableau II. 1 Caractéristiques géométriques de l'échantillon considéré

Symbole	*Signification*
d_s	Épaisseur de l'électrode semi-conductrice [30 µm]
d_{PRC}	Épaisseur du matériau isolant (PRC) [100 µm]
x_0	Épaisseur équivalente virtuelle [10 ~ 300 µm]
y_0	Épaisseur traversée par « l'onde thermique » avant d'atteindre l'isolant $y_0 = x_0 + d_s$
D	Diamètre des électrodes [50 mm]
$S = \pi D^2/4$	Surface excitée thermiquement = surface de l'électrode [$1{,}96*10^{-3}$ m²]

On considère que le liquide caloporteur est appliqué à $x = 0$, générant un échelon thermique parfait à cet endroit, alors que l'électrode semi-conductrice voit un échelon imparfait, modélisé par la traversée de x_0, qui correspond à la couche limite thermique du liquide et aux diverses interfaces rencontrées par le flux de chaleur entre l'endroit où est produit idéalement l'échelon de température ($x = 0$) et la surface de l'éprouvette. Finalement, c'est comme si le flux thermique traversait une épaisseur globale de PRC $y_0 = x_0 + d_s$ avant d'atteindre la partie « active » de l'échantillon (la couche isolante qui contient les charges d'espace).

Les résultats présentés ci-après ont été obtenus avec les valeurs et les plages de valeurs indiquées dans les tableaux (sauf cas particulier indiqué tel quel). Elles ont été choisies à partir des caractéristiques des matériaux employés pour l'isolation des câbles haute tension, des valeurs susceptibles d'être rencontrées dans l'isolant et des stimuli thermiques applicables au matériau (compte tenu de ses caractéristiques) et de considérations pratiques.

Tableau II. 2 Caractéristiques génériques du matériau isolant étudié (PRC)

Symbole	*Signification*
ε_r	Permittivité relative [2,3]
W	Inverse de la diffusivité thermique [6,6 *10^6 s/m^2]
α_ε	Coefficient de variation de la permittivité avec la température
α_x	Coefficient de dilatation linérique avec la tenpérature
$\alpha = \alpha_x - \alpha_\varepsilon$	Coefficient de variation de la capacité de l'échantillon avec la température [5*10^{-4} K^{-1}]

Tableau II. 3 Caractéristiques considérées pour la densité de charge

Symbole	*Signification*
ρ	Densité de charge d'espace [C/m^3]
x	Position du plan de charge dans l'épaisseur isolante [0 à 100 µm]
Δx_q	Épaisseur du plan de charge [0,1 à 1 µm]

Tableau II. 4 Paramètres considérés pour le stimulus thermique

Symbole	*Signification*
T_0	Température initiale de l'échantillon [20 °C]
ΔT_0	Échelon thermique appliqué à l'électrode [-50 K à -10 K]

4.2. Forme, durée et amplitude des signaux d'onde thermique

Dans un premier temps, nous nous sommes intéressés à la forme, à l'amplitude et à la durée des signaux. Nous avons, en particulier, analysé l'impact de l'épaisseur virtuelle x_0, de l'amplitude de l'échelon thermique ΔT_0, de la densité de charge ρ et de sa position x dans l'isolant.

Afin de calculer le courant d'onde thermique $I(t)$, nous avons utilisé l'expression II.30. La position x de la charge dans le diélectrique a été définie à l'aide du paramètre n (à savoir, $n = 0$ correspond à une charge placée à $x = 0$ dans l'isolant, donc contre la couche semi-conductrice excitée thermiquement). La valeur de d_s a été fixée, pour les calculs suivants, à 30 µm et l'épaisseur de la charge $\Delta x_q = 1\ \mu m$. L'application de l'échelon thermique d'amplitude $\Delta T_0 = -30\ K$ se fait à $y = 0$, la valeur de x_0 représentant les interfaces traversées par le flux thermique avant d'atteindre l'échantillon. Afin de permettre une représentation des valeurs par rapport à l'interface, les coordonnées ont donc été soustraites de x_0 par rapport à la Figure II. 11. La Figure II. 12 illustre la configuration utilisée pour les calculs. Les paramètres de simulation sont également rappelés.

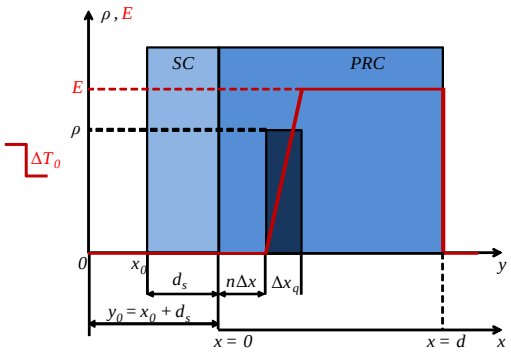


Figure II. 12 Configuration utilisée pour les calculs

- *Épaisseur virtuelle* x_0 = 10 *à* 200 μm
- *Amplitude de l'échelon thermique* ΔT_0 = -30 K
- *Densité de charge d'espace* ρ = [1 ... 40] C/m^3
- *Épaisseur de la couche de charge* Δx_q = 1 μm → *Champ* $\in$ [5*10^{-2}...2] *kV/mm*
- *Position de la charge* x = [0 ; 20 ; 50] μm *par rapport à l'interface isolant/semicon*

Des exemples de résultats de simulations obtenus avec x_0 = 10 μm, 30 μm, 100 μm et 200 μm sont présentés dans les figures suivantes.

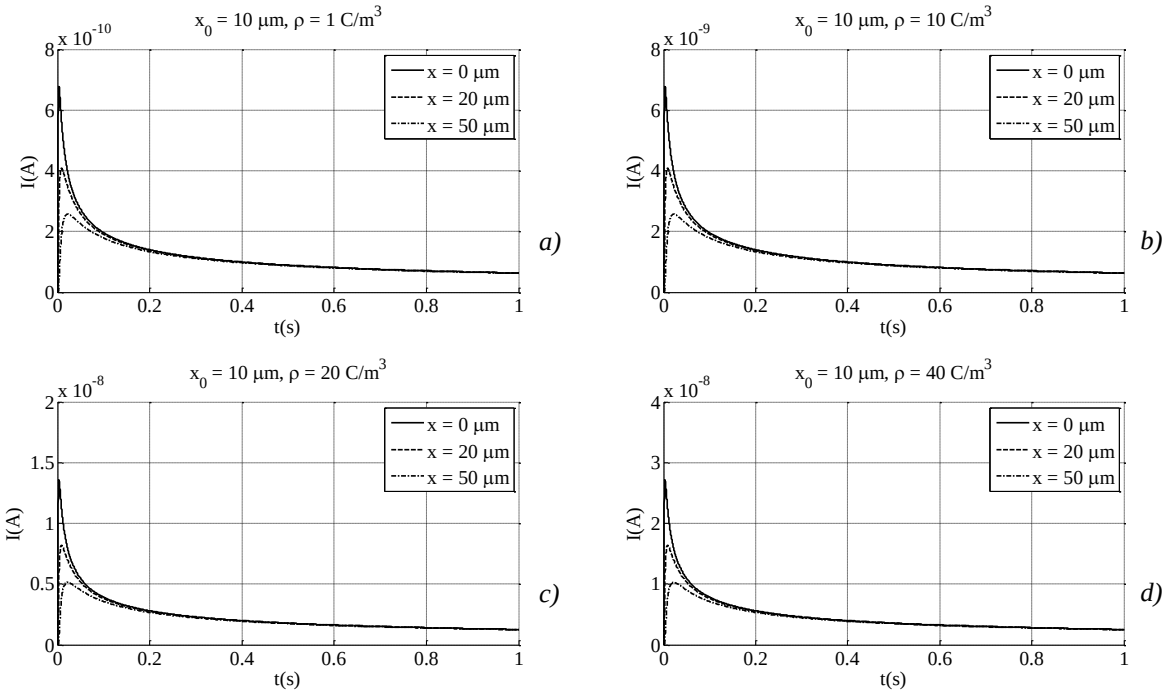


Figure II. 13 Courants simulés pour x_0=10 µm et des densités de charge de :
a) ρ = 1 C/m³, b) ρ = 10 C/m³, c) ρ = 20 C/m³ et d) ρ = 40 C/m³, localisées à x = 0, 20 et 50 µm

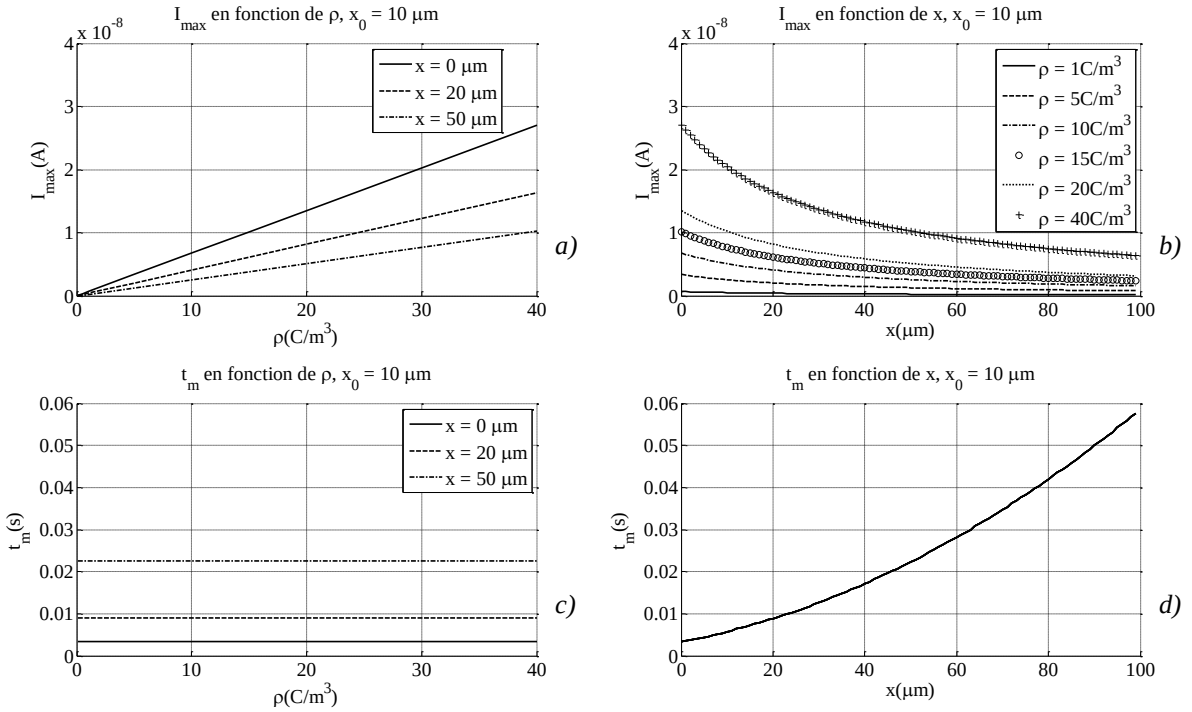


Figure II. 14 Amplitude du courant d'onde thermique I_{max} simulée pour x_0 = 10 µm en fonction de :
a) la densité de charge ρ, b) la position de la charge x
Temps de montée du courant t_m calculé pour x_0 = 10 µm en fonction de :
c) la densité de charge ρ, d) la position de la charge x

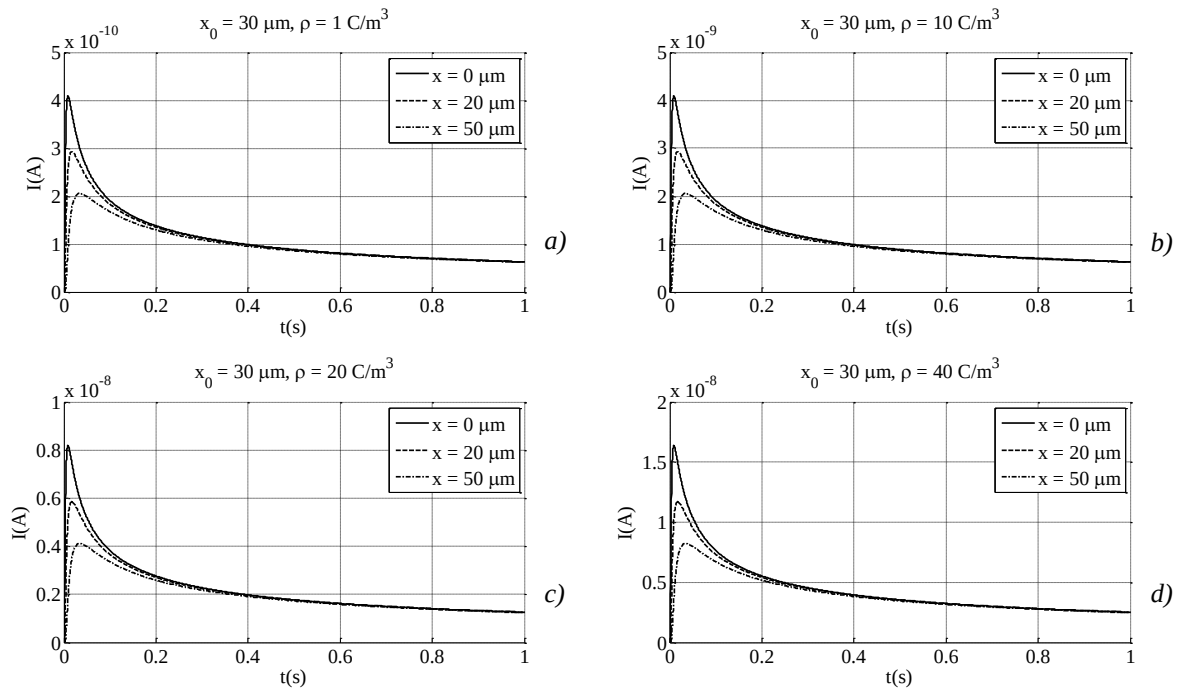


Figure II. 15 Courants simulés pour x_0 = 30 µm et des densités de charge de :
a) ρ = 1 C/m^3, b) ρ = 10 C/m^3, c) ρ = 20 C/m^3 et d) ρ = 40 C/m^3, localisées à x = 0, 20 et 50 µm

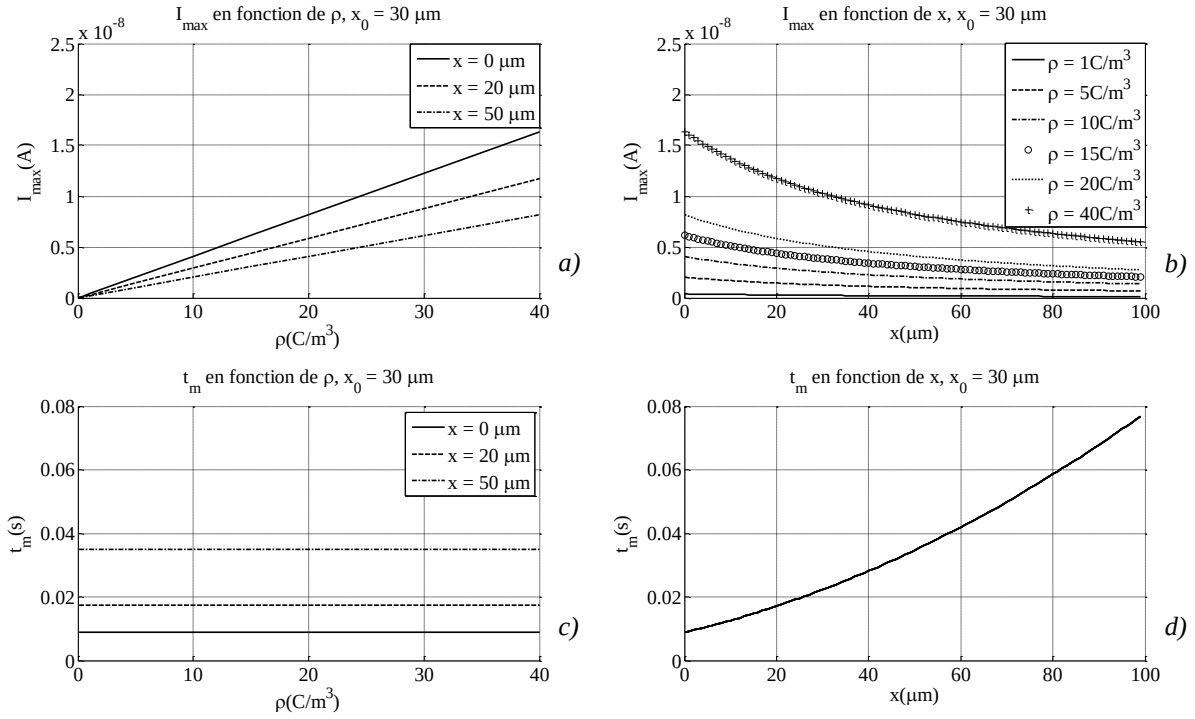


Figure II. 16 Amplitude du courant d'onde thermique I_{max} simulée pour x_0 = 30 µm en fonction de :
a) la densité de charge ρ, b) la position de la charge x
Temps de montée du courant t_m calculé pour x_0=30 µm en fonction de :
c) la densité de charge ρ, d) la position de la charge x

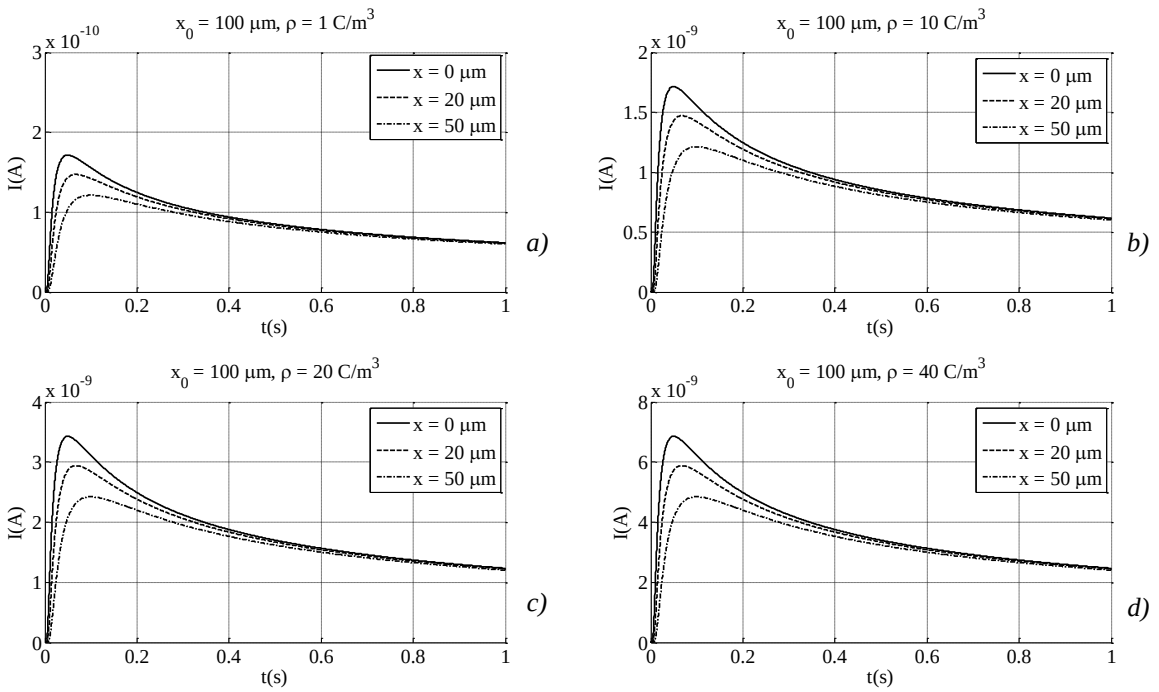


Figure II. 17 Courants simulés pour x_0 = 100 µm et des densités de charge de :
a) ρ = 1 C/m^3, b) ρ = 10 C/m^3, c) ρ = 20 C/m^3 et d) ρ = 40 C/m^3, localisées à x = 0, 20 et 50 µm

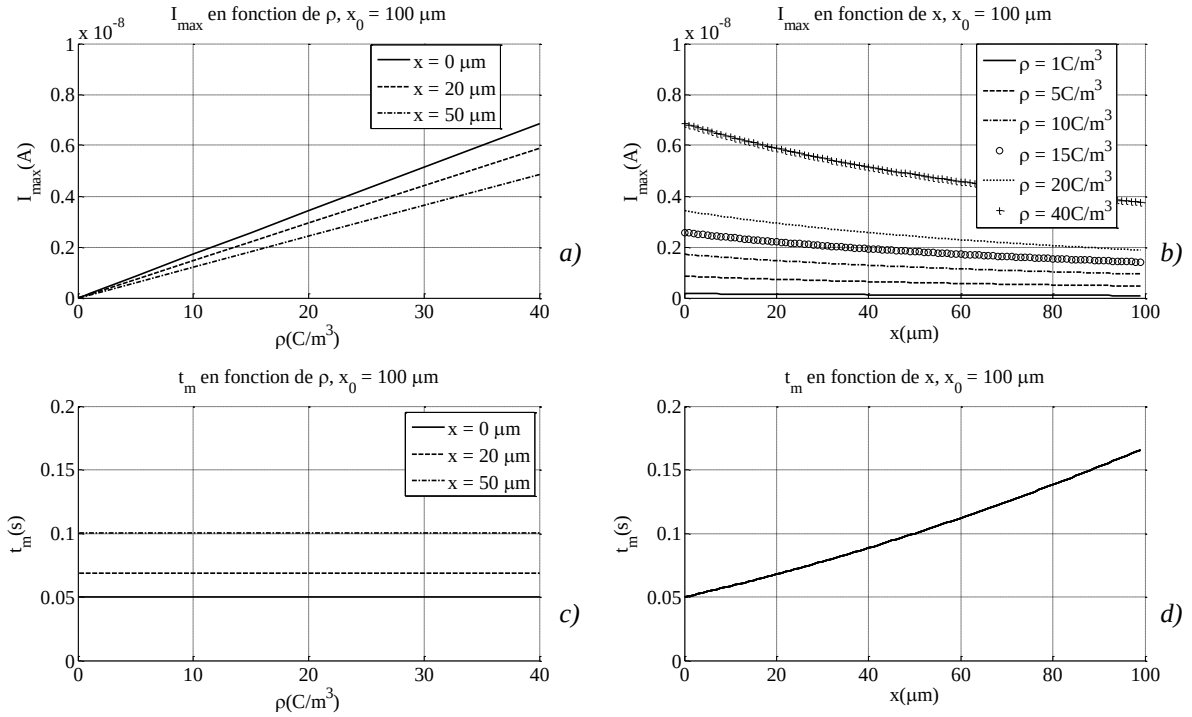


Figure II. 18 Amplitude du courant d'onde thermique I_{max} simulée pour x_0 = 100 µm en fonction de :
a) la densité de charge ρ, b) la position de la charge x
Temps de montée du courant t_m calculé pour x_0 = 100 µm en fonction de :
c) la densité de charge ρ, d) la position de la charge x

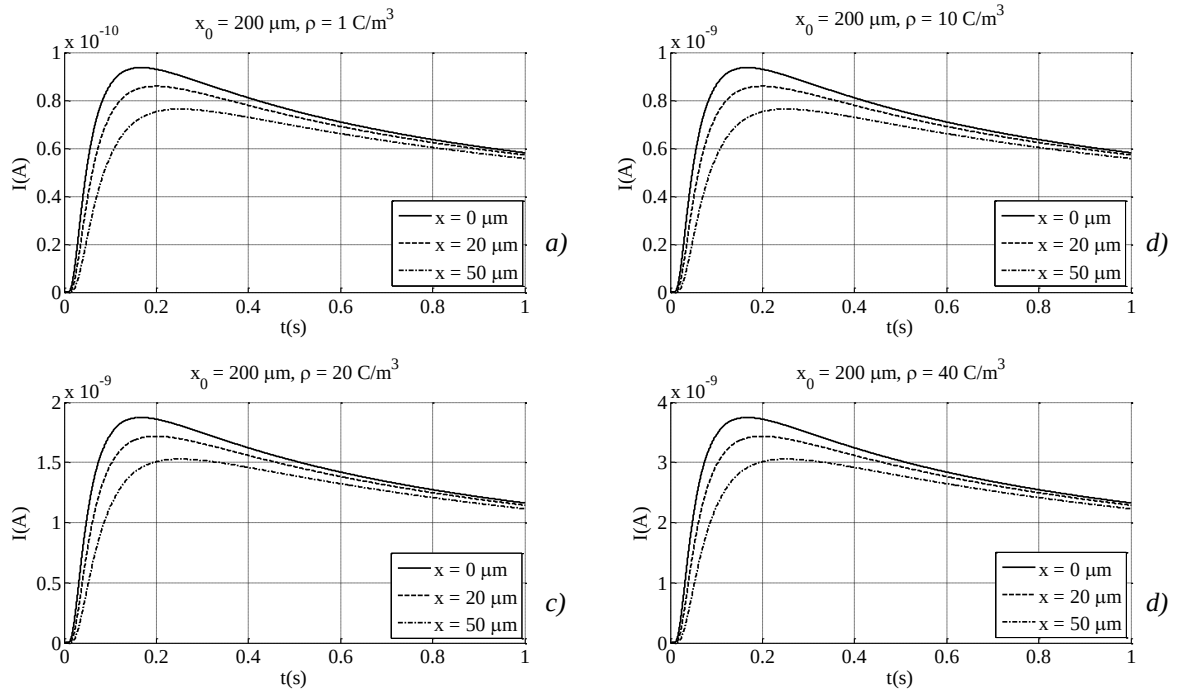


Figure II. 19 Courants simulés pour x_0 = 200 µm et des densités de charge de :
a) ρ = 1 C/m^3, b) ρ = 10 C/m^3, c) ρ = 20 C/m^3 et d) ρ = 40 C/m^3, localisées à x = 0, 20 et 50 µm

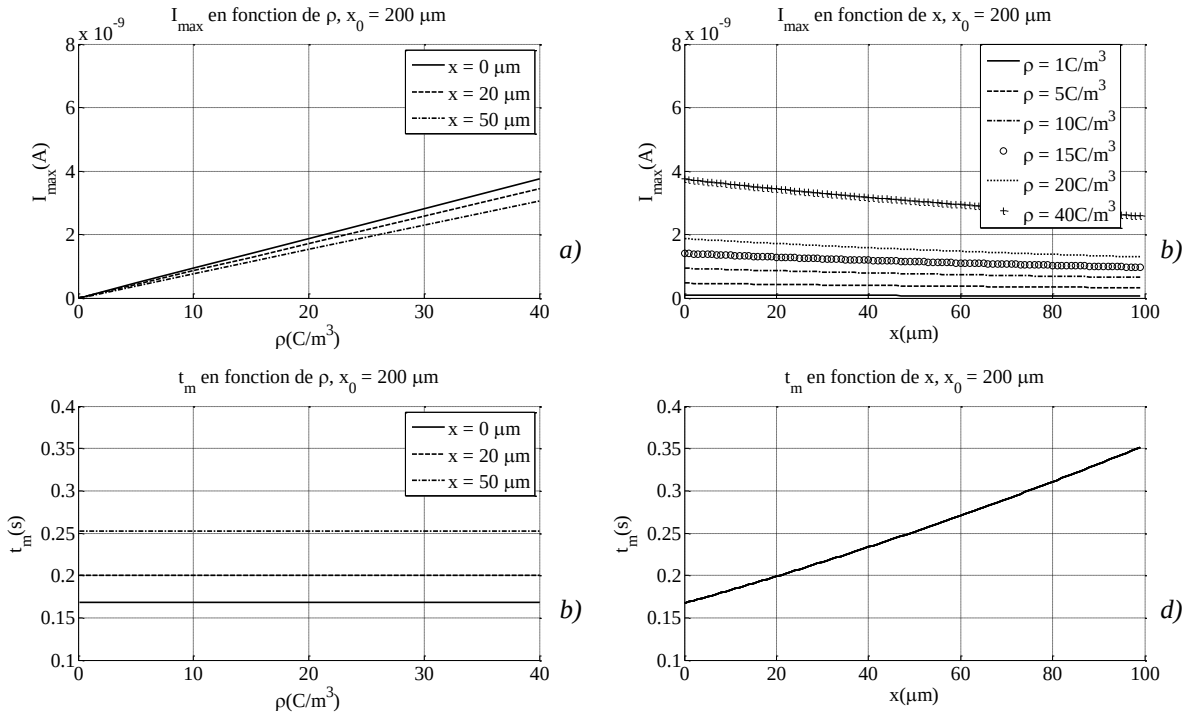


Figure II. 20 Amplitude du courant d'onde thermique I_{max} simulée pour x_0=200 µm en fonction de :
a) la densité de charge ρ, b) la position de la charge x
Temps de montée du courant t_m calculé pour x_0=200 µm en fonction de :
c) la densité de charge ρ, c) la position de la charge x

Les résultats de ces simulations montrent des amplitudes de signaux allant de quelque picoampères à plusieurs dizaines de nanoampères, en fonction des valeurs et des positions des charges. Pour des densités de charge supérieures à 20 C/m^3 (correspondant, sur 1 µm, à des variations des champs électriques supérieurs à 1 kV/mm), les simulations font ressortir des amplitudes de courant d'onde thermique supérieures à 1 nA, et cela même pour des épaisseurs équivalentes de plus de 100 µm et pour des charges situées à 50 µm de profondeur dans l'isolant. Il s'agit de valeurs mesurables avec des appareils spécialisés d'usage assez étendu disponibles sur le marché des appareillages scientifiques.

En ce qui concerne la dynamique des signaux, on obtient des valeurs de temps de montée allant de quelques microsecondes à quelques centaines de microsecondes, fortement dépendantes de la position de la charge dans l'isolant et de l'épaisseur virtuelle x_0. Ceci met bien en évidence que, outre la mise en place d'un transfert thermique efficace dans le système, une instrumentation permettant de mesurer ces courants de l'ordre du nanoampère avec une forte dynamique est nécessaire, à savoir des instruments à l'état de l'art.

4.3. Estimations de résolutions spatiales

A partir des signaux simulés, nous avons procédé à plusieurs estimations de résolutions de positionnement (RP) et de discernement (RD). Elles ont été réalisées avec les paramètres suivants :

- Densité de charge d'espace $\rho \in [0{,}1\ C/m^3;\ 10\ C/m^3]$
- Épaisseur du plan de charge $\Delta x_q = 1\ \mu m$
- Épaisseur virtuelle $x_0 \in [10\ \mu m;\ 300\ \mu m]$
- Épaisseur de la couche semi-conductrice $d_S = 30\ \mu m$
- Position de la charge $x \in [0\ \mu m\ ;\ 90\ \mu m]$ dans l'épaisseur du matériau isolant. Cette valeur ne prend pas en compte l'épaisseur du semi-conducteur (qui se rajoute au x_0, le stimulus étant donc appliqué à $y_0 = x_0 + d_S$ de l'isolant).
- Niveau de bruit $NB \in [1\ pA\ ;\ 10\ pA]$ pour une amplitude maximale du courant d'environ 500 pA.
- Amplitude de l'échelon thermique $\Delta T_0 \in [-10\ ^oC\ ;\ -50\ ^oC]$.

Le choix des paramètres a été motivé par le cahier de charges et par les valeurs mesurées en pratique avec l'installation existante [MAR 10].

4.3.1. Résolution de positionnement

Les figures suivantes regroupent des résolutions de positionnement calculées en fonction de l'épaisseur virtuelle x_0, de la densité de charge d'espace ρ, de la position de la charge x, du niveau de bruit NB et du stimulus thermique ΔT_0.

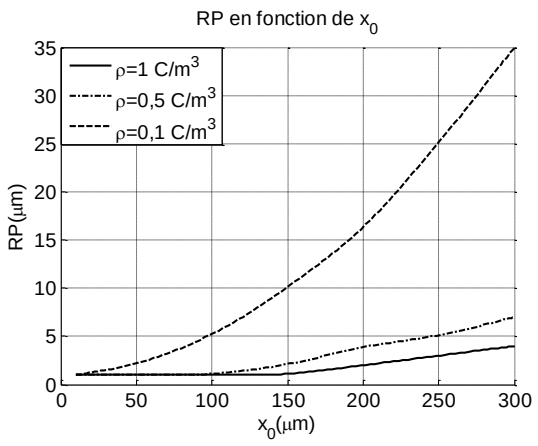


Figure II. 21 RP en fonction de l'épaisseur virtuelle x_0 pour ρ = 0,1 à 1 C/m^3, x = 0 µm et ΔT_0 = -30 ^{o}C avec NB = 1 pA.

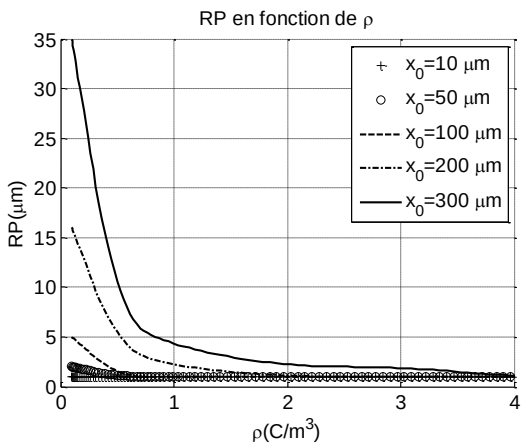


Figure II. 22 RP en fonction de la densité de charge d'espace ρ pour x_0 = 10 à 300 µm, x = 0 µm et ΔT_0 = -30 ^{o}C avec NB = 1 pA.

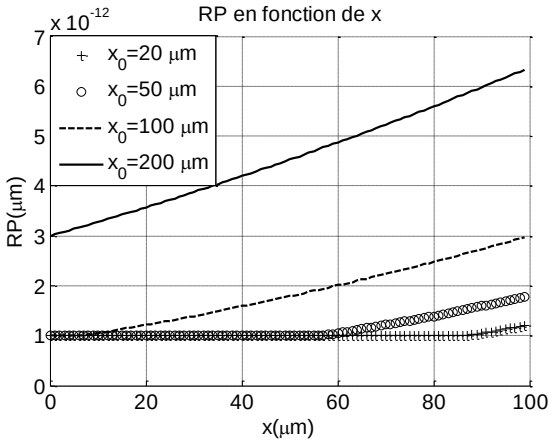


Figure II. 23 RP en fonction de la position x pour x_0 = 10 à 300 µm, ρ = 0,5 C/m^3, x = 0 µm et ΔT_0 = -30 ^{o}C avec NB = 1 pA.

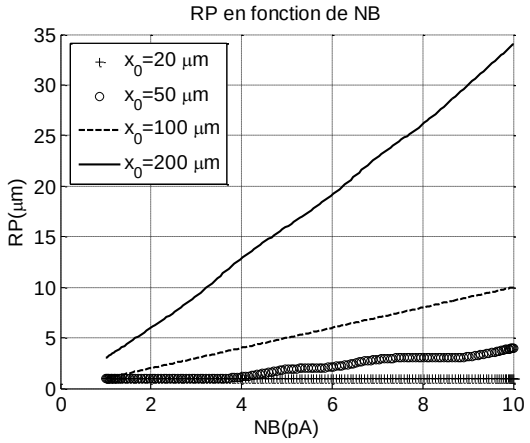


Figure II. 24 RP en fonction du niveau de bruit pour x_0 = 10 à 300 µm, ρ = 0,5 C/m^3, x = 0 µm et ΔT_0 = -30 ^{o}C.

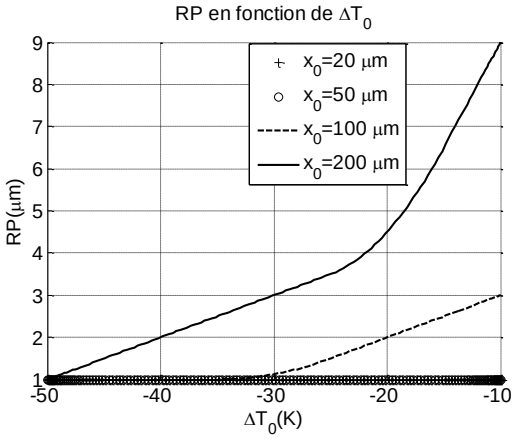


Figure II. 25 RP en fonction de l'amplitude de l'échelon thermique ΔT_0 pour x_0 = 10 à 200 µm, ρ = 0,5 C/m^3, x = 0 µm et NB = 1 pA.

L'analyse de ces données suggère la possibilité d'atteindre des résolutions de positionnement inférieures au micromètre sur les 50 premiers micros de l'échantillon, pourvu que le niveau de bruit soit faible, que les charges piégées aient des densités supérieures au C/m^3 et que l'épaisseur équivalente virtuelle du montage soit inférieure à 50 µm. Dans ces conditions, l'application d'un échelon thermique ΔT_0 = - 30 K semble suffisante. Si l'on souhaite atteindre une telle résolution pour des épaisseurs virtuelles supérieures à 100 µm, il serait souhaitable d'augmenter l'amplitude de l'échelon thermique. En revanche, vu les résultats, ceci pourrait à priori être possible pour des valeurs de charge d'espace plus élevées (10 voire 20 C/m^3), correspondant à des variations du champ résiduel supérieures au kV/mm.

4.3.2. Résolution de discernement

Les résultats ci-dessous illustrent des simulations de résolutions de discernement en fonction de l'épaisseur virtuelle x_0, de la densité de charge d'espace ρ, de la position de la charge x, du niveau de bruit *NB* et du stimulus thermique ΔT_0.

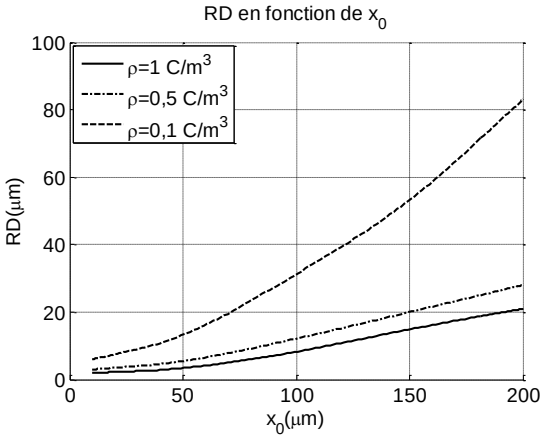


Figure II. 26 RD en fonction de l'épaisseur virtuelle x_0 pour ρ = 0,1 à 1 C/m^3, x = 0 µm et ΔT_0 = -30 °C avec NB = 1 pA.

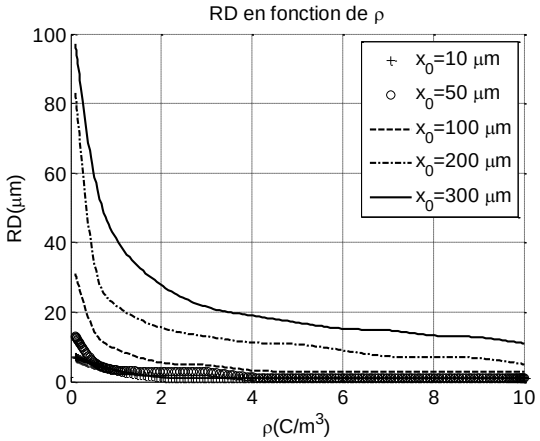


Figure II. 27 RD en fonction de la densité de charge d'espace ρ pour x_0 = 10 à 300 µm, x = 0 µm et ΔT_0 = -30 °C avec NB = 1 pA.

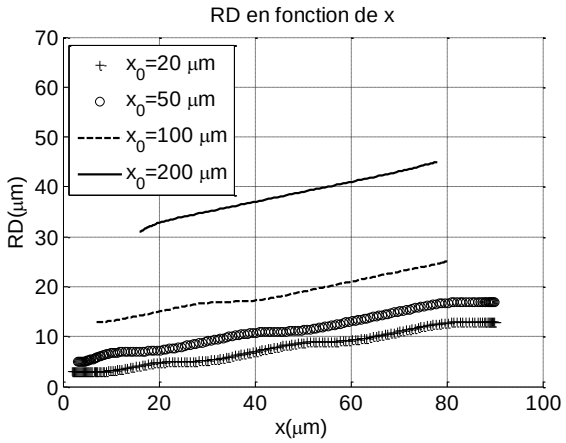


Figure II. 28 RD en fonction de la position x pour x_0 = 10 à 300 µm, ρ = 0,5 C/m^3, x = 0 µm et ΔT_0 = -30 °C avec NB = 1 pA.

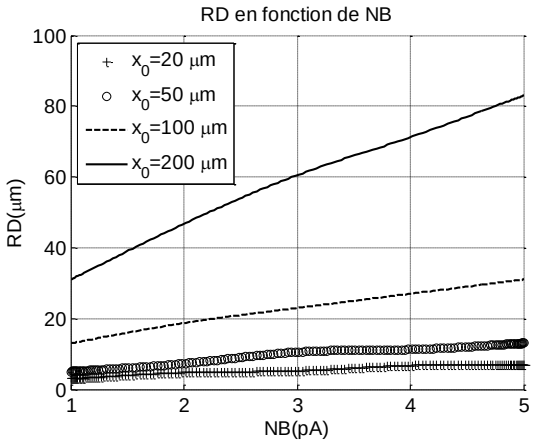


Figure II. 29 RD en fonction du niveau de bruit pour x_0 = 10 à 300 µm, ρ = 0,5 C/m^3, x = 0 µm et ΔT_0 = -30 °C.

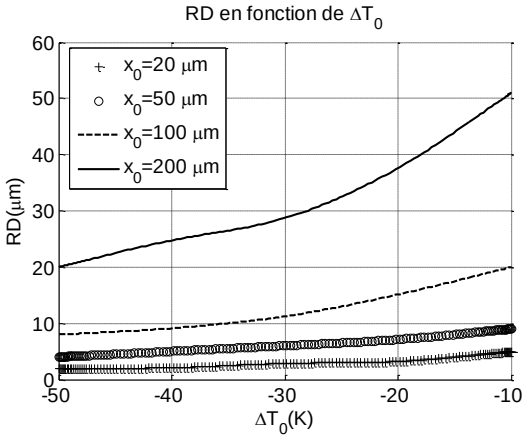


Figure II. 30 RD en fonction de l'amplitude de l'échelon thermique ΔT_0 pour x_0 = 10 à 200 μm, ρ = 0,5 C/m^3, x = 0 μm et NB = 1 pA.

Ces données montrent que, avec les mêmes paramètres que pour la résolution de positionnement, la résolution de discernement est généralement moins bonne. Cependant, on peut espérer atteindre des valeurs de 2 à 3 μm dans des conditions similaires à celles nécessaires pour obtenir une résolution de positionnement de l'ordre du μm.

4.3.3. Conclusions

Les simulations présentées montrent la possibilité d'approcher des résolutions de l'ordre du micromètre dans la première moitié de l'épaisseur d'un échantillon du type considéré avec un échelon thermique de 30 à 40°C. Pour cela, l'épaisseur équivalente virtuelle x_0 devrait être inférieure à 100 μm, idéalement proche de 20 à 30 μm. Cependant, les calculs présentés ont été effectués en considérant des niveaux de bruit relativements faibles (inférieur à 10 pA), selon les valeurs que nous observons habituellement sur l'installation actuelle. Or, il n'est pas garanti qu'une installation visant à acquérir des signaux à plus forte dynamique, telle que le montrent les simulations dans la Figure II. 13 où les temps de montée peuvent être inférieurs à 10 ms, puisse assurer des niveaux de bruit aussi réduits. D'autre part, il convient aussi de tenir compte de l'amplitude du signal mesuré par rapport à l'échelle de mesure utilisée. Pour toutes ces raisons, nous avons étendu ces simulations à des cas moins favorables mais plus proches des conditions susceptibles d'être rencontrées en pratique.

5. Estimations de résolution avec prise en compte d'aspects lié à la chaîne de mesure

5.1. Problématique

Les estimations précédentes ont été réalisées en considérant une chaîne de mesure parfaite, à savoir des instruments à précision constante (indépendante de l'amplitude du signal mesuré) et à bande passante infinie. Or, la précision des instruments est en réalité relative par rapport au maximum de l'échelle utilisée. Un changement d'échelle, nécessaire lorsque l'amplitude du signal augmente ou diminue, entraîne donc un changement de précision.

Les résolutions dépendant du niveau du bruit, donc de la précision de la mesure, un signal nécessitant l'emploi d'un calibre de l'amplificateur de courant bien supérieur à son amplitude fournira en réalité une résolution plus réduite que celle obtenue pour un signal plus faible, mais dont la valeur se situe dans la partie haute de l'échelle immédiatement inférieure. En

d'autres mots, la résolution avec laquelle la répartition des charges sera mesurée dépend de la valeur du signal par rapport au maximum de l'échelle utilisée par l'instrument de mesure. Il convient donc de tenir compte de la précision (que l'on peut assimiler à un niveau de bruit) associée au calibre employé pendant la mesure.

Des amplificateurs de courant à gain élevé (10^8 à 10^{12}) sont nécessaires pour mesurer les courants d'onde thermique. Le calibre nécessaire à un moment donné est déterminé par l'amplitude du courant à mesurer. Nous avons par conséquent étudié les valeurs de résolutions que l'on pourrait atteindre lorsque l'on utilise de tels instruments, en tenant compte des valeurs de la précision (ou du niveau de bruit) par rapport à l'échelle utilisée.

5.2. Résultats et discussion

Des résultats, correspondant à une couche de charge d'épaisseur Δx_q égale à 1 µm pour des épaisseurs virtuelles x_0 comprises entre 10 µm et 100 µm, sont présentés dans les figures suivantes. Pour les obtenir, nous avons simulé des courants d'onde thermique correspondants à différentes valeurs et positions des charges, puis nous avons déterminé les gains en courant correspondants (décades de 10^8 à 10^{11}) nécessaires à un instrument de mesure générique pour pouvoir les mesurer. Les résolutions ont par la suite été calculées en imposant des niveaux de bruit compris entre 1 % et 20 % de la valeur maximale mesurable sur l'échelle correspondante. Les précisions de la plupart des appareils de mesure étant de l'ordre de 1 % de l'échelle, il s'agit donc de valeurs de bruit imposées fortes, dans le but de viser les limites liées à un signal de mesure non filtré.

Tel qu'attendu, ces figures montrent une amélioration de la résolution au fur et à mesure que la valeur de la charge augmente et que l'on s'approche du maximum de l'échelle de l'amplificateur. Néanmoins, un changement de gain de l'instrument peut se traduire par des changements significatifs de la résolution, notamment en termes de discernement. La résolution dépend ainsi de manière non monotone de la valeur de la charge.

Pour des niveaux de bruit faibles, les valeurs de la résolution de positionnement restent inférieures à 2,5 µm, voire en-dessous de 1 µm pour des densités de charge supérieures à 10 C/m^3 (équivalentes, pour une couche de charge de 1 µm, à des variations de champ supérieures à 0,5 kV/mm) si les charges sont placées à moins de 20 µm de la surface et si l'épaisseur virtuelle est inférieure à 20 µm. En termes de résolution de discernement, on obtient, dans les mêmes conditions, des résolutions de 1 à 3 µm près de la surface, et entre 5 et 10 µm au-delà de 20 µm de profondeur. Pour des épaisseurs équivalentes beaucoup plus importantes (70 à 100 µm) et des niveaux de bruits supérieur à 10 %, l'atteinte de ces valeurs est possible seulement très près de la surface, les résolutions s'approchant de 5 µm (voir de 10 µm ou plus pour la résolution de discernement) dès que l'on dépasse 20 µm dans la profondeur de l'échantillon. Des résultats similaires ont été obtenus en considérant une couche de charge dix fois plus mince ($\Delta x_q = 0{,}1\ \mu m$).

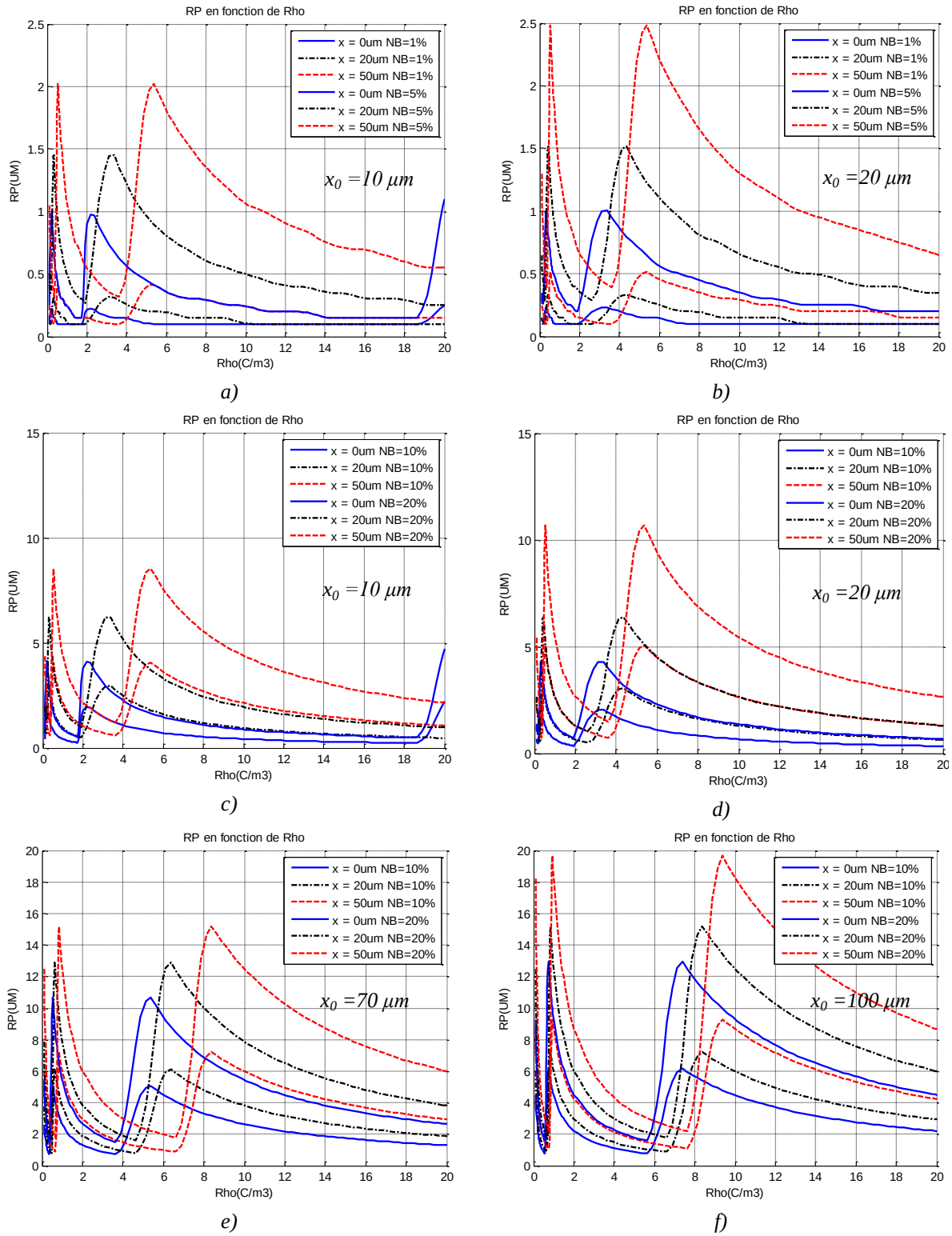


Figure II. 31 RP en fonction de ρ pour Δx_q = 1 µm, x = 0 à 50 µm, NB = 1 à 20% et ΔT_0 = -30 °C avec x_0 = 10 µm (a et c), x_0 = 20 µm (b et d), x_0 = 70 µm (e) et x_0 = 100 µm (f)

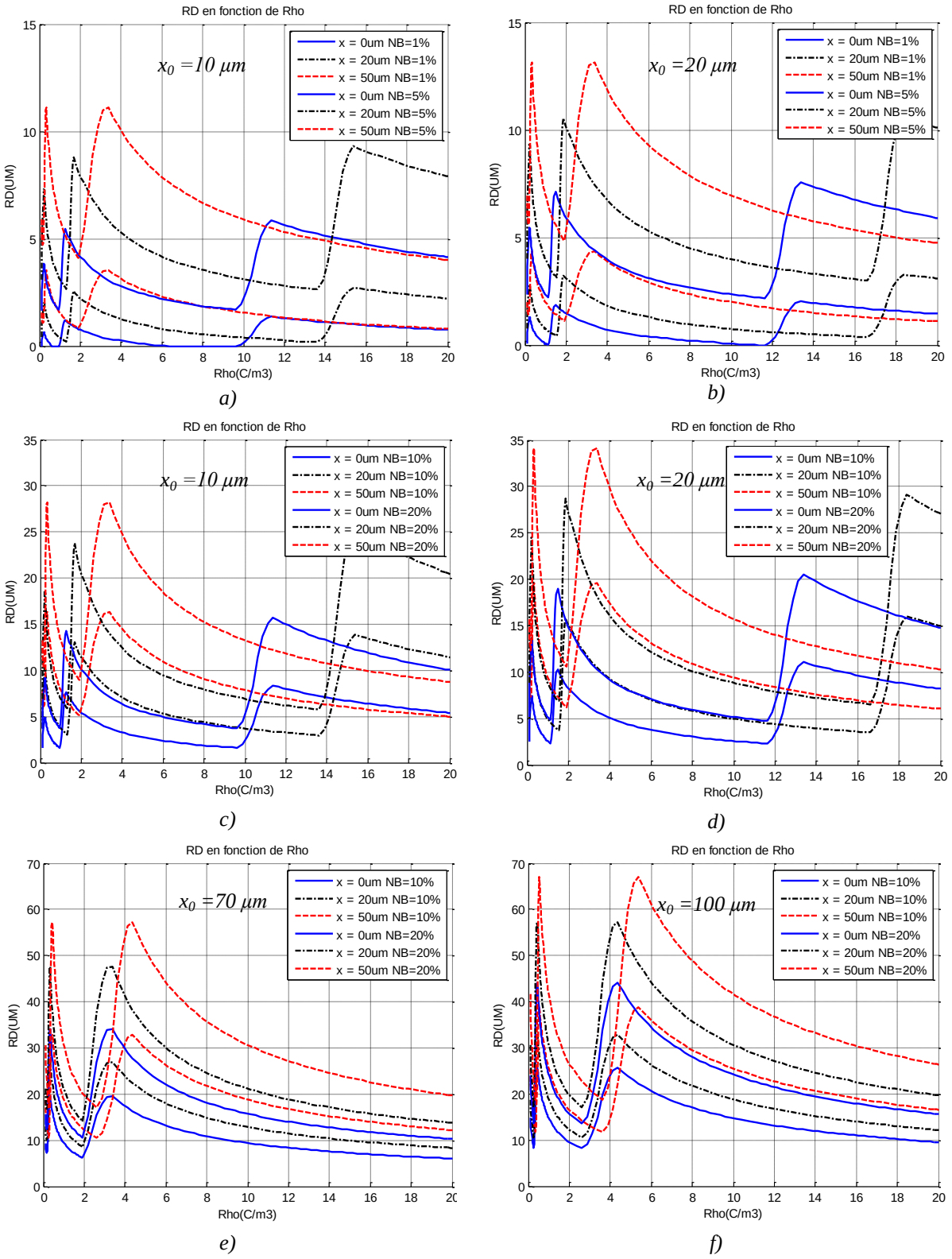


Figure II. 32 RD en fonction de ρ pour Δx_q = 1 µm, x = 0 à 50 µm, NB = 1 à 20% et ΔT_0 = -30 °C avec x_0 = 10 µm (a et c), x_0 = 20 µm (b et d), x_0 = 70 µm (e) et x_0 = 100 µm (f)

En ce qui concerne la dynamique des signaux, les courbes présentées dans les sections précédentes (Figure II. 13 à Figure II. 20) montrent que les temps de montée t_m peuvent être inférieurs à quelques millisecondes si les charges sont placées près de l'électrode et si l'épaisseur équivalente est faible. Si l'on souhaite acquérir un signal dont t_m = 3 *ms* avec 100

points d'échantillonnage, cela nécessite, selon le théorème de Shannon, une fréquence d'échantillonnage f_e supérieure ou égale à 2*(100*1/t_m), soit 66 kHz. D'autre part, on considère généralement que la résolution de positionnement RP est corrélée à la bande passante de l'appareil de mesure Δf telle que RP $\cong$ 1,66*$(W\Delta f)^{-1/2}$ [HOL 08], ce qui correspond, compte tenu des paramètres thermiques du PRC, à des résolutions de 2 à 3 µm pour des bandes passantes comprises entre 50 kHz et 114 kHz. Les meilleurs instruments actuellement disponibles sur le marché peuvent fournir de telles prestations pour des gains inférieurs ou égaux à 10^8, c'est-à-dire dès que l'amplitude du signal s'approche du nanoampère, ce qui semble être le cas pour le type d'échantillon étudié lorsque les champs électriques résiduels deviennent supérieurs à 0,5 kV/mm (correspondant à 100 C/m^3 sur une épaisseur de 0,1 µm ou à 10 C/m^3 sur une épaisseur de 1 µm). Des mesures avec des telles dynamiques nécessitent des cellules de mesure permettant de limiter efficacement les vibrations inhérentes à la circulation du liquide dans le diffuseur thermique et les bruits électromagnétiques provenant des circuits et milieux environnants. Dans tous les cas, l'atteinte des résolutions indiquées par les simulations nécessite de disposer d'un diffuseur thermique capable d'assurer un transfert de chaleur avec une efficacité élevée. L'étude par simulation menant à la conception d'un tel diffuseur fait l'objet de la suite du chapitre.

6. Conception d'un diffuseur thermique à haute efficacité à l'aide de simulations multi-physiques

6.1. Considérations préliminaires

Tel qu'évoqué au début de ce chapitre, les diffuseurs thermiques utilisés dans les mises en œuvres expérimentales actuelles (Figure II. 3) comportent une chambre dans laquelle l'échelon thermique est produit par l'arrivée d'un liquide froid, et dont la partie supérieure est constituée d'une plaque métallique (Figure II. 33). L'échantillon à analyser repose sur cette plaque et est maintenu en contact étroit avec celle-ci par un système à pression constante. A $t = 0$, le liquide à température $T_0 + \Delta T_0$ est injecté dans le diffuseur, et le flux thermique qu'il engendre traverse l'échangeur métallique pour atteindre l'échantillon. Cette configuration permet d'assurer une bonne robustesse de la cellule de mesure. Pour des éprouvettes d'épaisseur supérieure à 100 µm, la faible épaisseur et la conductivité thermique élevée de la plaque métallique (cuivre), ainsi que le système de pression qui maintient l'échantillon en contact étroit avec cette dernière, permettent d'obtenir des résultats satisfaisants en termes de transfert thermique et donc de sensibilité de mesure.

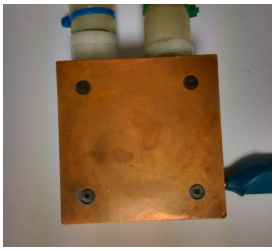


Figure II. 33 Photographie d'un diffuseur thermique MOT classique (à échangeur métallique)

Comme nous l'avons vu, l'épaisseur équivalente x_0 traduit l'efficacité du transfert thermique entre l'endroit où est produit idéalement l'échelon de température (dans le liquide) et la frontière de l'isolant. Dans les systèmes actuels, l'effet de la couche limite thermique du liquide, de la plaque métallique et des couches d'air présentes entre cette plaque et l'échantillon se traduit par des valeurs de x_0 de plusieurs centaines de micromètres. Afin d'obtenir une épaisseur équivalente la plus faible possible et d'approcher les valeurs indiquées par les simulations, il est nécessaire de diminuer le nombre et/ou les épaisseurs des différentes interfaces entre le liquide caloporteur et l'isolant.

Pour éviter la déformation de la plaque métallique sous l'effet de la pression appliquée à l'échantillon pendant l'expérience pour le maintenir en contact étroit avec cette même plaque, l'épaisseur du métal ne peut être réduite indéfiniment. D'autre part, même en diminuant l'épaisseur de la plaque, il n'est pas possible d'éviter l'emprisonnement d'air entre l'échangeur métallique et l'échantillon. Pour améliorer le transfert thermique entre le liquide caloporteur et l'échantillon, nous nous sommes alors intéressés à la mise en place d'une structure dans laquelle l'éprouvette serait en contact direct avec le liquide, et qui ne contiendrait donc plus d'échangeur métallique.

La géométrie de la structure ne permettant pas d'envisager le recours à des calculs analytiques, nous avons procédé à des calculs numériques dans une configuration bidimensionnelle.

6.2. Configuration de base, domaine de calcul et équations

Dans une première étape, nous avons considéré la structure en 2D illustrée dans la figure suivante, composée d'une couche de liquide ayant les caractéristiques de l'eau à température ambiante (« Eau »), d'une couche mince isolante représentant l'échantillon (« PE ») et d'une plaque massive en cuivre constituant l'électrode supérieure (« Cuivre »). L'échantillon est en contact avec le liquide. Initialement, toute la structure est considérée à température ambiante ($T_0 = 20°C$).

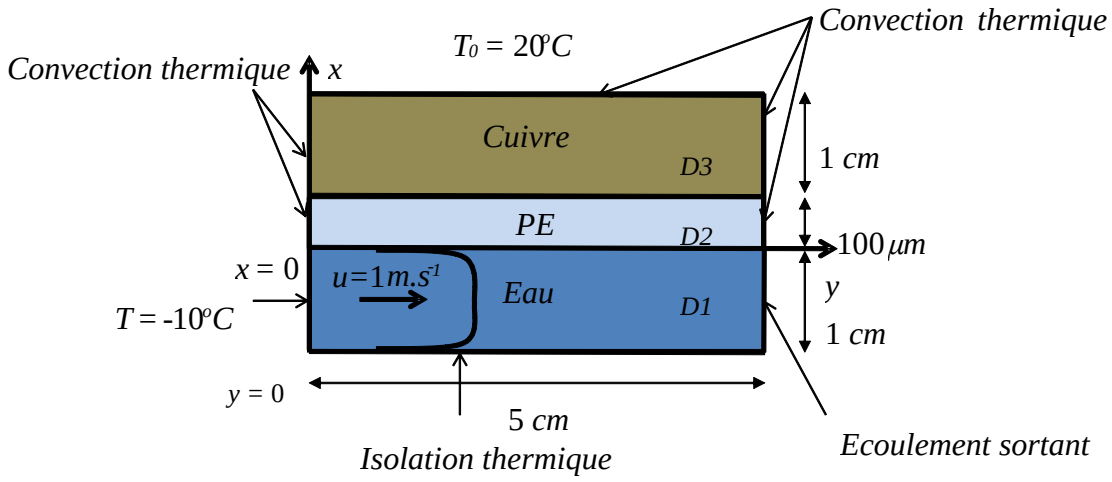


Figure II. 34 Structure en 2D de base considérée pour l'étude des transferts thermiques et conditions aux limites

A $t = 0$, on considère qu'un liquide se mouvant de gauche à droite à une vitesse $u = 1\ m/s$ et dont la température vaut $T = T_0 + \Delta T_0$ = -10°C (soit correspondant à un échelon thermique $\Delta T_0 = -30\ K$) repousse le liquide à température ambiante déjà présent dans l'échangeur. La vitesse du liquide est imposée de manière à provoquer un écoulement turbulent, caractérisé par un nombre de Reynolds $R_e = \rho u d / \mu_d > 10000$ (avec ρ = 1000 kg/m^3 masse volumique du liquide, u sa vitesse, $\mu_d = 10^{-3}$ Pa*s sa viscosité dynamique et d = 1 cm le diamètre du conduit), afin de faciliter l'échange thermique avec l'échantillon. Le liquide caloporteur longe donc l'échantillon selon l'axe y dans le sens indiqué.

Les calculs thermo-fluidiques ont été effectués en utilisant le module « Transfert de chaleur fluide-solide » du logiciel Comsol Multiphysics®. Ainsi, dans les trois domaines D1 (Eau), D2 (PE) et D3 (Cu), a été résolue l'équation de la chaleur dans sa forme généralisée :

$$\rho c_p \frac{\partial T}{\partial t} - P = \nabla \cdot (k \nabla T) + Q \qquad \textit{Eq II.31}$$

avec ρ masse volumique, c_p capacité calorifique, P puissance volumique créée par les sources locales, k conductivité thermique et Q puissance volumique échangée par convection. Dans les domaines D2 et D3, le terme source $P = 0$, alors que dans le domaine D1 $P = \rho c_p \vec{u} \cdot \vec{\nabla} T$, correspondant au flux thermique apporté par le liquide.

Tableau II. 5 Propriétés physiques des matériaux utilisées dans les simulations

Grandeur physique	***Symbole***	***Valeur dans D3 (Cu)***	***Valeur dans D2 (PE)***	***Valeur dans D1 (~Eau)***	***Unité***
Conductivité thermique	k	390	0,38	0,6	*W/(m*K)*
Capacité calorifique	c_p	385	1900	4180	*J/(kg*K)*
Masse volumique	ρ	8960	930	1000	*kg/m^3*

A l'équation précédente ont été associées les conditions aux limites thermiques suivantes :

- Sur les frontières D1/D2 et D2/D3 : contact thermique modélisé par Comsol® à l'aide du modèle Cooper-Mikic-Yovanovich (échange par convection au niveau microscopique) ;
- Sur la frontière longeant la base du domaine D1 : isolation thermique ($\vec{n}(-k\nabla T) = 0$) ;
- Sur la frontière gauche du domaine D1 : T = -10°C ;
- Sur la frontière droite du domaine D1 : $\vec{n}(-k\nabla T) = 0$.

Dans le domaine D1, correspondant au domaine de circulation du liquide qui constitue la source de chaleur, l'équation de la chaleur a été couplée aux équations de Navier-Stokes :

$$\frac{\partial(\rho \vec{u})}{\partial t} + \rho(\vec{u} \cdot \nabla)\vec{u} = \nabla \cdot \left(\overline{\overline{\sigma}}\right) + \rho \vec{g} \qquad \textit{Eq II.32}$$

$$\frac{\partial(\rho \vec{u})}{\partial t} + \nabla \cdot (\rho \vec{u}) = 0 \qquad \textit{Eq II.33}$$

où $\overline{\overline{\sigma}}$ est le tenseur des contraintes et g l'accélération gravitationnelle. Pour un fluide newtonien tel que l'eau, ce tenseur peut s'écrire :

$$\overline{\overline{\sigma}} = -p\overline{\overline{\delta}} + \overline{\overline{\tau}} \qquad \textit{Eq II.34}$$

avec p la pression statique, $\overline{\overline{\delta}}$ le tenseur identité et $\overline{\overline{\tau}}$ le tenseur des contraintes visqueuses :

$$\overline{\overline{\tau}} = \mu\left(\nabla\left(\vec{u}\right) + \nabla\left(\vec{u}\right)^T\right) - \frac{2}{3}\mu\left(\nabla\cdot\vec{u}\right)\overline{\overline{\delta}} \qquad \textit{Eq II.35}$$

Initialement, le fluide est au repos (u = 0), les conditions aux limites étant u = 1 m/s sur la frontière gauche du domaine D1 et p = 0 (pression nulle) sur sa frontière droite. Cette dernière condition est nécessaire pour initialiser le tenseur des contraintes visqueuses, le logiciel calculant ainsi des valeurs de pression référencées par rapport à la pression de sortie. Aux frontières horizontales du domaine D1, les conditions aux limites sont des conditions de paroi (vitesse nulle, u = 0).

Le maillage de la structure a été fait en utilisant des quadrilatères, avec des tailles d'éléments de 1 µm au niveau des frontières et un taux de croissance de 1,2 vers l'intérieur des domaines.

6.3. Analyse des transferts thermiques dans la configuration de base

L'évolution temporelle de la température au milieu de la structure (abscisse y = 2,5 cm) à différentes hauteurs x comprises entre 0,2 nm et 2 mm de la surface du liquide est illustrée dans la Figure II. 35.

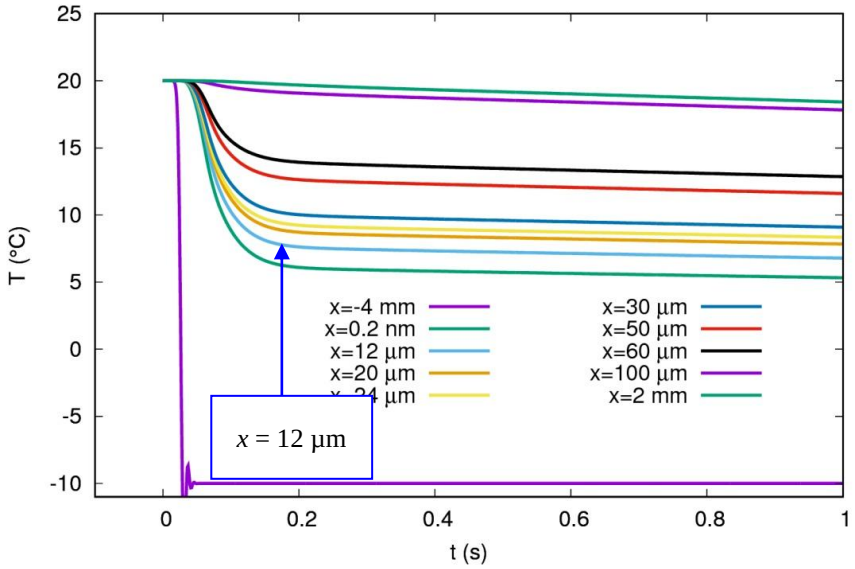


Figure II. 35 Évolution temporelle de la température au milieu de la structure (y = 2,5 cm) à différentes hauteurs x par rapport à la surface du liquide

Pour déterminer la valeur de x_0, nous avons comparé cette évolution (provoquée par l'arrivée et l'écoulement du liquide caloporteur) avec celle obtenue en appliquant un échelon thermique idéal de même valeur ΔT_0 à une distance x_0 de la frontière basse de l'isolant, en considérant que l'épaisseur x_0 était constituée d'un matériau dont les paramètres thermiques étaient identiques au polyéthylène. De tels résultats, obtenus à une ordonnée x = 12 µm pour plusieurs valeurs de x_0, sont illustrées dans la Figure II. 36.

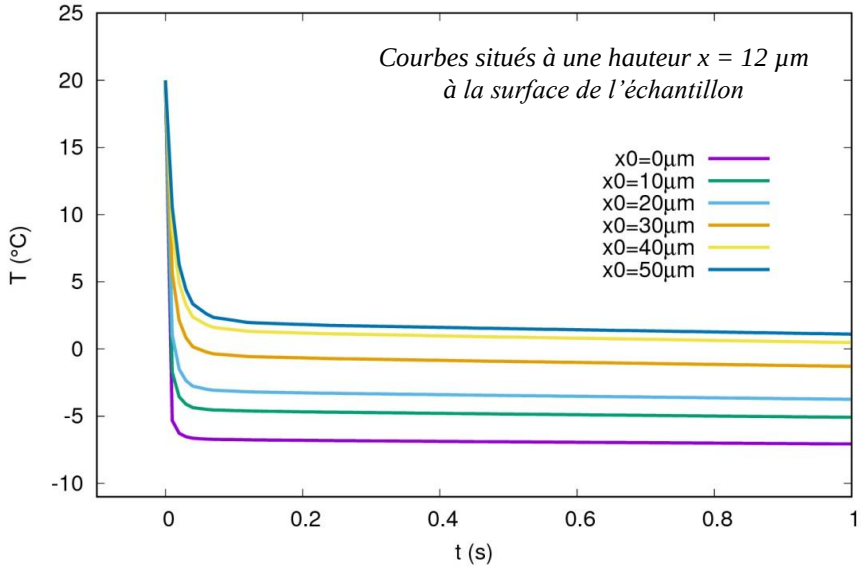


Figure II. 36 Évolution temporelle de la température à une hauteur x = 12 µm dans l'échantillon en considérant un échelon thermique idéal et différentes valeurs de x_0

Comparons maintenant la courbe correspondant à x = 12 µm dans la Figure II. 35 aux différentes courbes de la Figure II. 36 ci-dessus. On constate que l'ensemble de ces dernières se situent « en-dessous » de la courbe indiquée par la flèche, ce qui indique que, même pour x_0 = 50 µm, la température dans le cas idéal illustrée dans la Figure II. 36 est toujours trop basse par rapport à celle correspondant au cas où le liquide coule sur la surface de l'échantillon. En conclusion, lors du refroidissement par le liquide s'écoulant le long de l'échantillon, l'épaisseur équivalente au milieu de l'éprouvette (y = 2,5 cm) est supérieure à 50 µm.

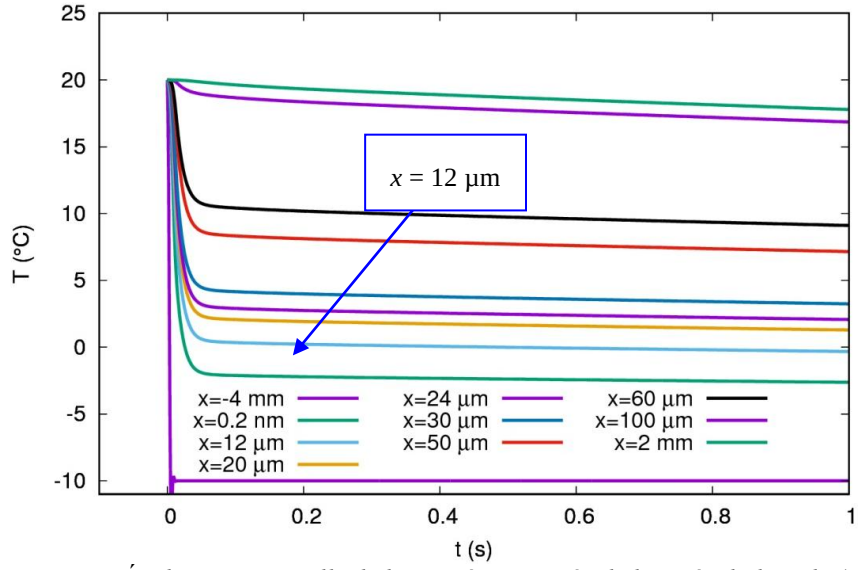


Figure II. 37 Évolution temporelle de la température près de l'entrée du liquide (y = 0) à différentes hauteurs x par rapport à la surface du liquide

Les résultats présentés dans la Figure II. 37 correspondent à l'évolution de la température à y = 0, à savoir près de l'entrée du liquide froid. Si l'on regarde maintenant la courbe indiquée par la flèche, on constate qu'elle se superpose à la courbe correspondant à x_0 = 30 µm dans la Figure II. 36. On a donc, à l'entrée du radiateur, une épaisseur équivalente x_0 de 30 µm.

Ces calculs montrent que, dans la structure considérée, la valeur de l'épaisseur équivalente augmente au fur et à mesure que l'on s'éloigne du point d'entrée du fluide caloporteur, si bien que si l'on peut obtenir une valeur de $x_0 = 30$ µm près de ce point d'entrée, au-delà de quelques centimètres cette exigence n'est plus satisfaite.

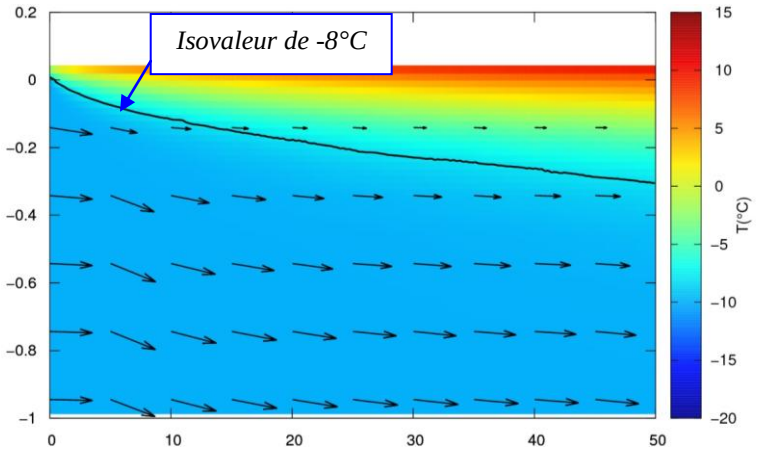


Figure II. 38 Cartographie de la vitesse du liquide caloporteur et de la température à t = 1,935 s

Afin d'analyser ce résultat, nous avons déterminé les champs des vitesses et des températures le long de l'échantillon, illustrés dans la Figure II. 38 à t = 1,935 s après injection du liquide caloporteur. Si l'on suit, par exemple, la courbe noire matérialisant l'isovaleur de - 8 °*C*, on constate que la température varie le long de l'interface selon l'axe y, en faisant ainsi augmenter x_0 dans le sens de l'avancée du fluide. Il s'agit d'un effet de la couche limite thermique du liquide caloporteur, qui ne permet pas l'obtention d'une épaisseur équivalente x_0 inférieure à 50 µm sur l'ensemble du domaine avec la configuration considérée. Il en résulte que, pour espérer atteindre des épaisseurs équivalentes inférieures à 50 µm sur l'ensemble de la surface excitée thermiquement, il est nécessaire d'optimiser la conception de cette structure afin de s'affranchir de l'extension de la couche limite thermique.

6.4. Optimisation de la structure du diffuseur

La démarche que nous avons entreprise à consisté à modifier la structure du diffuseur, en le dotant d'un nombre d'entrées et de sorties suffisantes pour limiter le développement de la couche limite thermique. Une telle structure, comportant 4 entrées et 3 sorties de fluide, est présentée dans la Figure II. 39. La vitesse du fluide à travers les entrées verticales a été également augmentée à u = 2 m/s afin d'accélérer le degré de turbulence et donc d'améliorer le transfert thermique.

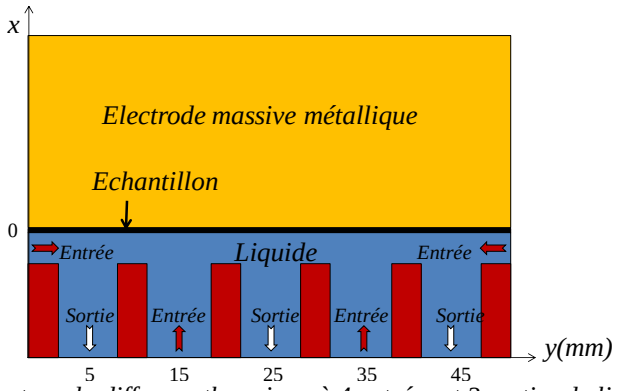


Figure II. 39 Structure du diffuseur thermique à 4 entrées et 3 sorties de liquide caloporteur

Avec une telle configuration, les Figure II. 40 à Figure II. 42 mettent en évidence des valeurs de l'épaisseur équivalente x_0 inférieures à 8 µm aux endroits placés devant les entrées de liquide, et de 25 à 30 µm au niveau des sorties. Ces figures présentent une comparaison des évolutions temporelles, de leurs dérivées et des gradients de la température dans le cas d'un refroidissement par liquide et d'un refroidissement par échelon thermique idéal placé à x_0 de la surface de l'échantillon.

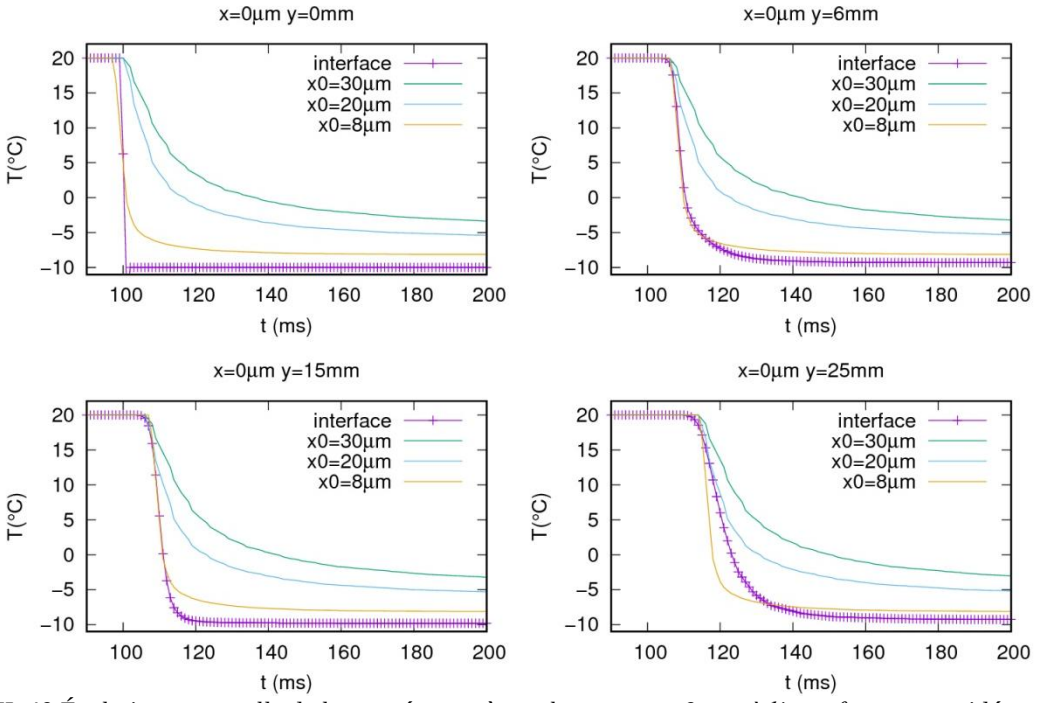


Figure II. 40 Évolution temporelle de la température à une hauteur x = 0 µm à l'interface en considérant un refroidissement par liquide (« interface ») et en considérant le modèle à épaisseur équivalente (« x_0 »).

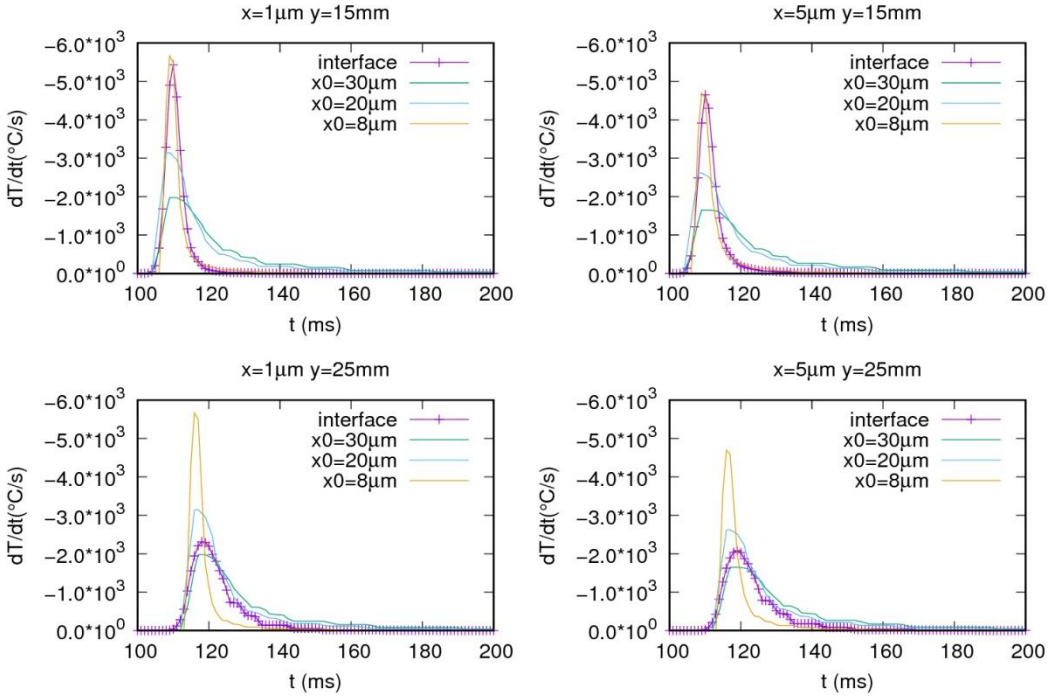


Figure II. 41 Dérivée temporelle de la température dans l'isolant calculée à 1 µm et à 5 µm de la surface inférieure de l'échantillon, en considérant un refroidissement par liquide (« interface ») et en considérant le modèle à épaisseur équivalente (« x_0 »). Résultats obtenus à des endroits situés sous une entrée de liquide (y = 15 mm) et sous une sortie de liquide (y = 25 mm)

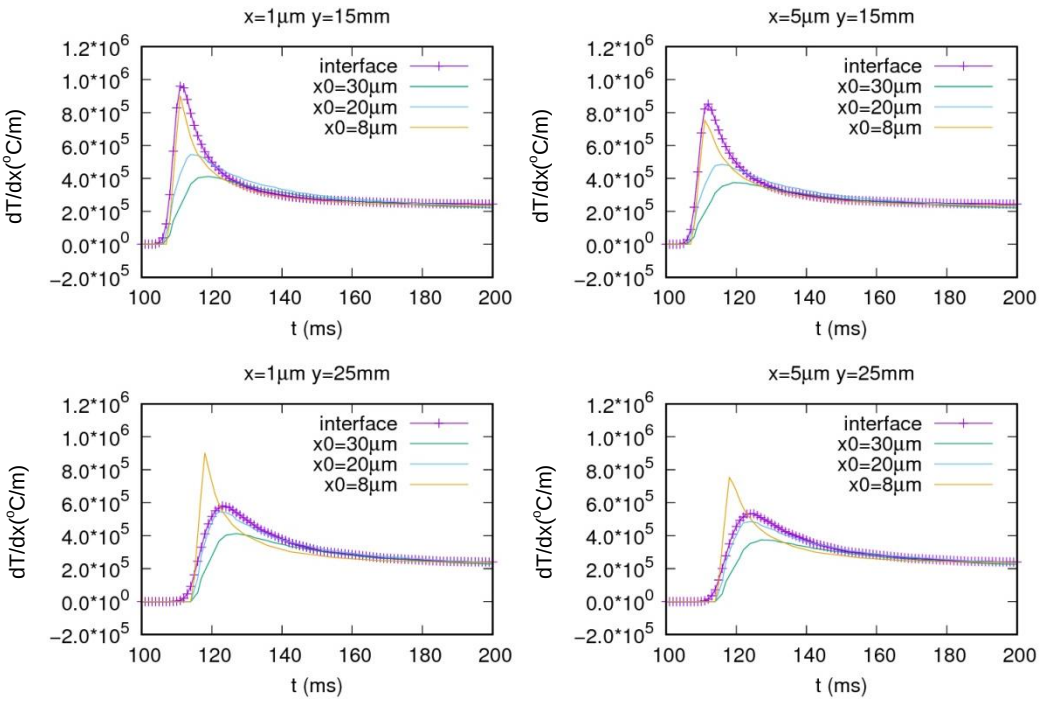


Figure II. 42 Gradient thermique dans l'isolant calculé à 1 µm et à 5 µm de la surface inférieure de l'échantillon, en considérant un refroidissement par liquide (« interface ») et en considérant le modèle à épaisseur équivalente (« x_0 »). Résultats obtenus à des endroits situés sous une entrée de liquide (y = 15 mm) et sous une sortie de liquide (y = 25 mm)

Il en ressort que ce design améliore sensiblement le transfert thermique. Néanmoins, l'épaisseur virtuelle « fluctue » toujours dans l'espace, ce qui est également mis en évidence par la répartition de température illustrée dans la Figure II. 43, où l'on remarque des variations significatives de la température surfacique de l'échantillon à certains endroits situés devant les entrées de liquide. La Figure II. 44 et la Figure II. 45 montrent, quant à elles, que les variations de température surfacique évoquées se produisent à des endroits où la vitesse du liquide caloporteur est nulle et sa pression plus élevée que dans le reste du diffuseur.

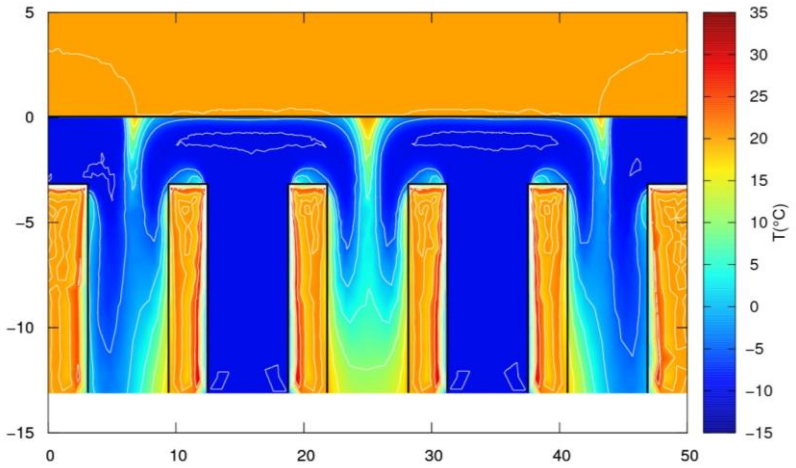


Figure II. 43 Répartition de la température dans la structure à 4 entrées et 3 sorties

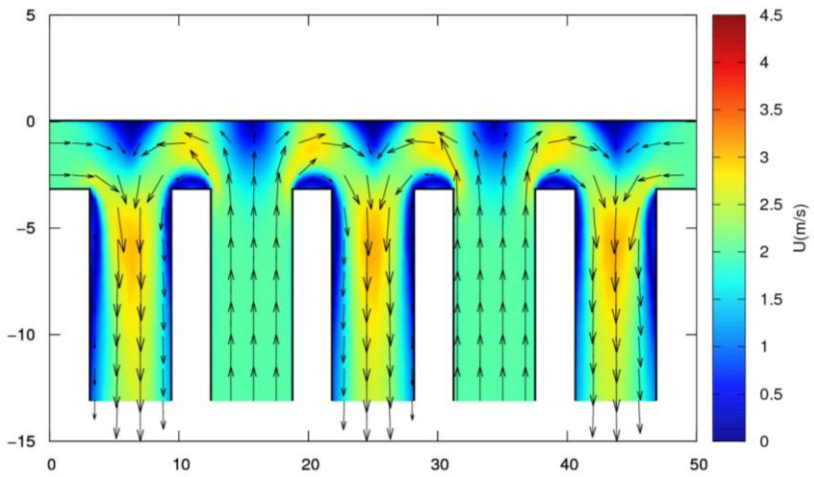


Figure II. 44 Champ de vitesse du liquide caloporteur dans la structure à 4 entrées et 3 sorties

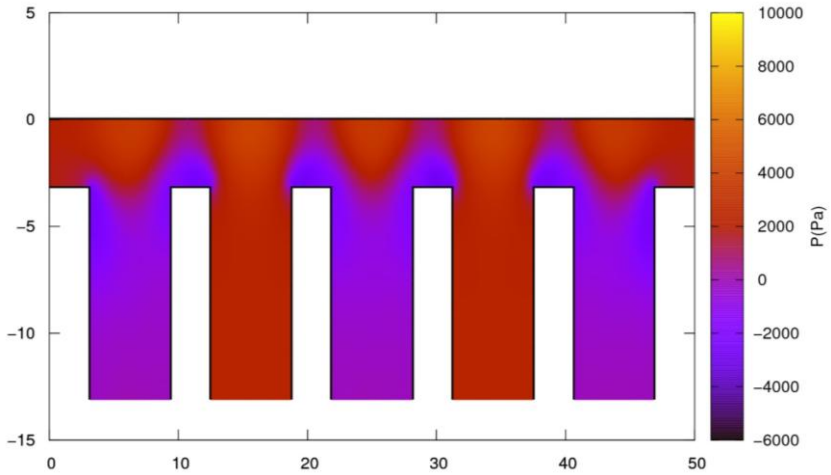


Figure II. 45 Répartition de la pression dans la structure à 4 entrées et 3 sorties

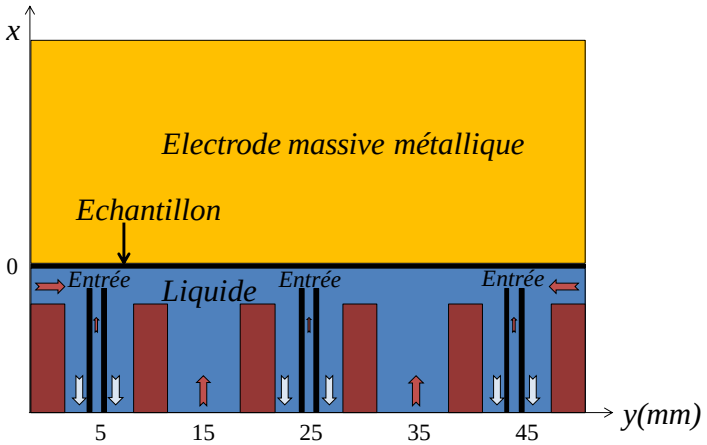


Figure II. 46 Structure d'un diffuseur thermique à 7 entrées et 3 sorties de liquide caloporteur

Afin de diminuer ces « oscillations » de température et de pression, trois entrées de liquide ont été rajoutées devant les trois endroits à forte inhomogénéité de température (correspondant à y = 5mm, 25mm et 44 mm). Elles sont identifiées dans la Figure II. 46 par des traits noirs épais. Les répartitions de température et de pression dans l'échangeur pourvu de ces trois entrées verticales supplémentaires, à travers lesquelles le liquide est injecté avec la même vitesse que dans les autres, sont données par la suite dans la Figure II. 47.

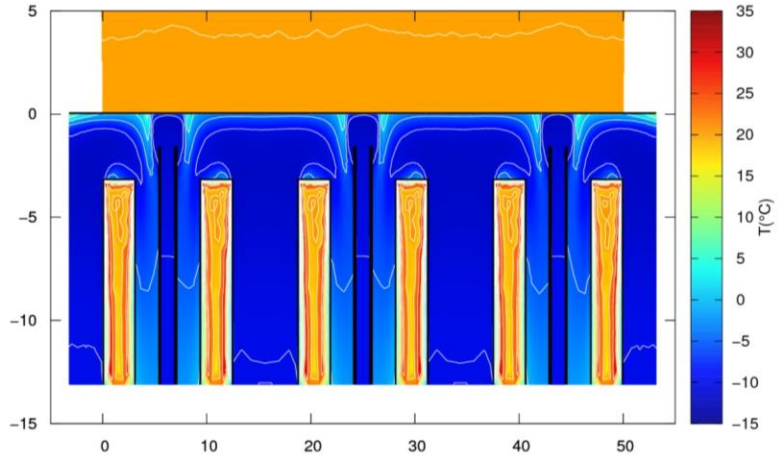


Figure II. 47 Répartition de la température dans la structure à 7 entrées et 3 sorties

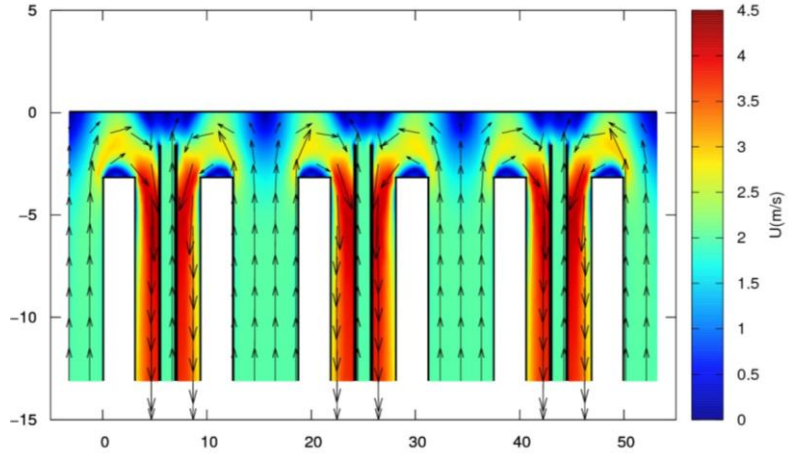


Figure II. 48 Champ de vitesses du liquide caloporteur dans la structure à 7 entrées et 3 sorties

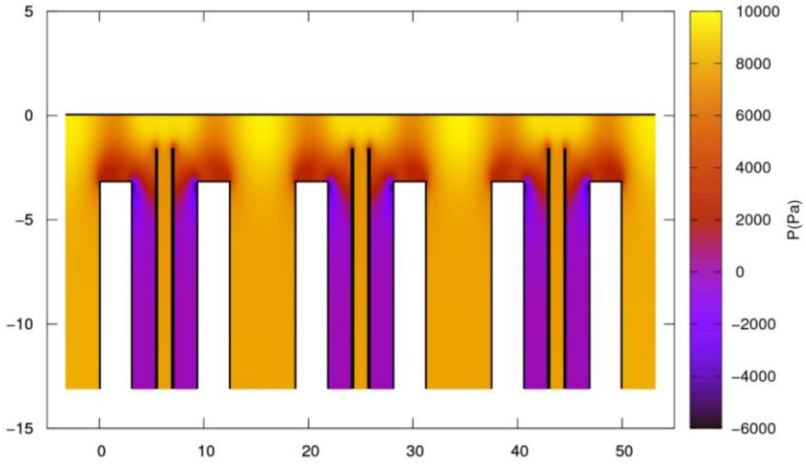


Figure II. 49 Répartition de la pression dans la structure à 7 entrées et 3 sorties

On s'aperçoit ainsi que ces dernières modifications ont pour effet d'augmenter la pression à la surface de l'échantillon, mais également d'homogénéiser la répartition de la température à ce même endroit. Ceci laisse entrevoir la possibilité de réaliser, en utilisant une topologie de ce

type, un diffuseur thermique dans lequel l'épaisseur équivalente pourrait descendre en-dessous de 10 µm, en fluctuant peu le long de l'échantillon.

Nous avons donc procédé à une extension en 3D de la structure 2D précédente, qui est présentée ci-dessous. Dans cette configuration, le liquide caloporteur est injecté dans le diffuseur par les petites orifices de section circulaire et, après avoir heurté la surface de l'échantillon, est évacué vers la sortie par les orifices de section hexagonale, puis par les quatre grands orifices circulaires latéraux (Figure II. 50 et 51). La masse du diffuseur a été réduite au minimum, de manière à diminuer le plus possible son inertie thermique, en concentrant ainsi les échanges de chaleur vers l'échantillon.

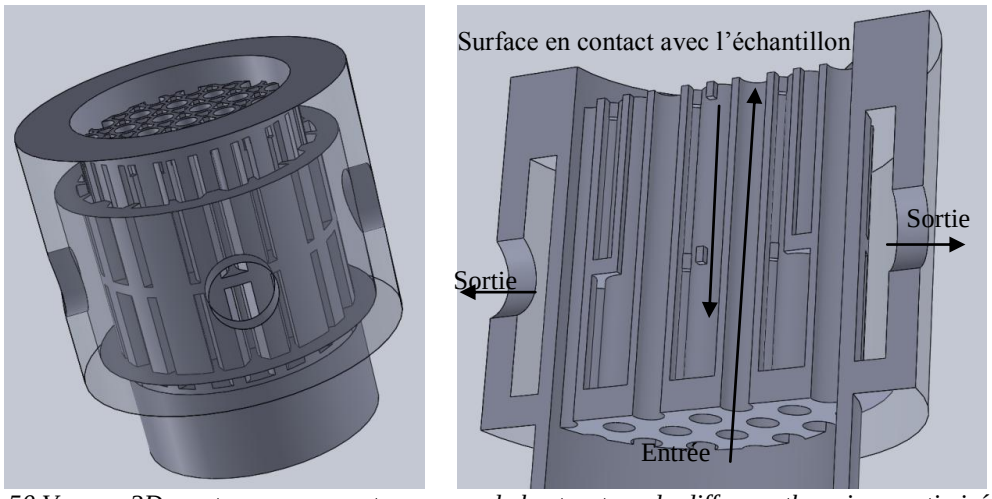


Figure II. 50 Vues en 3D par transparence et en coupe de la structure du diffuseur thermique optimisé

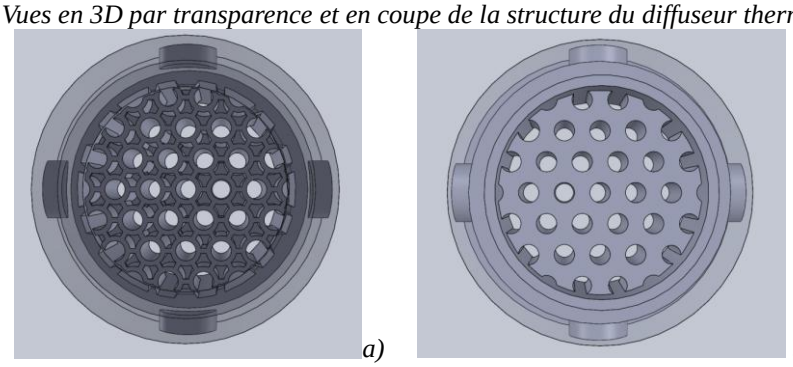


Figure II. 51 Vues de la partie supérieure sur laquelle est placé l'échantillon a) et de la partie inférieure permettant l'entrée du liquide b) dans le diffuseur thermique optimisé

Sur le plan pratique, eu égard sa complexité, l'obtention d'une telle topologie par l'utilisation de moyens conventionnels d'usinage tel que le fraisage est difficilement envisageable. En revanche, l'avènement et la démocratisation des solutions d'impression en 3D permettent désormais la mise en œuvre de pièces complexes – telle que notre diffuseur thermique optimisé – dans des temps réduits et à partir de plan 3D réalisés par DAO. Les aspects afférents à la réalisation du diffuseur et à sa structure exacte sont détaillés dans le chapitre 3.

Nous aurions souhaité réaliser des simulations thermo-fluidiques sur la structure 3D proposée de la même manière que sur les modèles 2D précédents. Néanmoins, la complexité de cette structure et les moyens de calcul que nous avons eu à notre disposition ne nous ont pas permis d'envisager de telles simulations dans des durées raisonnables. Nous avons donc décidé de

réaliser un diffuseur basé sur la structure définie ci-avant et de l'évaluer expérimentalement à postériori.

7. Conclusions

Ce chapitre a été dédié à l'évaluation, grâce à des simulations analytiques et numériques, des caractéristiques et des performances d'une mise en œuvre de la méthode de l'onde thermique sur de structures isolantes de polyéthylène réticulé de 100 µm d'épaisseur munies d'électrodes semi-conductrices de quelques dizaines de micromètres.

Les simulations ont montré que l'application d'un échelon thermique (positif ou négatif) de 30 à 50 °C sur ce type d'échantillon peut induire des courants d'onde thermique de plusieurs nanoampères (voire des dizaines de nanoampères) pour des densités de charge d'espace allant de quelques C/m^3 à plusieurs dizaines de C/m^3, soit pour des champs électriques résiduels supérieurs au kV/mm. L'obtention de tels signaux, nécessaires à la réalisation de mesures avec une dynamique suffisante et à des résolutions s'approchant du micromètre, requiert un échange thermique efficace entre la source de chaleur et l'isolant, quantifié par une épaisseur équivalente virtuelle le plus faible possible, idéalement de quelques dizaines de micromètre au maximum.

Nous avons donc procédé à des simulations multi-physiques afin d'étudier les échanges de chaleur amenés par un liquide caloporteur dans une structure jouant le rôle de diffuseur thermique. Ces calculs numériques ont permis de définir et d'optimiser une topologie de diffuseur dans laquelle le transfert de chaleur vers l'échantillon s'opère par contact direct entre le liquide caloporteur et les électrodes.

Dans la suite du mémoire, nous présentons la réalisation du diffuseur et du banc de mesure dans son intégralité, ainsi que des résultats expérimentaux obtenus avec l'installation.

Chapitre III

Résultats expérimentaux

1. Introduction

Le présent chapitre est consacré à la réalisation du banc de mesure et à l'analyse des résultats que nous avons pu obtenir avec ce denier. Les différentes étapes ayant conduit à la mise en œuvre du système d'application de l'échelon thermique, avec ses parties hydraulique et pneumatique, sont d'abord présentées. Les topologies des différents montages mis en place, ainsi que les caractéristiques des appareils et instruments intégrés sont décrites. Nous détaillons ensuite le module mis au point pour l'acquisition des données, la commande et le contrôle du banc de mesure. Dans la dernière partie du chapitre, nous présentons des mesures de charge d'espace ayant permis d'évaluer l'instrumentation et de définir des voies d'évolution pour cette dernière.

2. Échantillons

2.1. Films minces en PRC

Comme évoqué dans les chapitres précédents, l'obtention d'une résolution élevée nécessite l'utilisation d'échantillons de faible épaisseur, qui doivent toutefois demeurer représentatifs des systèmes d'isolation des câbles d'énergie, tant en termes de morphologie que de propriétés physiques. En prenant en compte tous ces aspects et les contraintes technologiques liées à la fabrication des échantillons (épaisseurs isolante et semi-conductrice), l'objet d'étude type schématisé ci-dessous a été défini en concertation avec le partenaire industriel (Nexans Lyon).

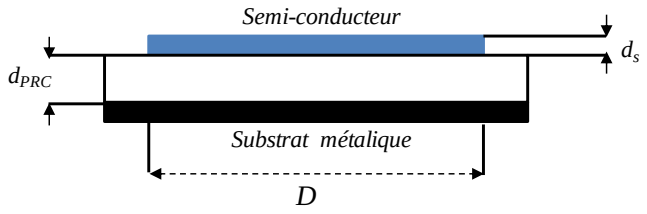


Figure III. 1 Structure type d'échantillon plan définie pour l'étude

Il s'agit d'une structure isolante plane constituée d'une couche de PRC d'épaisseur d_{PRC} de 70 à 100 µm et d'une couche de semi-conducteur d'épaisseur d_s = 30 µm et de diamètre D = 60 mm, en accord avec le modèle utilisé en simulation (Figure II. 11). La structure est déposée sur un substrat métallique pour des raisons pratiques (contact électrique, rigidité mécanique….). Ces dimensions ont par ailleurs été prises comme références pour la conception et le dimensionnement de la cellule de mesure.

2.1.1. Méthode de fabrication

Nous avons réalisé les échantillons au centre de recherche de Nexans à Lyon, en utilisant une presse hydraulique à plateaux chauffants, selon la procédure décrite en Figure III. 2.

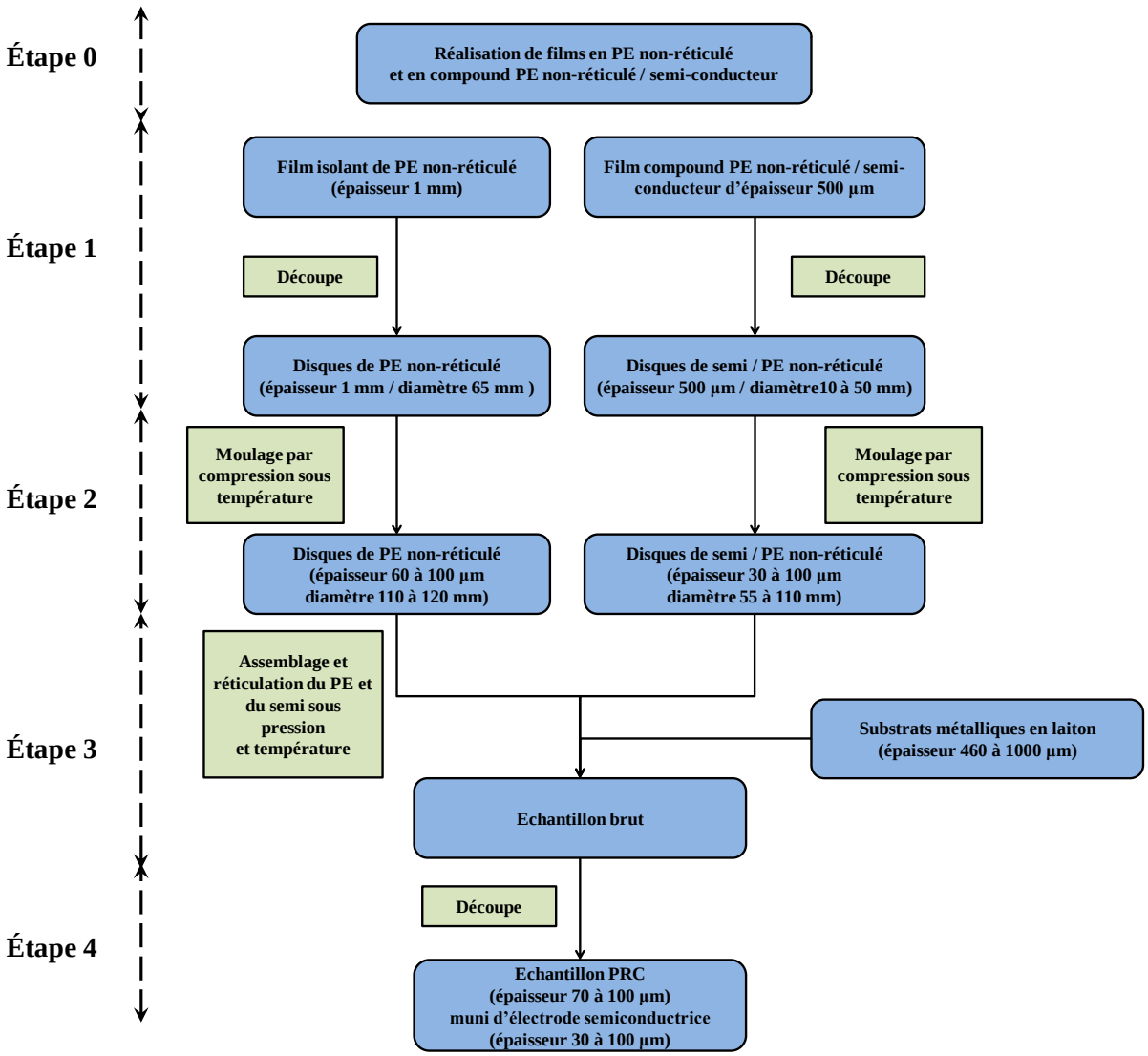


Figure III. 2 Procédure de fabrication des échantillons

2.1.1.1. <u>Étape 0 : Réalisation de film en PE non réticulé et en compound semi-conducteur</u>

La première étape de la procédure correspond à la réalisation de préformes non-réticulées en PE, d'une part, et en composite semi-conducteur (PE chargé en noir de carbone), d'autre part. Le principe de cette méthode est présenté dans la Figure III. 3. Les granulés de polyéthylène (ou granulés de polyéthylène chargés en noir de carbone) sont placés au centre d'un moule. Un film de protection en téflon est appliqué sur chaque côté du moule afin d'éviter l'adhésion entre la matière mise en œuvre et les éléments du moule. Le moulage est réalisé à la température de 120 °C afin d'empêcher la décomposition thermique des peroxydes en radicaux, et donc la réticulation.

En utilisant une entretoise d'épaisseur de 1 mm, les granulés de PE sont compressés selon le programme suivant :

- 120 °C pendant 300 secondes avec une pression P = 0 kg/cm^2 (fusion des granulés)
- 120 °C pendant 240 secondes avec une pression P = 250 kg/cm^2

- Refroidissement de 120 °C à 15 °C pendant 180 secondes avec une pression P = 250 kg/cm^2

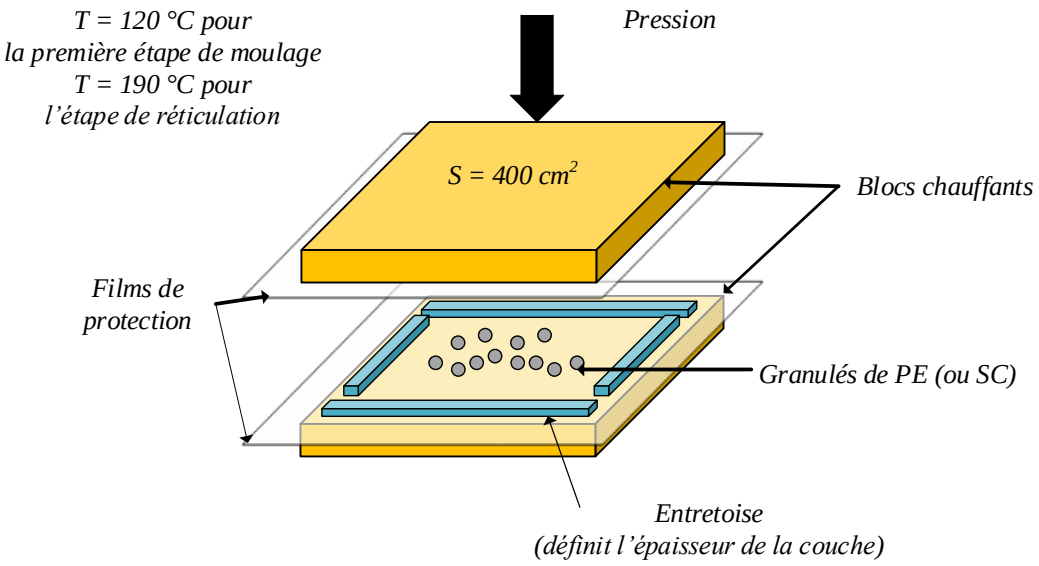


Figure III. 3 Principe du moulage par compression sous température

On obtient ainsi des plaques d'épaisseur d ≈ 1 mm et de surface de 300 cm^2, qui seront compressées dans une seconde étape de manière à obtenir les épaisseurs finales souhaitées.

De la même manière, en utilisant un moule d'épaisseur de 500 µm, les granulés de PE chargés en noir de carbone sont compressés sous température, en fournissant un film de polymère semi-conducteur (PE/SC) d'épaisseur 492 µm ± 10µm et de surface 300 cm^2.

2.1.1.2. Étape 1 : Découpe

Les plaques obtenues selon l'étape précédente sont ensuite découpées sous la forme de disques à l'aide d'emporte-pièces de dimensions souhaitées. Ainsi :

- Le film de PE est découpé en disques de diamètre 65 mm afin d'être utilisé pour la réalisation de couches d'isolant d'épaisseur 70 à 100 µm.
- Une partie du film PE/SC est découpé en disques de 50 mm de diamètre afin d'être utilisé pour la réalisation d'une couche semi-conductrice d'épaisseur 100 µm.
- Le reste du film PE/SC est découpé sous la forme de disques avec un diamètre d'environ 10 mm afin d'être utilisé pour la réalisation, à terme, d'électrodes de 30 à 50 µm d'épaisseur.

2.1.1.3. Étape 2 : Compression sous température

Les préformes ainsi obtenues sont soumises à plusieurs cycles de compression afin d'atteindre les épaisseurs souhaitées, d'assurer l'homogénéité des matériaux et d'éviter la présence de points de soudure entre granulés. Ainsi, pour que l'échantillon comporte une couche de PRC de 100 µm d'épaisseur, deux cycles de compression sont appliqués à la préforme, selon la procédure suivante :

- 130 °C pendant 300 secondes avec une pression P = 0 kg/cm^2 (fusion du PE)
- 130 °C pendant 60 secondes avec une pression P = 80 kg/cm^2
- 130 °C pendant 60 secondes avec une pression P = 150 kg/cm^2
- 130 °C pendant 60 secondes avec une pression P = 200 kg/cm^2
- Refroidissement de 130 °C à 10 °C pendant 120 secondes avec une pression P = 250 kg/cm^2

Lors du premier cycle de compression, l'épaisseur d'entrefer est fixée à 500 µm afin d'obtenir une couche de PE de cette épaisseur. Lors du deuxième cycle de compression, l'épaisseur d'entrefer est réduite à 110 µm. Cette épaisseur a été choisie dans le but d'obtenir un échantillon final présentant une épaisseur d'isolant de 100 µm après l'étape d'assemblage et de réticulation du système, pendant laquelle l'isolant perdra 10 µm d'épaisseur.

Le même processus a été utilisé pour la réalisation des autres couches (PE ou PE/SC) en utilisant des entrefers d'épaisseur appropriée (à savoir, légèrement supérieure à la côte finale de la couche considérée). On obtient ainsi :

- Des couches de PE non-réticulé d'épaisseur de 75 µm, 110 µm ou 210 µm avec un diamètre de 100 mm ;
- Des couches de PE non-réticulé et chargées en noir de carbone d'épaisseur 110 µm avec un diamètre de 100 mm ;
- Des couches de PE non-réticulé et chargées en noir de carbone d'épaisseur 35 µm ou 55 µm, avec un diamètre de 55 mm. Après assemblage et réticulation, l'épaisseur finale du PE/SC peut atteindre, respectivement, 30 ou 50 µm d'épaisseur (avec une précision de 1 à 2 µm) et un diamètre de 60 mm.

2.1.1.4. Étape 3 : Assemblage et réticulation

Pendant cette étape, les différentes couches sont assemblées et réticulées selon la procédure suivante :

- Assemblage concentrique des couches de PE et de PE/SC pas encore réticulées et substrat métallique par empilement ;
- Mise en température à 190 °C pendant 10 minutes avec une pression P = 250 kg/cm^2 pour assurer la réticulation des échantillons ;
- Refroidissement de 190 °C à 15 °C pendant 180 secondes avec une pression P = 250 kg/cm^2.

Dans cette étape, l'épaisseur d'entrefer a été de nouveau définie rigoureusement afin d'obtenir les dimensions finales souhaitées (épaisseur et diamètre) pour chacune des couches constituant les échantillons de test réalisés.

2.1.1.5. Étape 4 : Découpe

Une fois réalisés, les échantillons sont redécoupés au diamètre final en éliminant ainsi les excès de matière.

Après découpe, les différentes configurations d'échantillon que nous avons obtenues sont présentées dans le tableau suivant :

Tableau III. 1 Différents types d'échantillon en PRC réalisés pour l'étude

	Φ_{sc+} (mm)	d_{sc+} (µm)	Φ_{PRC} (mm)	d_{PRC} (µm)	Φ_{sc-} (mm)	d_{sc-} (µm)	Φ_{sub} (mm)	d_{sub} (µm)
Échantillon type 1	≈ 60	30	100	70	-	-	100	460
Échantillon type 2	≈ 60	30	100	100	-	-	100	460
Échantillon type 3	≈ 60	30	80	100	-	-	80	460
Échantillon type 4	≈ 60	50	100	200	100	100	100	1000

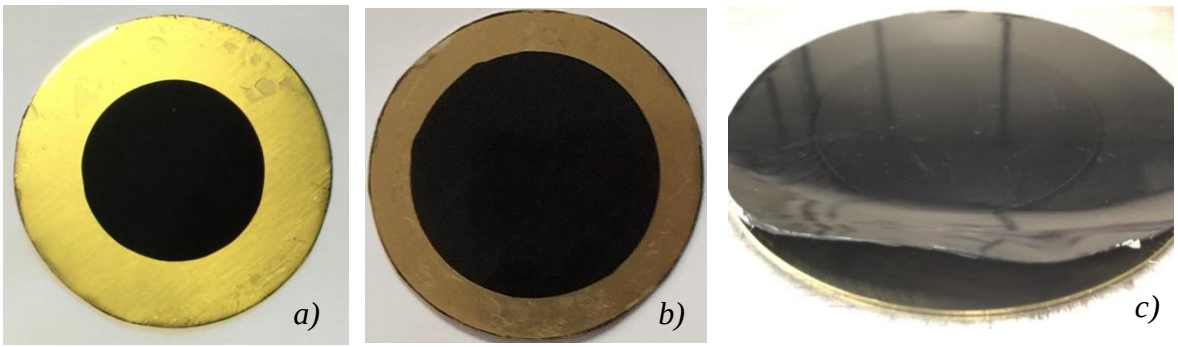


Figure III. 4 a) Échantillon PRC « type 2 », b) Échantillon PRC « type 3 », c) Échantillon PRC « type 4 ».

Les différentes séries d'échantillons réalisées ont permis d'optimiser les dimensions et les interfaces des différentes couches constitutives afin de s'affranchir, autant que faire se peut, des sources de fragilité mécanique et électriques de ces systèmes fins.

Les échantillons de « type 1 » (Figure III. 4. a) correspondant à la première série fabriquée, ont servi à la réalisation de mesures préliminaires (section III. 6. 1). L'avantage de ces échantillons réside dans la faible épaisseur de la couche de PRC, qui permet d'obtenir une amplitude du courant MOT élevée. Toutefois, l'application directe de cette faible épaisseur d'isolant sur le substrat métallique présente des inconvénients. En effet, l'usinage du substrat métallique induit une rugosité élevée au niveau de l'interface substrat/isolant pouvant être à l'origine de concentration de champ électrique par effet de pointe. Ainsi, ces non-homogénéités engendrent une diminution locale de la tenue au champ électrique et, par conséquent, une augmentation du risque de claquage. Ceci a notamment motivé la réalisation des échantillons « type 2 ».

Ces derniers possèdent une épaisseur isolante plus forte (100 µm) afin de réduire les hétérogénéités observées dans les échantillons de « type 1 ». Ils ont servi pour les mesures des charges d'espace et pour la caractérisation du banc de mesure (sections III. 6. 2 et III. 6. 3). Ce type d'échantillon présente une meilleure tenue au champ électrique, mais de nombreux claquages ont été toutefois rencontrés.

Les échantillons de « type 3 » (Figure III. 4. b) ont été découpés à partir des échantillons de « type 2 », à 80 mm de diamètre. Ils ont été utilisés pour calibrer le banc de mesure (section III. 6. 3) en utilisant la technique du double condensateur (section II. 2. 4). Le diamètre de ces échantillons a été déterminé de façon à ce que l'on puisse appliquer la haute tension sur l'électrode présente entre deux échantillons superposés sans qu'il n'y ait de court-circuit. Ces échantillons présentent une tenue au champ électrique du même ordre que les échantillons de

« type 2 ». Ceci nous a permis d'effectuer des mesures de calibration sans risquer des claquages.

Pour améliorer encore la tenue diélectrique des éprouvettes, nous avons conçu et réalisé les échantillons « type 4 » (Figure III. 4. c), en rajoutant une couche de PE/SC entre l'isolant et le substrat métallique, à partir du dimensionnel des échantillons de « type 3 ». L'épaisseur de cette couche semi-conductrice a été fixée à 100 µm afin de compenser les défauts d'usinage du substrat métallique. Ceci nous a permis d'obtenir une meilleure homogénéité de l'interface métal / isolant. En même temps, l'épaisseur de la partie utile de l'échantillon a été augmentée à 50 µm pour la couche PE/SC supérieure et à 200 µm pour la couche PE afin d'améliorer la tenue au champ électrique. D'autre part, afin de diminuer les défauts d'usinage, un traitement poli miroir a été réalisé sur la face du substrat métallique en contact avec l'échantillon avant l'étape d'assemblage et de réticulation. L'épaisseur du substrat a été augmentée à 1 mm afin d'améliorer la rigidité mécanique pendant les mesures MOT. Ce type d'échantillon a été utilisé pour la caractérisation et l'amélioration du banc de mesure. Toutefois, pendant le conditionnement électro-thermique (30 kV/mm, 60°C), des délaminations partielles ont été observées, telles que présenté en Figure III. 4. c. Ceci a pour conséquence une diminution de la capacité utile de l'échantillon et, bien évidemment, des risques de déchirure et de claquage.

Afin de résoudre ce problème, nous avons mis au point une nouvelle génération d'échantillons (« type 5 »), où nous avons utilisé la structure des échantillons de « type 4 » en diminuant l'épaisseur de l'électrode supérieure en PE/SC à 30 µm et l'épaisseur du PRC à 100 µm. L'ensemble d'échantillon est placé sur un substrat métallique non poli avant d'être réticulé. Ce type d'éprouvette pourra servir pour des études ultérieures.

2.2. Plaques de polyéthylène téréphtalate (PET)

Dans des buts de comparaison avec les installations existantes, nous avons également utilisé des échantillons en PET (Polyethylene terephthalate) sous forme de plaques de 100 mm de diamètre et de 1 mm d'épaisseur. Ces échantillons ont été munis d'électrodes en chrome/or, réalisés comme suit (Figure III. 5) :

- Dépôt d'une couche de résine photosensible sur la surface ;
- Masquage de la totalité de l'échantillon par une couche de matériau non photosensible, sauf sur la partie utile (électrode de diamètre 50 mm), et exposition à des rayons UV permettant d'enlever la résine de la partie utile située au centre ;
- Métallisation de l'échantillon avec une double couche chrome/or (10 nm de chrome et 300 nm d'or) ;
- Mise en place de l'échantillon sur un développeur qui enlève la résine et la couche métallique déposée sur cette dernière ;
- Reproduction des étapes précédentes sur l'autre face de l'échantillon.

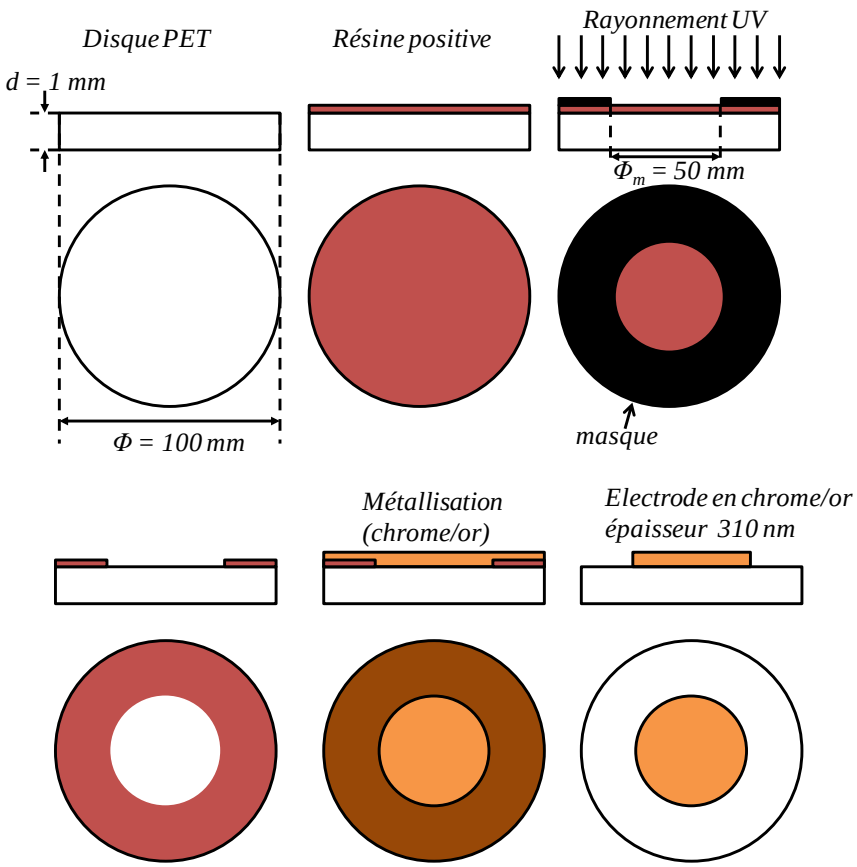
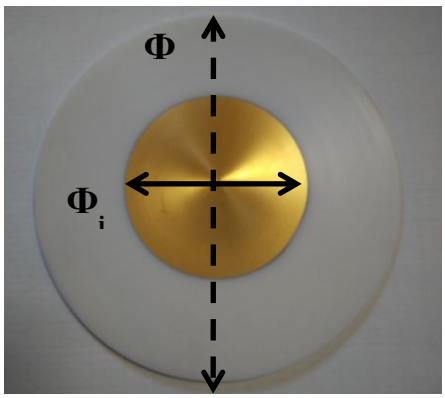


Figure III. 5 Principe de la méthode de photolithographie



a)

Nature et épaisseur de l'isolant	PET, *d = 1 mm*
Nature et épaisseur des électrodes	Dépôts d'or/chrome de *310 nm* d'épaisseur sur les deux faces
Diamètre extérieur de l'échantillon	Φ_e = *100 mm*
Diamètre des électrodes	Φ_i = *50 mm*

b)

Figure III. 6 a) Échantillon PET, b) dimension de l'échantillon PET

Ce type d'éprouvette, dont les dimensions sont données dans la Figure III. 6, a été utilisé pour tester le principe du diffuseur thermique sans échangeur métallique (section suivante).

3. Tests du principe de mesure

Ces expériences ont eu pour but, dans une étape préalable à la réalisation d'un diffuseur complexe, de valider expérimentalement les ordres de grandeur des améliorations potentielles de l'emploi d'un diffuseur thermique sans échangeur métallique prédites par la simulation.

Pour ce faire, nous avons fabriqué un prototype de diffuseur « à contact direct », qui, sans être optimisé par la présence de multiples entrées-sorties de liquide, permet d'exciter thermiquement l'échantillon en appliquant le liquide caloporteur directement sur l'une de ses électrodes (« Prototype 0 », Figure III. 7).

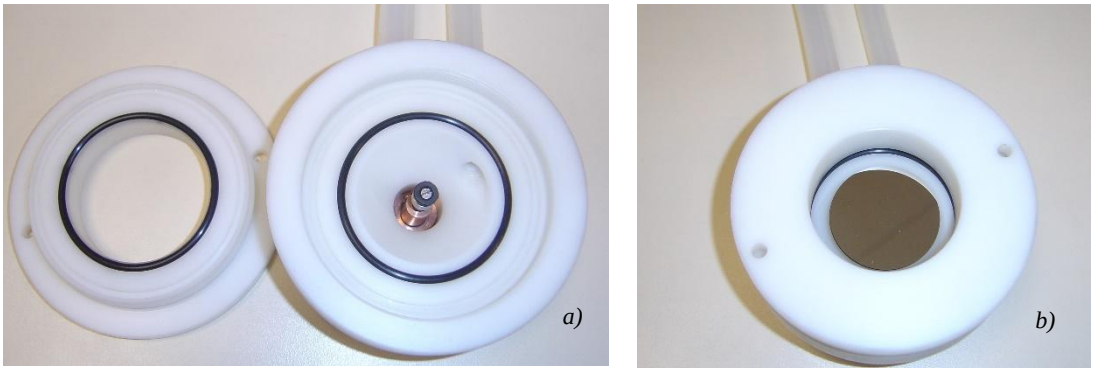


Figure III. 7 Prototype de base de diffuseur thermique à contact direct (« Prototype 0 ») a) Diffuseur démonté. On observe l'orifice d'entrée du liquide caloporteur, les joints d'étanchéité et le système permettant la prise de contact électrique sur la surface de l'échantillon excitée thermiquement. b) Diffuseur fermé contenant l'échantillon. On observe au centre l'électrode métallique supérieure de l'échantillon

Afin de tester l'efficacité du principe à contact direct par rapport à l'échangeur métallique, des résultats expérimentaux obtenus avec le Prototype 0 ont été comparés avec ceux issus de mesures réalisées avec un échangeur classique (Figure III. 8). Avec ce dernier, l'échantillon repose sur la plaque métallique (cuivre), l'échelon thermique étant produit sous la plaque par le passage du liquide. L'échantillon est pressé contre la plaque par un système de serrage à pression constante (non montré ici) afin d'améliorer le contact thermique entre l'électrode inférieure et la plaque métallique.

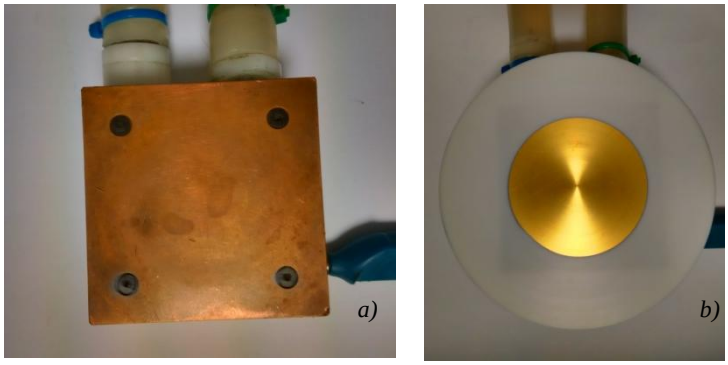


Figure III. 8 Diffuseur thermique classique, à échangeur en cuivre.
a) Échangeur sans échantillon. b) Échantillon posé sur l'échangeur.

Les tests ont été effectués sur des échantillons en PET. Les mesures ont été réalisées avec un amplificateur de courant Keithley 428 pour un gain d'amplification de valeur 10^8. La Figure III. 9 présente des résultats obtenus avec un échelon thermique de -30 K après un conditionnement électro-thermique de l'échantillon pendant 15 heures sous 35 kV/mm et 80°C.

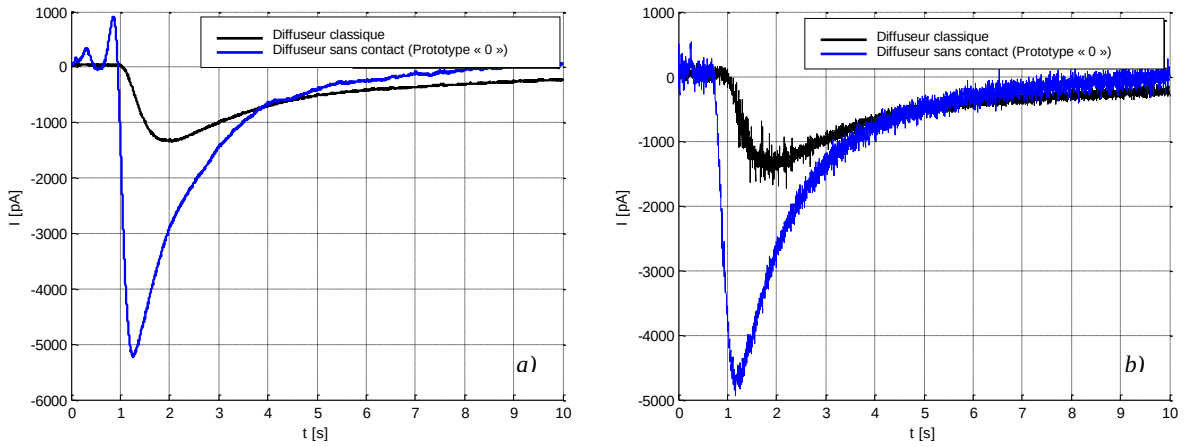


Figure III. 9 Courants d'onde thermique mesurés sur un échantillon PET avec un amplificateur Keithley 428 a) en utilisant un filtre passe-bas, b) sans utilisation de filtre

On constate que l'utilisation du principe à contact direct permet de multiplier l'amplitude du signal d'un facteur 4 ; le temps de montée est, quant à lui, divisé par 10. Cette solution permet donc d'augmenter de manière significative la sensibilité de la mesure et le rapport signal/bruit, jusqu'à éliminer l'usage du filtre de l'amplificateur, permettant ainsi d'utiliser sa bande passante dans son intégralité. Néanmoins, pour un instrument à bande passante plus large, l'analyse des résultats expérimentaux a démontré la nécessité de concevoir une cellule de mesure avec des performances supérieures à l'actuelle en termes de rejection de bruit, si l'on souhaite éviter des post-traitements des signaux de mesure.

4. Structure et mise en œuvre du banc de mesure

Le potentiel du principe étant validé expérimentalement, nous avons conçu et réalisé un banc de mesure comportant un diffuseur thermique optimisé, dont la géométrie complexe a été définie à partir des enseignements tirés des simulations, et comportant un double système hydraulique/pneumatique pour assurer l'application du stimulus thermique.

4.1. Composition et principe de fonctionnement

Le banc de mesure que nous avons proposé (Figure III. 10) comporte deux cryo-thermostats contenant un liquide caloporteur (mélange d'eau et d'éthanol), réglés à une température T_0 dans le premier, et à T_1 dans le second, permettant de générer un échelon thermique $\Delta T = T_1 - T_0$. Selon les réglages de T_1 et T_0, on peut obtenir différents échelons de température. L'échelon thermique est appliqué sur la surface de l'échantillon à analyser, à travers un vérin hydraulique et le diffuseur thermique, par l'intermédiaire d'un système de commande et d'acquisition piloté par ordinateur via une carte d'acquisition à entrée/sorties numériques et analogiques. Un système pneumatique (distributeurs, régulateur, filtre…) a été conçu pour commander la pression appliquée au vérin pneumatique. L'échantillon est placé sur le diffuseur thermique. Les électrodes de ce dernier sont connectées entre elles à travers un amplificateur de courant relié à l'ordinateur *via* une carte d'acquisition. L'ensemble du banc est commandé et contrôlé par une interface logicielle que nous avons développée sous Labview.

Selon leur fonction, le banc de mesure peut être divisé en trois parties :

- Un système de génération du stimulus thermique (partie hydraulique et pneumatique) ;
- Un circuit de commande/acquisition et mesure ;
- Un logiciel de contrôle, de commande et d'acquisition du signal.

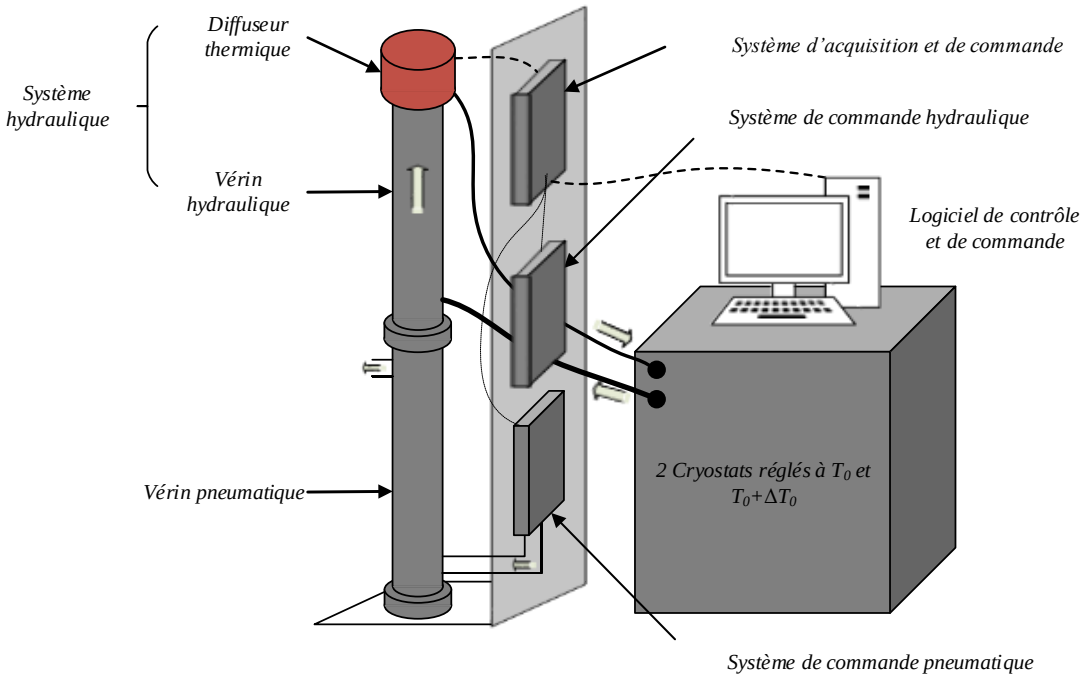


Figure III. 10 Schéma de principel du banc de mesure développé

A cela s'ajoutent des capteurs de pression et de température, qui permettent de calibrer le banc de mesure et de s'assurer de son bon fonctionnement lors des campagnes de mesures.

4.2. Système de génération du stimulus thermique

4.2.1. Diffuseur thermique

La partie supérieure du diffuseur thermique que nous avons développé suite à l'étude détaillée dans le Chapitre II présentée dans la Figure III. 11. La Figure III. 13. a) présente une vue d'ensemble du banc de mesure et la Figure III. 13. b) une vue de la cellule de mesure et du diffuseur avec ses étages intermédiaires. Se situant entre le vérin et le diffuseur, ces étages sont nécessaires pour assurer l'injection du liquide caloporteur avec la vitesse appropriée.

Le diffuseur thermique a été réalisé par fabrication additive à partir d'une poudre de polyamide (Nylon), avec une résolution d'impression de 60 µm (largement inférieure à l'épaisseur de nylon la plus fine présente dans le diffuseur). Ce matériau est bien entendu adapté au procédé d'impression 3D utilisé et présente, de plus, une bonne tenue mécanique vis-à-vis de notre application. La partie principale du diffuseur est imprimée de façon à ce que le liquide soit réparti le plus uniformément possible sur la surface de l'échantillon, de façon à garantir une pression homogène en surface.

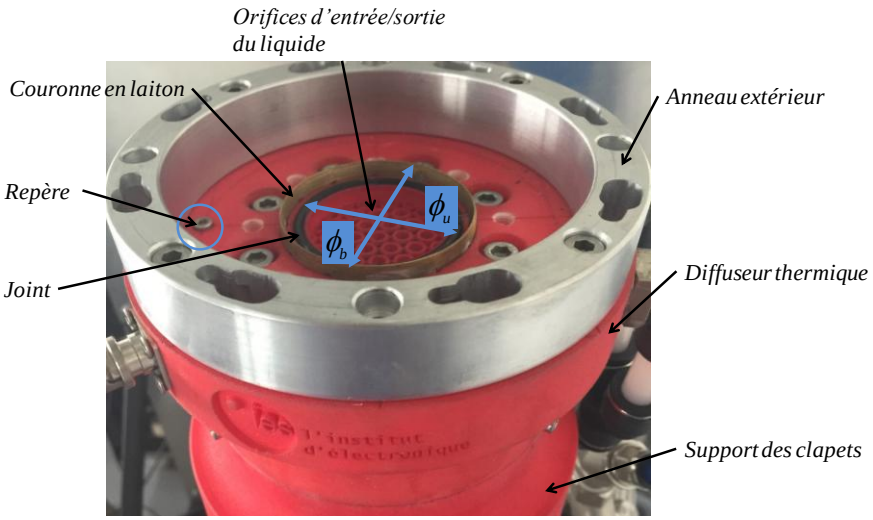


Figure III. 11 Diffuseur thermique haute efficacité réalisé pour le banc de mesure

Au centre du diffuseur sont placés 31 orifices ayant chacun un diamètre Φ_u = 4 mm, qui permettent l'entrée et la sortie du liquide caloporteur. Ils se situent à l'intérieur d'un disque de diamètre Φ_u = 40 mm, qui délimite la surface sur laquelle est appliquée le stimulus. Cette surface est en contact avec l'électrode inférieure de l'échantillon, l'étanchéité étant assurée par l'utilisation d'un joint torique en caoutchouc noir. La couronne (bague) en laiton, de diamètre extérieur Φ_b = 53 mm, a pour but d'assurer le contact électrique avec l'électrode inférieure de l'éprouvette, cette dernière étant reliée à la masse. Un système de ressorts placé sous la bague (non visible sur la photo) permet à celle-ci de s'abaisser au niveau du joint lorsqu'on y exerce une pression. On peut également remarquer la présence d'un repère permettant de positionner l'échantillon. Le diffuseur a été réalisé par impression 3D, car une fabrication par usinage était inenvisageable vu la topologie de la pièce, qui contient un réseau complexe de canaux (Figure III. 12) et un ensemble de clapets (Figure III. 13. b) nécessaires aux différentes étapes de fonctionnement.

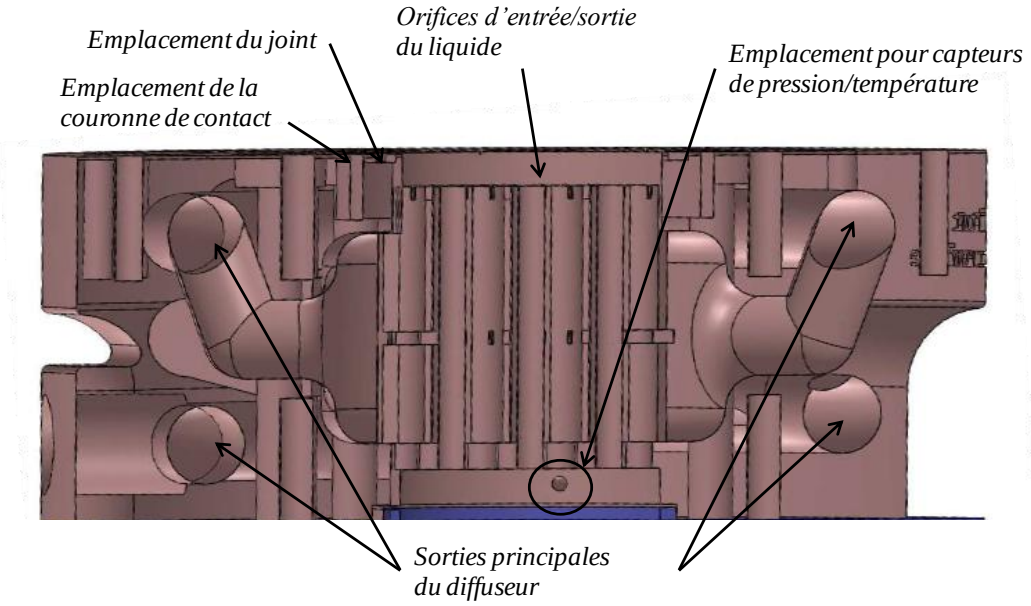
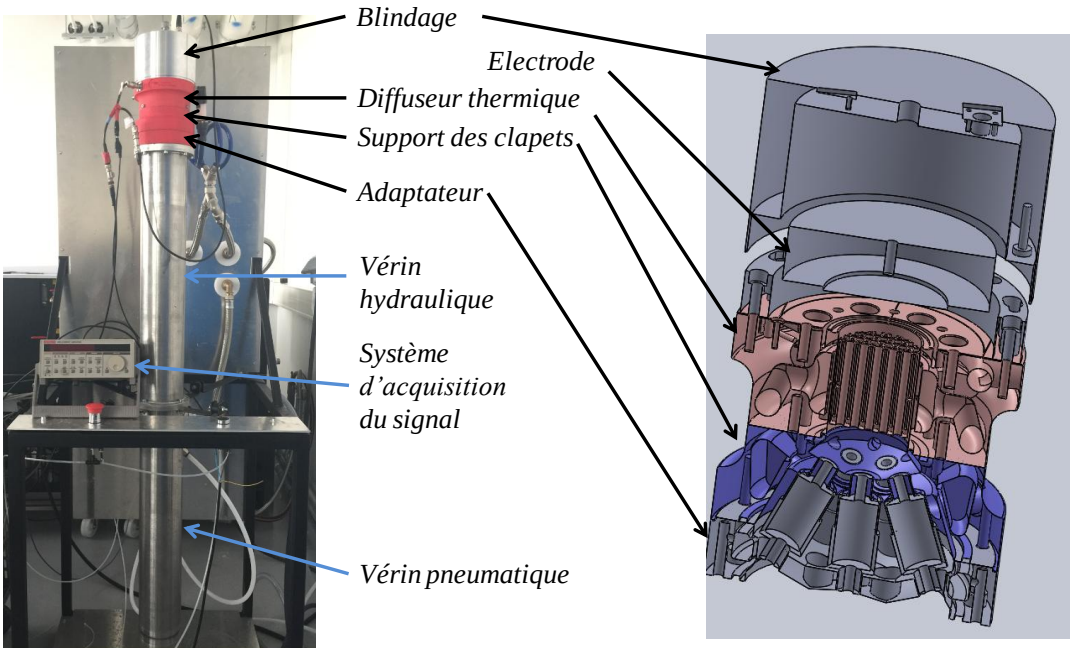


Figure III. 12 Coupe du diffuseur thermique

L'anneau extérieur en aluminium visible dans la photo ci-avant permet la mise en place et le verrouillage d'un boîtier métallique qui sert de blindage électromagnétique, et qui permet également de mettre en contact la face supérieure de l'échantillon avec une électrode massive en cuivre, à travers un système de compression. L'échantillon est ainsi pressé, avec un couple de serrage contrôlé, contre le joint du diffuseur par un montage mécanique. La bague de contact et l'électrode massive sont reliées électriquement à travers l'amplificateur de courant, qui mesure le signal capacitif induit par l'application de l'onde thermique (Figure III. 13).



a) b)

Figure III. 13 Ensemble diffuseur thermique + double vérin :
a) photo d'ensemble et b) structure du diffuseur et des pièces placées entre le vérin et le diffuseur

4.2.2. Système hydraulique

L'application du stimulus thermique sur l'échantillon est obtenue à l'aide d'un cylindre formé de deux compartiments séparés par un piston (Figure III. 14).

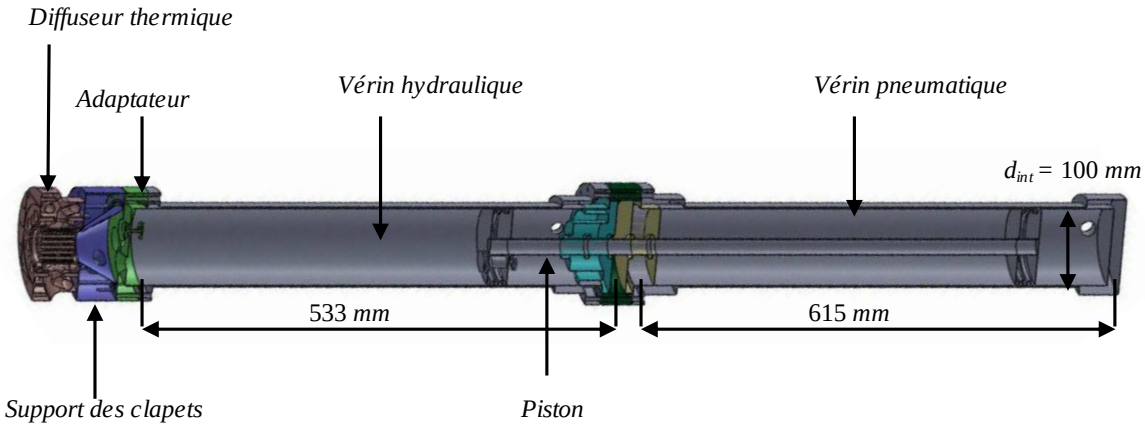


Figure III. 14 Vue globale du diffuseur thermique, du support des clapets, de l'adaptateur et du vérin

Il s'agit d'un double vérin hydraulique/pneumatique : le vérin supérieur est destiné à contenir le liquide caloporteur, celui du bas contient de l'air comprimé. Le liquide caloporteur se compose d'un mélange d'éthanol (20%) et d'eau (80%), autorisant une température de liquide pouvant descendre jusqu'à -10°C afin d'augmenter l'échelon thermique tout en conservant une chaleur spécifique élevée.

Avant l'expérience, le diffuseur est rempli avec du liquide à température ambiante, alors que le vérin hydraulique, reliée à la partie inférieure du diffuseur, est rempli de liquide à la température nécessaire pour appliquer l'échelon thermique. La chambre pneumatique du vérin (cylindre inférieur) est alors vide. Lorsque la mesure est déclenchée, de l'air sous pression est injecté dans le vérin pneumatique, ce qui provoque le déplacement vers le haut du piston placé entre les deux vérins et ainsi l'injection dans le diffuseur du liquide contenu dans le vérin hydraulique. Cette configuration pneumatique permet de contrôler la vitesse du fluide et de s'affranchir du bruit électromagnétique qui pourrait être généré par un piston à entraînement électrique.

Deux pièces intermédiaires (fabriqués par impression 3D) sont placées entre le diffuseur thermique et le double vérin. Elles sont détaillées dans la Figure III. 13.b), où le diffuseur est en rouge clair. La pièce bleue située sous le diffuseur sert de support à plusieurs clapets anti-retours, qui permettent d'éviter le mélange du liquide à température ambiante avec celui à la température de l'échelon. La pièce grise située sous le support des clapets joue le rôle d'adaptateur entre le support et le vérin hydraulique.

Deux schémas détaillant le fonctionnement du système hydraulique sont présentés dans la Figure III. 15. On peut identifier sur le schéma 4 entrée/sorties de liquide notées *S1*, *S4*, *E2* et *E3*. Le cycle de fonctionnement se décompose en deux phases.

4.2.2.1. Phase 1 (Figure III. 15.a) : Remplissage du vérin hydraulique et mise à température initiale de l'échantillon

Le liquide nécessaire à l'application du stimulus thermique est introduit dans le vérin hydraulique par l'entrée *E3*. Au fur et à mesure que ce vérin se remplit, le piston est déplacé vers le bas et le vérin pneumatique se vide de l'air qu'il contient (le circuit d'air n'est pas représenté dans la figure afin de faciliter la compréhension du fonctionnement). Lorsque le vérin hydraulique est plein, le surplus de liquide s'évacue par la sortie *S4*.

Simultanément, du liquide à température ambiante est introduit dans le diffuseur à travers les passages *E2* et *S1* pour placer ou ramener l'échantillon à température ambiante avant l'application du stimulus. Le système de clapets anti-retour permet de cloisonner le vérin hydraulique et le diffuseur, en empêchant le mélange des deux liquides. La durée de remplissage du vérin hydraulique est d'environ 15 secondes.

4.2.2.2. Phase 2 (Figure III. 15.b) : Application de l'échelon thermique par injection dans le diffuseur du liquide stocké dans le vérin

De l'air comprimé est introduit brusquement dans le vérin pneumatique, en provoquant le déplacement du piston. Le liquide froid contenu dans le vérin hydraulique est alors injecté dans le diffuseur à travers les clapets. Le faible volume de liquide à température ambiante

présent dans le diffuseur est drainé rapidement par la sortie *S1*. Le liquide froid atteint rapidement la surface de l'échantillon, en y appliquant ainsi l'échelon de température qui donnera naissance au signal d'onde thermique.

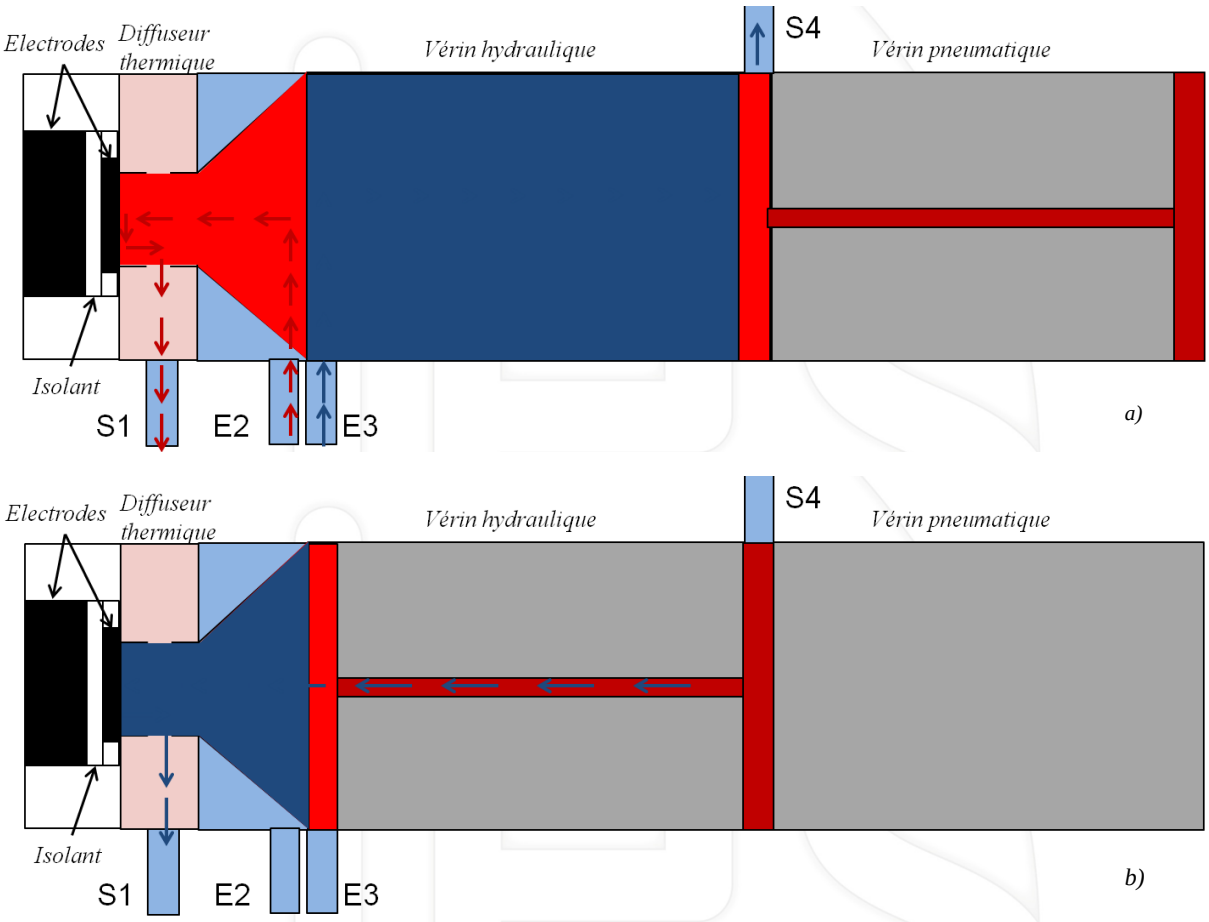


Figure III. 15 Fonctionnement du système hydraulique :
a) Remplissage du vérin hydraulique et mise à température ambiante de l'échantillon
b) Application de l'échelon thermique (injection dans le diffuseur du liquide stocké dans le vérin hydraulique)

4.2.2.3. Conception et réalisation du système hydraulique

Les liquides utilisés dans l'expérience sont stockés dans deux bains thermostatés (« cryostats »), dimensionnés et conçus spécifiquement pour l'étude (Figure III. 16. a). La capacité et la puissance des cryostats (50 litres chacun, puissance cryogénique de 2 kW, puissance de chauffe de 3 kW) ont été définies afin de disposer de volumes de liquide froid et chaud permettant d'écourter le plus possible l'intervalle de temps entre deux mesures successives. La température du liquide stocké dans chaque cryostat peut être réglée entre -10 °C et 60 °C. Chaque cryostat possède un capteur de niveau, un contact d'arrêt des équipements (hors régulation), un contact sec de défaut général et une sonde de température.

Lors de la Phase 1, le transfert des deux liquides vers le vérin hydraulique et le diffuseur est assuré par deux pompes électriques reliées aux cryostats, de couleur verte dans la Figure III. 16. a). Pendant la Phase 2, les pompes et les cryostats sont à l'arrêt afin de limiter le bruit électromagnétique qui pourrait perturber la mesure. Pour la même raison, l'acquisition

du signal d'onde thermique est pilotée par un système pneumatique décrit dans la section suivante.

a) Cryostats et pompes électriques *b) Electrovannes* *c) Détails de la sortie S1*

Figure III. 16 Eléments du circuit hydraulique

L'injection des liquides froid et chaud dans les diverses chambres du système est déclenchée par des électrovannes (Figure III. 16. b). La sortie *S1* étant utilisée pour évacuer aussi bien le liquide froid que le liquide chaud du diffuseur, un montage spécifique en Y permet, en association avec les commandes de vannes adéquates, de diriger chaque liquide vers le cryostat approprié (Figure III. 16. c). Les clapets anti-retours présents au niveau des entrées du système vérin/diffuseur et l'électrovanne située dans le circuit de retour du liquide froid permettent d'éviter les remontées d'air dans le diffuseur thermique.

4.2.3. Système pneumatique

Le système pneumatique a été conçu et mis en place pour réaliser un déplacement rapide du piston, permettant de pousser le liquide froid dans le diffuseur avec une vitesse constante et pour assurer le déclenchement de la séquence correspondant à l'application de l'onde thermique (Phase 2). Les schémas suivants (Figure III. 17 à III. 19) illustrent les divers composants qu'il intègre et les séquences de déplacement du vérin pneumatique. Ils mettent en évidence les deux flux d'air comprimé nécessaires, d'une part, à la commande de ces éléments (« flux de commande ») et, d'autre part, à la montée et à la descente du piston (« flux de puissance »).

Le symbole *P1* indiqué dans les schémas désigne la sortie du réseau d'air comprimé (6 bars minimum). Un filtre régulateur lubrificateur (*F1*) permet de fixer la consigne de pression dans le circuit. Le distributeur à commande pneumatique 5 orifices / 3 positions, *D1*, permet de changer le sens du flux d'air « de puissance » dans le vérin pneumatique. L'élément *D2* est un démarreur progressif ayant pour fonction le réglage du temps de montée de la pression de 1 bar à la consigne fixée à 4,7 bars. Les distributeurs à commande électrique 3 orifices / 2 positions, *D3* et *D4*, assurent l'arrêt de la montée du piston et la commande de sa descente. Les distributeurs *D5* et *D6* sont commandés par les boutons marche et arrêt. Les composants

S1 à *S4* sont des silencieux placés dans le circuit afin de minimiser le bruit acoustique. Enfin, *Q1* et *Q2* sont des régulateurs de débit de flux d'air, dont la présence a pour but le contrôle de la vitesse du piston, donc la régulation de la vitesse du liquide dans le diffuseur thermique.

Le fonctionnement du système pneumatique lors des deux phases caractéristiques d'un cycle de mesure est le suivant :

4.2.3.1. Phase 1 (Remplissage du vérin hydraulique) - Figure III. 17

Le piston se trouve en haut du vérin (position par défaut). Pour pouvoir commencer la phase de remplissage, il est nécessaire d'activer les deux distributeurs électriques *D3* et *D4* (arrêt de montée et commande de descente du piston). La pression exercée par l'eau poussée par la pompe durant le remplissage doit par ailleurs être supérieure à celle exercée par l'air présent durant cette phase dans le vérin pneumatique pour empêcher la remontée de bulles d'air dans le vérin hydraulique. Dans ces conditions, le flux d'air « de commande » circule dans le sens des flèches vertes, et assure le déplacement du tiroir du distributeur *D1* vers le centre, ce qui permet la circulation du flux d'air « de puissance » de l'orifice 1 vers l'orifice 4 et de l'orifice 2 vers l'orifice 3. Le flux d'air « de puissance » circule alors dans le sens des flèches rouges, déplaçant ainsi le piston vers le vérin pneumatique. Une fois le vérin hydraulique rempli, tous les distributeurs électriques sont désactivés afin de limiter le bruit électromagnétique.

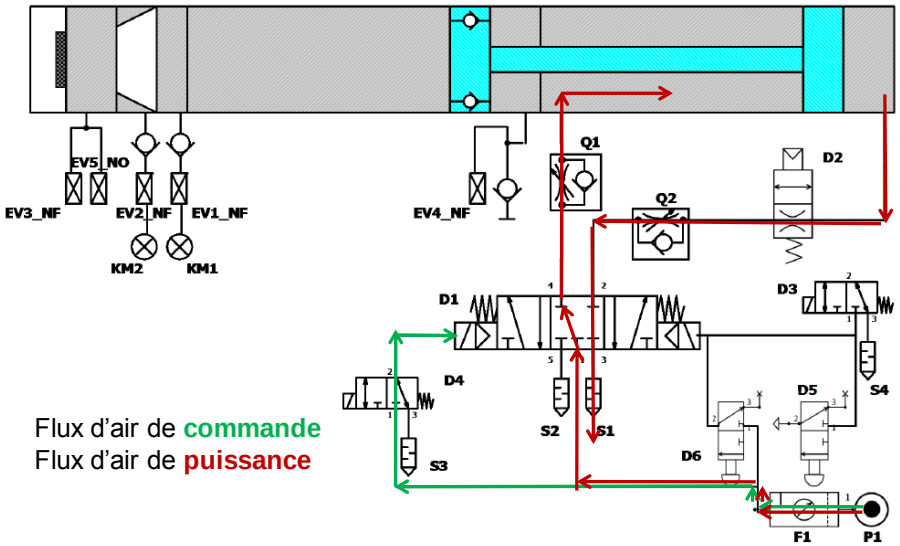


Figure III. 17 Schéma du système pneumatique
et illustration des flux d'air pendant la phase de remplissage du vérin hydraulique et du diffuseur thermique

4.2.3.2. Phase 2 (Application de l'échelon thermique à l'échantillon) - Figure III. 18

L'application de l'échelon de température est réalisée suite à une pression sur le bouton « marche », qui déplace le tiroir du distributeur *D6*, ayant pour effet le changement de sens de circulation du flux d'air « de commande ». Ce dernier assure le mouvement du distributeur *D1* afin de permettre la circulation du flux d'air « de puissance » à travers les orifices 1 à 2 et 4 à 5. Le sens de circulation du flux d'air « de puissance » est alors inversé dans le vérin pneumatique par rapport à la Phase 1, et provoque le déplacement du piston vers le diffuseur thermique. Ainsi, le liquide froid contenu dans le vérin hydraulique est poussé dans le

diffuseur thermique à une vitesse pratiquement constante, assurant l'application du stimulus thermique sur la face de l'échantillon à mesurer en contact direct avec ce dernier.

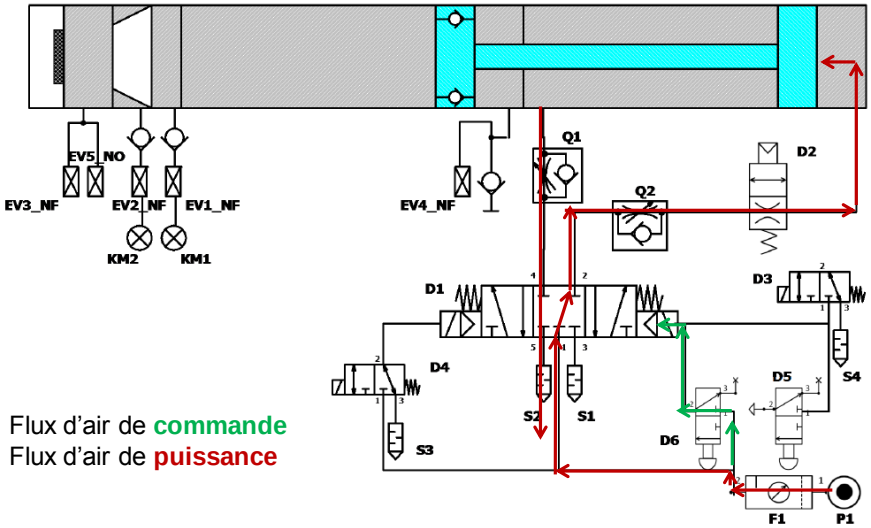


Figure III. 18 Schéma du système pneumatique
et illustration des flux d'air durant la phase d'injection du liquide dans le diffuseur thermique

4.2.3.3. Réalisation du système pneumatique

On peut apercevoir dans les photos suivantes les divers composants du système pneumatique après leur montage sur le banc de mesure. Seuls les régulateurs de débit ne sont pas visibles car ils ont été directement installés à l'intérieur du vérin pneumatique lors de sa conception.

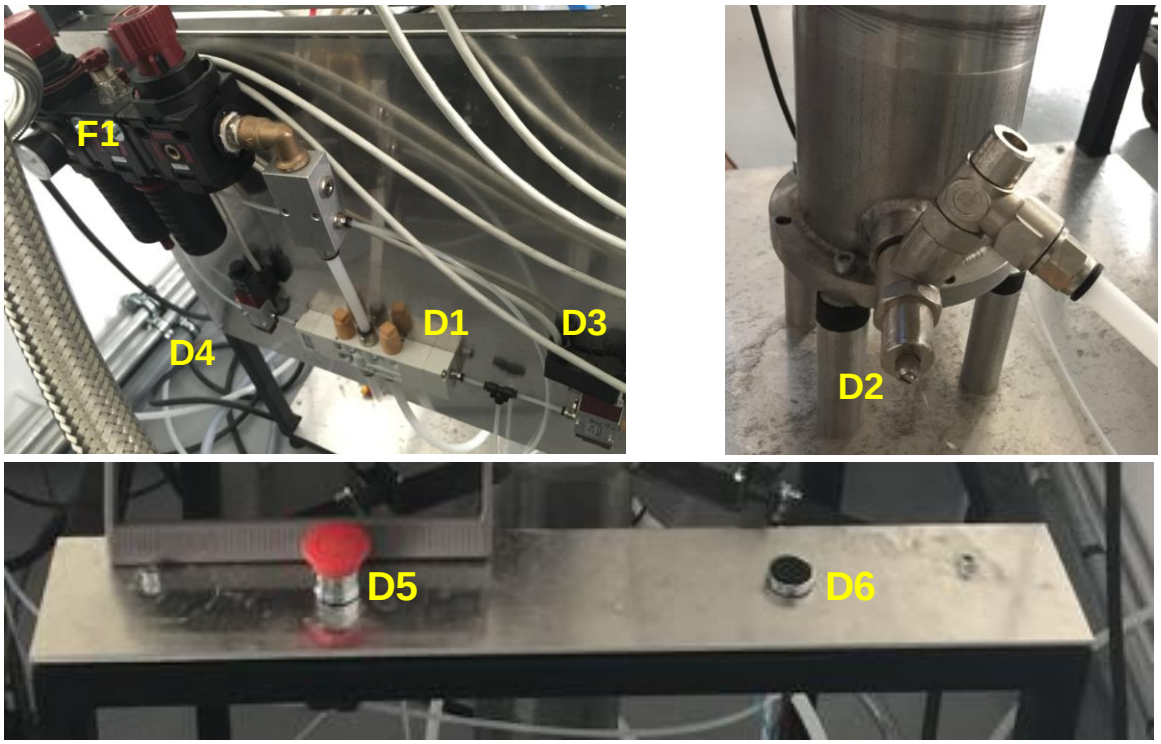


Figure III. 19 Système pneumatique avec ses composants montés sur le banc de mesure

Le cycle est amorcé par l'appui sur le bouton « marche » (en noir sur la Figure III. 19), relié au distributeur *D6*. Ainsi l'acquisition du signal d'onde thermique est déclenchée. Un appui

sur le bouton d'arrêt d'urgence (en rouge dans la Figure III. 19), relié au distributeur *D5*, suspend la circulation d'air dans le vérin pneumatique, mais également l'alimentation électrique des pompes, électrovannes et cryostats. En effet, ces boutons « marche » et « arrêt » sont également connectés à la carte d'acquisition contrôlée par un logiciel que nous avons spécifiquement développé pour ce banc, dans le but de donner le « top départ » de l'acquisition du signal d'onde thermique et de synchroniser les commandes électriques et pneumatiques.

Le système que nous avons mis au point pour la commande du banc et l'acquisition des données est détaillé dans les sections suivantes.

4.3. Circuits de commande et de mesure

Le fonctionnement du banc est piloté par ordinateur à travers une carte d'acquisition comportant plusieurs entrées/sorties numériques et analogiques, reliées aux divers appareils et capteurs.

4.3.1. Carte d'acquisition

Suite aux besoins identifiés lors de l'étude de faisabilité et à l'analyse des composants disponibles chez les fabricants, nous avons choisi d'équiper le banc d'une carte d'acquisition National Instruments *PCIe 6361*, accompagnée d'un bloc de connexions intermédiaires (Figure III. 20). Cette carte, de résolution 16 bits, permet l'échantillonnage des signaux avec une fréquence d'échantillonnage de jusqu'à 2 MHz si une seule voie analogique est utilisée. Lors de l'utilisation de deux voies analogiques (pouvant servir, par exemple, à une mesure simultanée du courant d'onde thermique et d'un signal issu d'un capteur), la fréquence d'échantillonnage maximale est de 500 kHz, ce qui reste suffisant pour les mesures envisagées. La connexion en PIC lui permet d'accéder directement à la mémoire (DMA), en assurant une vitesse de transfert des données adaptée et largement supérieure à celle d'une carte USB.

Figure III. 20 Carte d'acquisition NI PCIe 6361 et son bloc de connexions

La carte comporte 24 entrées/sorties numériques, nécessaires pour la commande et la surveillance des multiples appareils et instruments prévus pour être intégrés dans le banc

(cryostats, vannes, circuits déclencheurs, amplificateur de courant, capteurs…). Les connexions aux 24 entrées/sorties numériques ainsi qu'à 8 entrées/sorties analogiques sont disponibles à travers le bloc de connexions.

4.3.2. Interfaçage commande / puissance

Les séquences de fonctionnement du banc doivent être initiées et contrôlées à travers la carte d'acquisition. Pour les appareils déjà pourvus d'entrées/sorties analogiques ou numériques permettant d'accéder à divers paramètres caractéristiques et/ou programmables à travers des protocoles standard, il suffit de relier ces entrées/sorties directement à la carte d'acquisition. En revanche, lorsque cet interfaçage n'est pas disponible, il convient de séparer les circuits de commande et les circuits de puissance, pour des raisons évidentes de compatibilité, mais aussi de protection des appareils et des personnes.

Parmi les appareils utilisés dans notre travail, outre les instruments de mesure de courant, seuls les cryostats sont pourvus de quelques circuits compatibles avec la gamme de tensions d'entrée/sortie de la carte. Nous avons donc conçu et fabriqué un module d'interfaçage permettant de connecter les circuits de la carte d'acquisition aux circuits de puissance des électrovannes, des pompes et des cryostats.

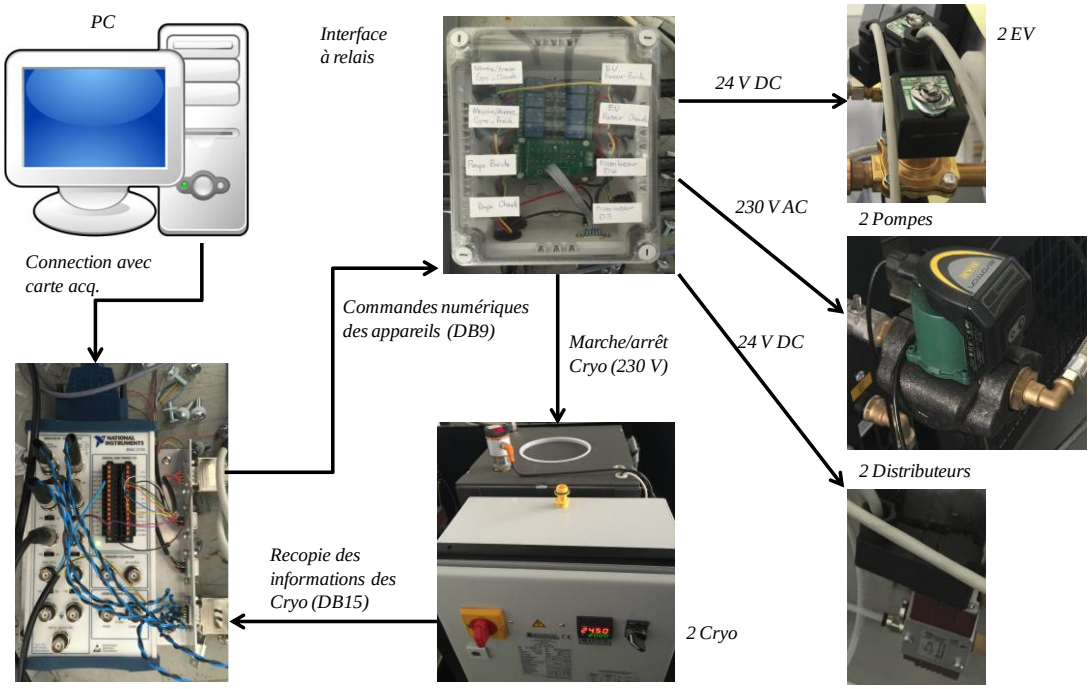


Figure III. 21 Schéma synoptique du système de commande des appareils électriques intégrés au banc (partie puissance)

Un schéma global du système de commande de la partie puissance du banc est présenté ci-dessus. Le module d'interfaçage (« interface à relais ») et les diverses connexions sont indiqués.

La connexion entre les ports numériques de la carte d'acquisition et l'interface à relais est effectuée à l'aide d'un connecteur DB9, car il y 8 composants à commander pour le cycle de fonctionnement du système hydraulique et pneumatique. Les boutons « marche » et « arrêt »

sont connectés directement à des E/S numériques de la carte d'acquisition. Parmi les appareils de puissance à commander, 2 électrovannes et 2 distributeurs électriques sont alimentés en 24 V continu, les 2 pompes électriques sont alimentées en 230 V alternatif et les 2 cryostats sont connectés via un contact sec au 230 V alternatif. Pour la commande de ces appareils, l'interface possède des relais alimentés en 5 V continu et commandés par les sorties numériques de la carte d'acquisition, amplifiées et bufférisées.

Les deux cryostats étant pourvus de circuits de recopie analogique en 0-10 V de la température du liquide, de son niveau dans le réservoir et de la présence d'un défaut, nous avons pu relier ces sorties directement à des entrées analogiques de la carte à travers un connecteur DB15.

Il est à noter que, pendant la phase de remplissage du vérin hydraulique (Phase 1), les circuits d'alimentation des pompes, des distributeurs électriques, des cryostats et de l'électrovanne permettant le retour du liquide chaud dans le réservoir sont activés. En revanche, seul le circuit d'alimentation de l'électrovanne permettant le retour du liquide froid dans son réservoir est activé pendant l'application du stimulus (Phase 2) pour limiter au maximum le bruit électromagnétique.

4.3.3. Mesure du courant d'onde thermique

Tel que nous l'avons montré dans le Chapitre II, l'atteinte des résolutions élevées auxquelles nous nous intéressons nécessite l'emploi d'instruments avec des bandes passantes proches de la centaine de kHz. Nous avons ainsi choisi un amplificateur de transimpédance à gain réglable (CA5350), dont la sortie en -10/+10 V est connectée à une entrée analogique de la carte d'acquisition. L'amplificateur choisi permet une précision de 1 % sur les échelles correspondant aux ordres de grandeurs des courants mesurés (10^8, 10^9). Cet amplificateur, à l'état de l'art, possède une bande passante de 70 kHz pour un gain de 10^9. Dans le même temps, il est moins sensible au bruit électromagnétique par rapport aux autres amplificateurs avec des bandes passantes encore plus élevées que nous avons testés (ex. DLPCA-200 de Femto.

L'enregistrement du signal est déclenché lors du top départ donné par une pression sur le bouton « marche », détectée par la carte à travers l'état d'un port d'E/S numérique. L'instrument étant pourvu d'interfaces GP-IB et USB, les différentes fonctions peuvent être commandées à distance par l'ordinateur.

Le circuit de mesure dans lequel est placé l'appareil est illustré Figure III. 22. A l'intérieur du diffuseur thermique, l'électrode assujettie à l'excitation thermique est en contact avec la bague métallique, qui est à son tour reliée à une borne de l'amplificateur de courant. L'anneau extérieur en aluminium permet la mise en place et le verrouillage d'un système comportant une pièce massive qui se place sur l'électrode non excitée thermiquement et qui exerce une pression sur cette dernière (permettant, en outre, d'assurer l'étanchéité par rapport au liquide caloporteur). Cette pièce est reliée à la deuxième borne de l'instrument, refermant ainsi le circuit de mesure.

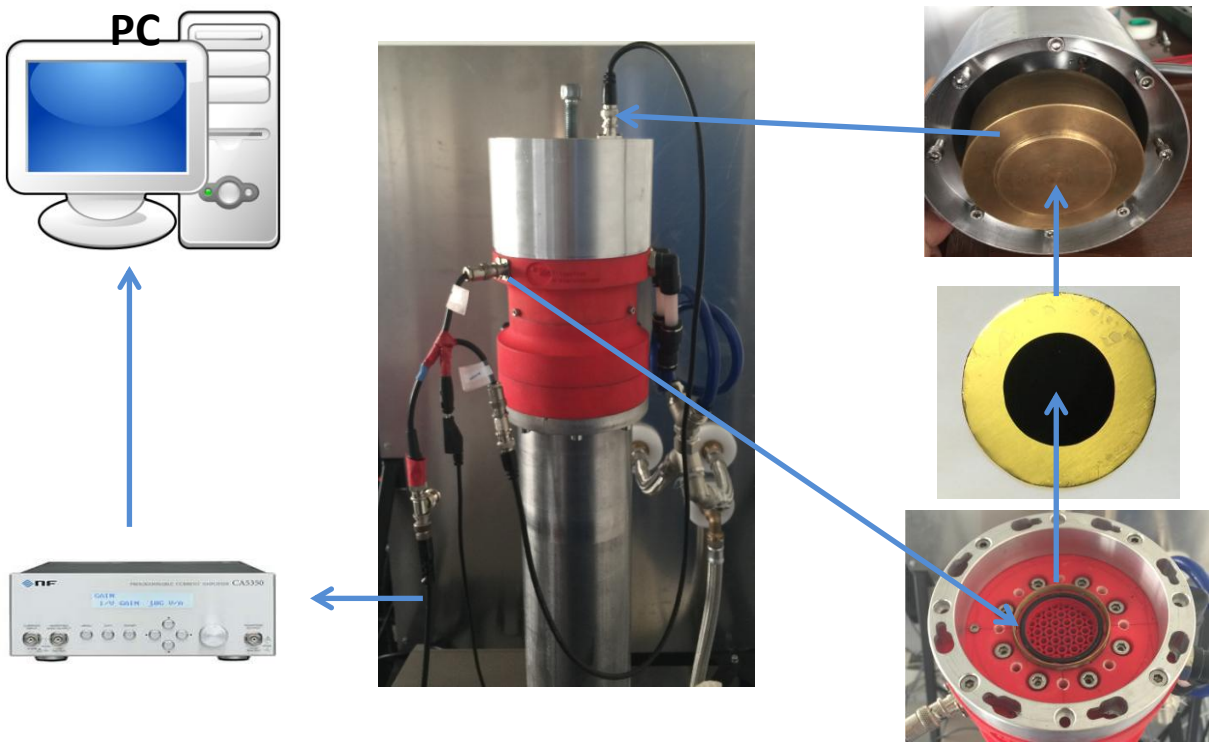


Figure III. 22 Circuit d'acquisition du signal de mesure

L'enregistrement du signal fourni par l'amplificateur de courant, ses réglages, ainsi que toutes les fonctions logiques nécessaires au fonctionnement du banc, sont gérées par un logiciel spécialement développé pour notre système de mesure.

4.4. Logiciel de contrôle et de commande

Le logiciel de contrôle et de commande du banc a été conçu avec la plateforme de développement LabView de National Instruments.

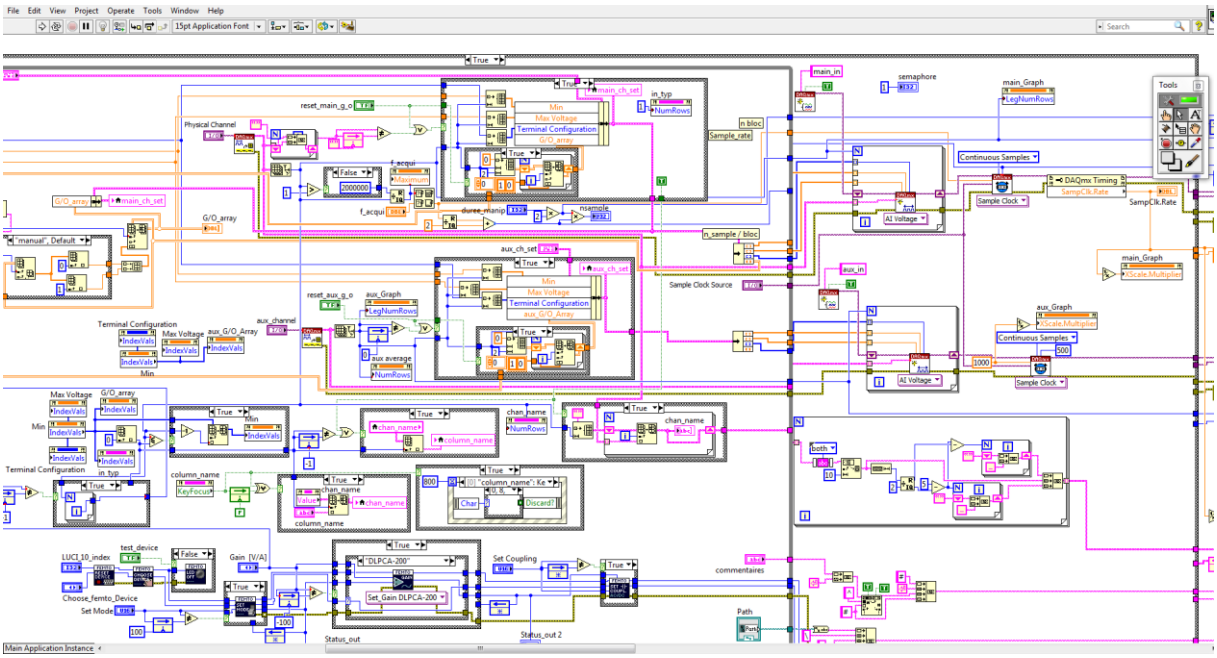


Figure III. 23 Illustration d'une partie du code du logiciel (langage G)

Sans rentrer dans les détails du code de programmation, trop complexe et trop technique pour être abordé ici (voir extrait ci-dessus), nous ne décrirons que l'interface utilisateur du logiciel. Cette interface se compose de 5 onglets (Figure III. 24 - Figure III. 28), chacun avec une fonction bien définie dans la gestion du système. Ainsi :

- L'onglet « *General setting* » (Figure III. 24) apparaît au moment du lancement du logiciel et permet à l'utilisateur de choisir le nom et le dossier d'enregistrement du fichier contenant les résultats des mesures. Il permet également de rentrer les caractéristiques géométriques de l'échantillon (diamètre, épaisseur) et les valeurs de température des liquides chaud et froid. En outre, une fenêtre est prévue pour ajouter des commentaires qui seront sauvegardés au début du fichier de résultats et qui peuvent porter, par exemple, sur le type de matériau caractérisé, la dénomination de l'échantillon, le conditionnement subi au préalable etc.

- « *Digital board* » (Figure III. 25) : Cet onglet permet de connaitre l'état des entrées/sorties numériques de la carte d'acquisition. Il donne également la possibilité de commander individuellement les diverses entrées/sorties numériques reliés aux appareils, afin de tester, si nécessaire, leur bon fonctionnement avant le lancement de l'expérience. Pendant l'expérience, l'état de chaque entrée/sortie est affiché, ce qui permet de surveiller l'état des appareils connectés et de détecter d'éventuelles anomalies.

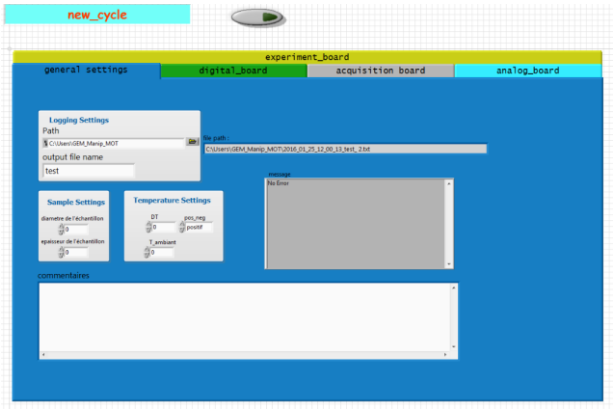


Figure III. 24 Onglet « general setting »

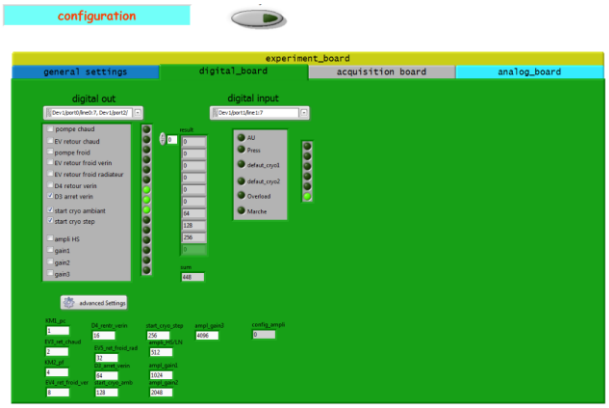


Figure III. 25 Onglet « digital board »

- « *Analog board* » (Figure III. 26) : Ce panneau a pour but de définir la configuration des voies analogiques utilisées. Dans cet onglet, nous retrouvons deux sous menus, l'un utilisé pour configurer la ou les voies d'acquisitions utilisées pendant l'établissement de l'onde thermique, et l'autre pour configurer les voies d'acquisitions qui sont utilisées à des fins de visualisation de l'état du banc de mesure durant les phases de mise en température de l'échantillon et de remplissage du vérin. Seuls les signaux des capteurs connectés aux voies utilisées durant l'application de l'échelon thermique sont enregistrés dans le fichier de résultats. Il est également possible de choisir la fréquence d'échantillonnage de ces signaux, dans les limites des

caractéristiques de la carte d'acquisition). On peut ainsi préciser l'affectation de chaque voie par rapport aux signaux analogiques à acquérir. Pour chaque voie il est possible de paramétrer un gain et un offset en fonction des capteurs dont on veut acquérir la réponse pendant le cycle de fonctionnement du banc. On peut par exemple configurer 4 voies auxiliaires : deux pour contrôler la température des cryostats, deux autres pour mesurer le niveau de liquide dans les deux cryostats pendant la phase de remplissage du vérin hydraulique, ce qui permet de vérifier que chaque liquide est à la bonne température et que la quantité de liquide dans chaque réservoir est suffisante. D'autres voies peuvent être configurées pour enregistrer, par exemple durant l'application du stimulus, la température et la pression dans le diffuseur.

Figure III. 26 Onglet « analog board »

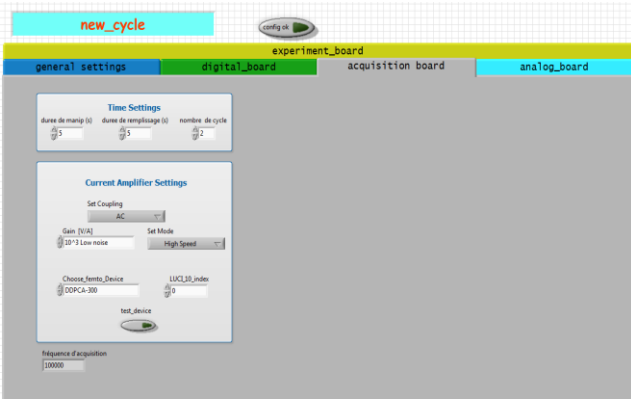


Figure III. 27 Onglet « acquisition board »

- L'onglet « *Acquisition board* » (Figure III. 27) contient un bloc de contrôles (« Time settings ») dont le rôle est de fixer la durée d'application de l'échelon de température (identique à la durée d'acquisition du courant d'onde thermique), la durée de remplissage du vérin et le nombre d'expériences à réaliser successivement sans l'intervention de l'opérateur. Le bloc « Current Amplifier Settings » permet de modifier des paramètres de l'amplificateur de courant tels que le gain, l'offset, le mode de fonctionnement et le mode de couplage. Le réglage de la fréquence d'échantillonnage (en Hz) s'effectue dans cet onglet.

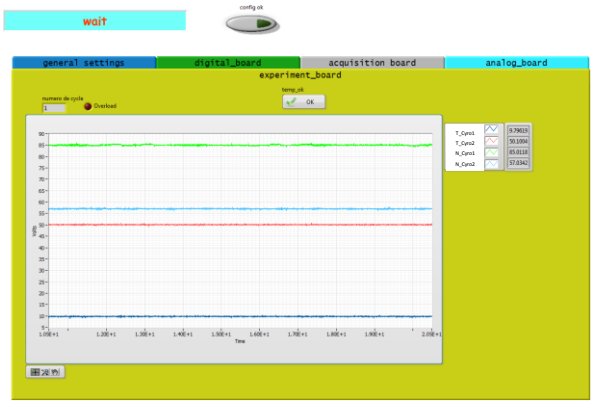


Figure III. 28 Onglet « experiment board » du logiciel

- Enfin, l'onglet « *Experiment board* » (Figure III. 28) sert à la visualisation des signaux mesurés sur les entrées analogiques de la carte d'acquisition et au déclenchement de l'expérience. Durant la phase de mise en température et de remplissage, on y affiche notamment la température des deux liquides et leurs niveaux dans les cryostats (comme dans l'exemple ci-dessus). Cela permet de s'assurer que les conditions nécessaires à l'application du stimulus sont bien remplies. Une fois la température du liquide dans le vérin hydraulique atteinte, le cycle de mesures peut être exécuté à l'aide du bouton poussoir. Le programme effectue par la suite le nombre de cycles précisé dans le bloc « Time Settings » de l'onglet « Acquisition board ».
  Le bouton « Config OK » valide la configuration et donne l'ordre de remplir le vérin. L'acquisition est déclenchée par un appui sur le bouton « OK ». Le déclenchement de l'acquisition n'est possible que si les températures des deux liquides sont égales aux consignes (message « temp ok »). Pendant la phase de mesure, le courant d'onde thermique est affiché dans la fenêtre.

Ce logiciel assure le contrôle de l'intégralité du cycle de fonctionnement du banc, ainsi que la sauvegarde des fichiers de mesure. Ce programme et l'interface graphique sont en constante évolution afin d'améliorer les diverses fonctionnalités.

Chaque fois qu'un cycle de mesure est effectué, les résultats sont enregistrés automatiquement dans un fichier ASCII. La fréquence d'acquisition élevée utilisée durant les mesures (100 kHz) peut produire des fichiers de grande taille (> 200 Mo) ; il a donc été nécessaire de développer une interface graphique spécifique permettant de visualiser les mesures et de réaliser les traitements préliminaires des résultats. La Figure III. 29 présente un aperçu du module permettant la visualisation et la modification de fichiers issus du logiciel d'acquisition du banc de mesure. On y voit, par exemple, l'évolution de la pression dans le diffuseur durant l'application de l'échelon thermique (courbe rouge), la température dans le diffuseur (courbe blanche) et l'acquisition du « top départ » de l'expérience (courbe verte). De plus, des traitements simples comme le décalage temporel ou l'élimination d'un offset sur l'amplitude des signaux sont possibles. Par ailleurs, un filtre de décimation peut être utilisé pour réduire le nombre de points à afficher et ainsi favoriser la fluidité de l'affichage.

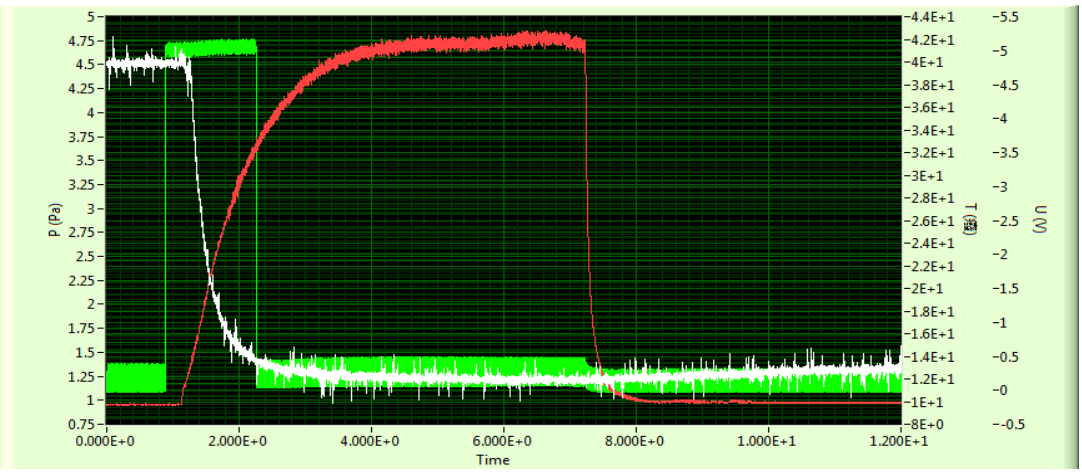


Figure III. 29 Module de visualisation des signaux mesurés

5. Systèmes dédiés à la caractérisation et à l'optimisation du banc

5.1. Mesure de la pression dans le système hydraulique

Lors des premiers tests, des courts signaux transitoires ont été observés au début et à la fin de l'application du stimulus thermique (Figure III. 30). Deux explications peuvent être apportées à ces phénomènes. D'une part, la pression appliquée sur la face inférieure de l'échantillon peut déformer celui-ci ainsi que son support (fléchissement), et alors provoquer des mouvements de charge mesurables par le pico-ampèremètre. D'autre part, la déformation de l'échantillon lui-même (compression) peut également provoquer ce type d'artefact de mesure : c'est le principe de la mesure de charge d'espace par la méthode de l'onde de pression [ALQ 81]. Pour limiter l'effet de déformation du support, l'échantillon est pressé sous une électrode massive, indéformable par les pressions exercées dans la cellule de mesure tel que nous l'avons indiqué. Il reste néanmoins les effets de compression de l'échantillon, qu'il convient d'analyser et de maîtriser.

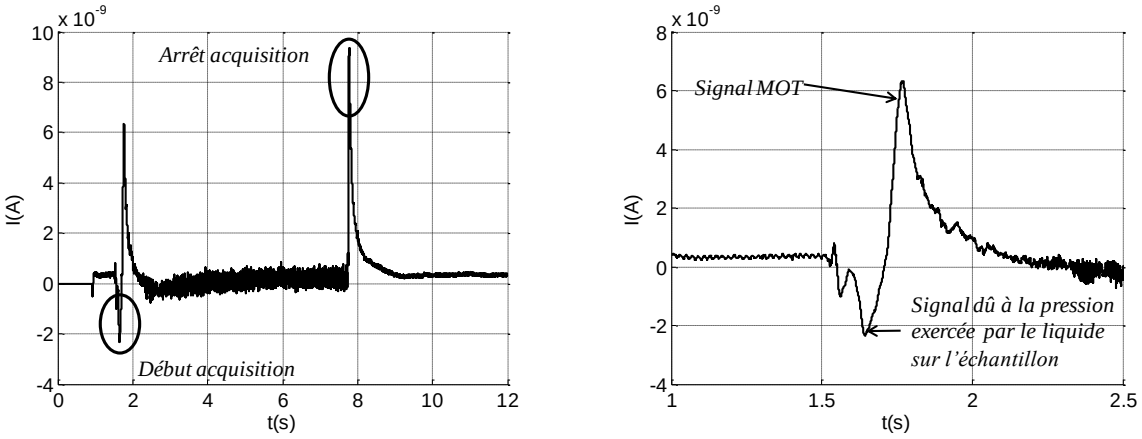


Figure III. 30 Régimes transitoires de courte durée observés au début et à la fin de l'application du stimulus

5.1.1. Capteurs de pression et implantation

Pour mesurer la pression dans le diffuseur, nous avons choisi, en tenant compte du cahier des charges du banc, des capteurs *Keller* type *PAA-M5* (Figure III. 31). Ce type de capteur a une plage de mesure comprise entre 0 et 10 bars et est muni d'un conditionneur 0 - 10 V, qui lui permet d'être connecté directement à une entrée analogique de la carte d'acquisition. Sa sensibilité est de 0,1 % de la pleine échelle et sa bande passante est de 50 kHz. Il peut être utilisé avec des fluides dont la température varie dans une plage allant de – 50°C à 180°C.

Figure III. 31 Capteur de pression Keller type PAA-M5 utilisé dans l'installation

Dès la conception du système, des emplacements permettant l'installation de capteurs ont été définis. Par exemple, la Figure III. 32 indique les emplacements de logements où des capteurs de pression peuvent être placés. Ainsi, il est en particulier possible de mesurer la pression à l'entrée du diffuseur en insérant le capteur dans un de ces emplacements (Figure III. 32. a). D'autre part, une prise de pression au niveau du plan de la surface de l'échantillon peut être réalisée à l'aide de l'adaptateur de la Figure III. 32. b. Ce montage comporte une pièce cylindrique filetée ayant en son centre un logement prévu pour le capteur. Cette pièce, venant en lieu et place de l'échantillon, permet de mesurer la pression appliquée à l'électrode inférieure de l'éprouvette.

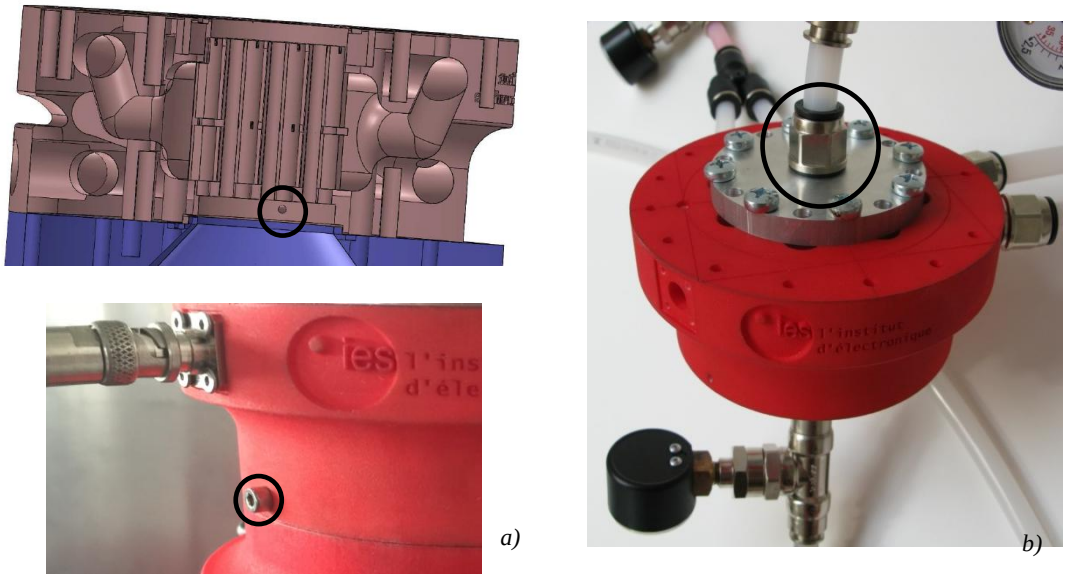


Figure III. 32 Emplacements possibles des capteurs de pression

L'utilisation simultanée des deux capteurs permet de mesurer, dans des conditions identiques à celles de l'expérience, les pressions absolues à l'entrée et à la sortie du diffuseur, et donc de déterminer la variation de pression dans l'échangeur pendant l'acquisition. En outre, le capteur a) peut être laissé en place durant les mesures, permettant ainsi de s'assurer de la reproductibilité de la pression à l'entrée du diffuseur et donc de la reproductibilité des cycles d'injection du liquide.

5.1.2. Exemples de mesures et analyse

La Figure III. 33 présente un exemple de mesure des pressions dans les différents endroits du banc de mesure. Le signal « Top départ » (courbe noire) correspondant au signal produit par l'appui sur le bouton poussoir utilisé pour démarrer le cycle de mesure. A cet instant, l'entrée correspondante de la carte d'acquisition reçoit un signal passant de 0 à 5 V. Ce bouton commande également les divers distributeurs du système pneumatique nécessaires à la mise en mouvement du vérin. Le décalage entre le « Top départ » et la mesure de pression est t_2 = 0,23 s si on mesure la pression à l'entrée du diffuseur (Figure III. 32. a) et t_1 = 0,287 s lorsqu'elle est mesurée au niveau de l'échantillon (Figure III. 32. b). Ces délais correspondent au temps nécessaire à l'établissement de la pression du côté du vérin pneumatique, qui, après avoir commencé à se déplacer, va progressivement mettre en pression le liquide caloporteur.

Le temps de montée du signal à 90% est t_{m-2} = 1,828 s pour le côté inférieur et t_{m-1} = 1,765 s pour le côté supérieur du diffuseur thermique. Nous analyserons par la suite les effets de la montée en pression de la partie hydraulique sur les signaux d'onde thermique.

A partir des relevés de pression présentés dans la Fig. III 33 a), il est possible de déterminer la dynamique d'établissement de la pression dans le diffuseur thermique et en connaissant le volume de liquide concerné, évaluer les vitesses moyennes et instantanées du liquide, comme nous le verrons par la suite. Nous analyserons, également plus loin, les effets de la pression sur les signaux d'onde thermique.

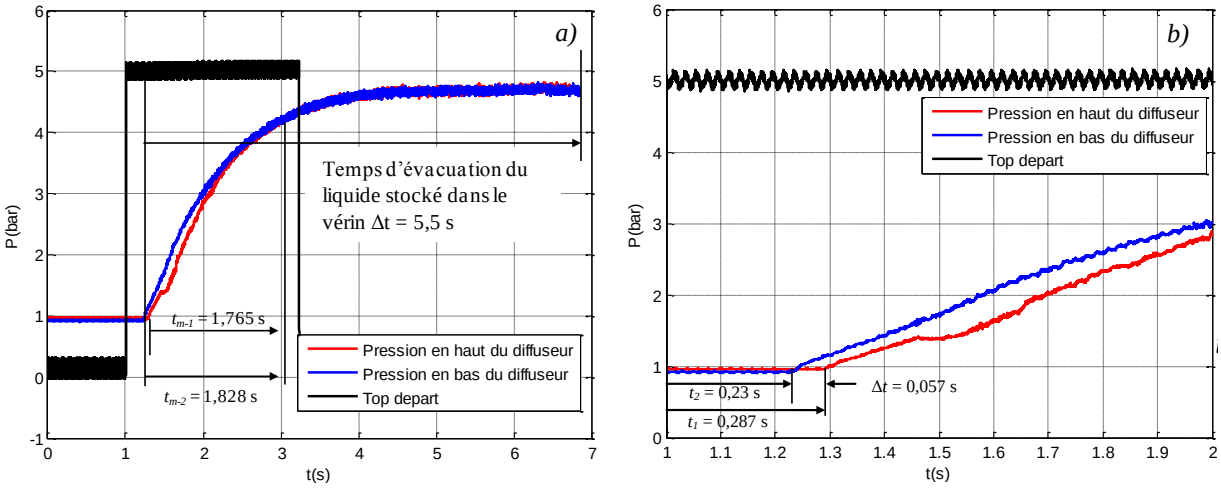


Figure III. 33 Exemple de mesures des pressions dans les deux emplacements prévus avec le top départ du signal a) Signal complet, b) Zoom entre 1 et 2 secondes

5.2. Mesure de la température dans le diffuseur thermique

Dans l'expression du courant d'onde thermique (Eq II.16), $\Delta T(x,t)$ indique la valeur de la température à une profondeur x dans l'échantillon, à un instant donné t. Le calcul de cette valeur à travers l'équation de la chaleur nécessite la connaissance de la température à la surface de l'échantillon. Afin d'estimer cette dernière, aussi bien en terme d'amplitude que de dynamique, et de vérifier la reproductibilité de mesures, nous avons prévu d'intégrer dans le diffuseur deux types de capteurs : des sondes Pt 1000 et des thermocouples. Pour maitriser les éventuels effets non-désirés des circuits de conditionnement et pour les adapter aux mieux à notre cahier de charges, nous avons développé ces circuits nous-mêmes.

5.2.1. Sondes Pt 1000 et conditionneurs associés

L'intérêt principal de ce type de capteur est sa sensibilité, qui permet d'obtenir des valeurs précises de la température mesurée. Son principe de fonctionnement réside dans la variation de sa résistance. A 0°C, la résistance d'une sonde Pt 1000 vaut 1000 Ω ; cette valeur augmente lorsque la température augmente et diminue dans le cas contraire. Un circuit de conditionnement est donc nécessaire pour pouvoir connecter ce type de capteur à une entrée analogique 0-10 V de la carte d'acquisition.

La Figure III. 34 présente le schéma électronique des conditionneurs que nous avons conçus et réalisés pour une utilisation avec des sondes Pt 1000 miniatures isolées. Le capteur est

placé dans un pont de Wheatstone, la tension de déséquilibre du pont étant amplifiée par un amplificateur d'instrumentation afin d'obtenir, en sortie du montage, une tension V_{out} pouvant varier entre -10 V et +10 V, correspondant à une plage de mesure ± 100°C. Le pont est alimenté par une source stabilisée de 5 V continu, réalisée à l'aide d'un montage transformateur/redresseur/régulateur. Les valeurs des résistances sont choisies de manière à limiter le courant maximal à 0,1 mA dans la sonde pour éviter tout auto échauffement de la sonde provoqué par effet Joule. Le pont intègre un potentiomètre de réglage d'offset (R4, 1 kΩ par défaut, correspondant à la valeur de résistance de la sonde Pt 1000 à 0 °C). Le gain *G* de l'amplificateur est défini par la résistance RG (G = 1 + 50 kΩ/RG) ; il est fixé à 268 pour assurer une tension maximale de sortie de 10 V.

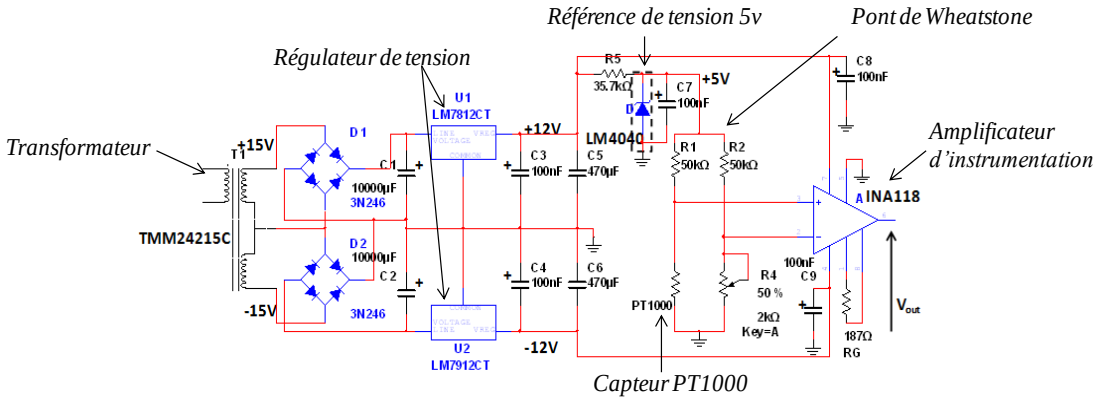


Figure III. 34 Schéma du conditionneur Pt 1000 réalisé pour le banc

La Figure III. 35 présente un conditionneur à 4 voies pour sonde Pt 1000. Les mesures de température sont connectées à la carte d'acquisition (à travers les entrées analogiques du bloc de connexions) contrôlée par le logiciel que nous avons présenté précédemment.

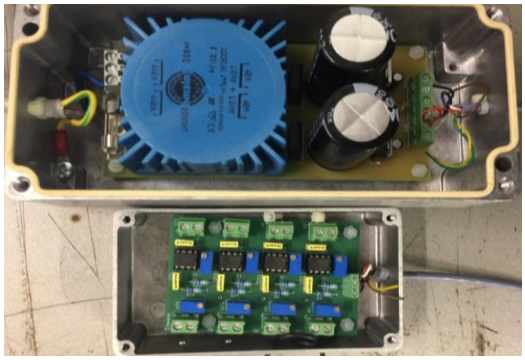


Figure III. 35 Conditionneur Pt 1000 à 4 voies et son alimentation

Le diagramme de Bode que nous avons relevée pour notre conditionneur (Figure III. 36) montre une bande passante supérieure à 40 kHz (bien plus grande que celle des sondes PT 1000, de l'ordre de quelques centaines de Hz). Deux ensembles capteur/conditionneur ont été prévus pour être installés sur le banc, les positions des sondes étant similaires à celles des capteurs de pression.

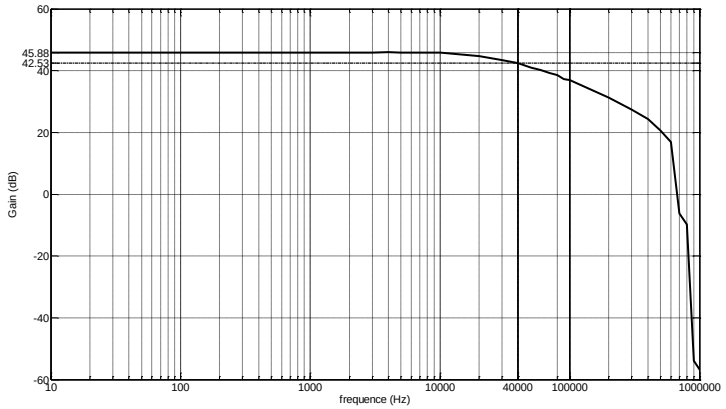


Figure III. 36 Diagramme de Bode du conditionneur développé pour les sondes Pt1000

5.2.2. Thermocouples et conditionneurs associés

Par rapport aux sondes Pt 1000, les thermocouples fournissent des temps de réponse bien plus courts ; ils sont donc plus adaptés à des mesures dynamiques. En revanche, leur étalonnage est plus délicat pour obtenir des valeurs précises; la combinaison des deux types de capteurs permet alors d'estimer la valeur et la dynamique de la température. Les thermocouples que nous avons employés pour le banc, à l'état de l'art de ce qui peut se trouver sur le marché, sont des capteurs miniaturisés pour usage médical, avec des temps de réponse inférieurs à la milliseconde.

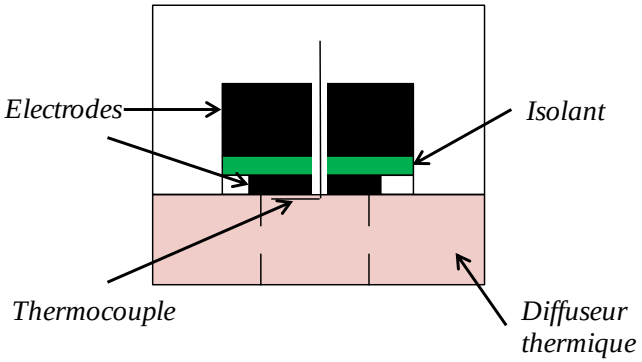


Figure III. 37 Montage permettant la mesure de la température en surface du diffuseur thermique à l'aide d'un thermocouple

Pour des mesures à l'entrée du diffuseur, l'emplacement indiqué dans la Figure III. 32. a) peut être utilisé. Pour des mesures dans le plan de la surface de l'échantillon, un montage spécifique a été réalisé (Figure III. 37). Il comporte notamment une pièce de dimensions identiques à la pièce massive placée sur l'échantillon et contenant un canal isolé pour permettre le passage et le placement du thermocouple, ainsi que l'étanchéité du montage.

La Figure III. 38 présente les conditionneurs que nous avons conçus et réalisés pour l'utilisation des thermocouples. Ils sont basés sur des amplificateurs d'instrumentation Analog Devices AD595 spécifiques. Ils comportent une compensation de soudure froide, ainsi qu'un étalonnage du zéro intégré. En raison de limitations techniques, nous n'avons pas pu réaliser le diagramme de Bode du conditionneur de thermocouples. Ceci aurait en effet nécessité de générer des tensions sinusoïdales d'amplitude de l'ordre du µV pour simuler les variations de tension thermoélectrique liées aux changements de température (-50 °C à 100 °C) et nous ne disposions pas d'un tel instrument. Selon la documentation fournie par le constructeur et la

notice d'application du composant utilisé, ce conditionneur permet une bande passante supérieure à 15 kHz (bien supérieure à celle d'un thermocouple, de l'ordre du kHz).

Figure III. 38 Conditionneur pour thermocouple à 5 voies et son alimentation

5.2.3. Exemples de mesures et analyse

La Figure III. 39 présente un exemple de mesures des températures dans les différents endroits prévus, en utilisant les deux types de capteurs (Pt 1000 pour la courbe bleue et thermocouple pour la courbe rouge).

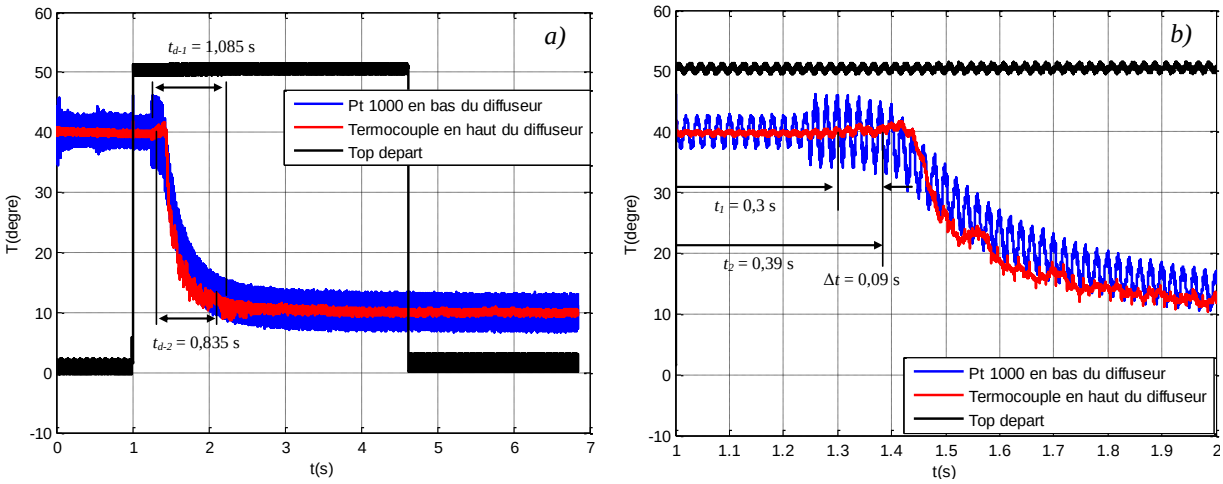


Figure III. 39 Exemple de mesures des températures dans les deux positions avec son top départ
a) Signal complet, b) Zoom entre 1s et 2 s

Le décalage entre le « Top départ » et la température est d'environ 0,3 s si on mesure la température avec le capteur Pt 1000 du côté inférieur du diffuseur (Figure III. 32. a) et de 0,39 s si on la mesure du côté supérieur en utilisant un thermocouple (Figure III. 32. b). La différence entre les deux (Δt = 0,09 seconde) dépend de deux paramètres : le temps de transfert du liquide froid depuis le support de clapet jusqu'à l'échantillon et le temps de

réponse des capteurs. Les deux cryostats sont respectivement réglés à 40°C et à 10 °C pour obtenir un échelon de température d'amplitude -30 °C. Le temps de descente du signal à 90% vaut t_{d-2} = 0,835 s pour le thermocouple du côté supérieur et t_{d-1} = 1,085 s pour le capteur Pt 1000 du côté inférieur. La fréquence d'échantillonnage pour ces mesures est de 100 kHz, bien supérieure à la bande passante des capteurs et des conditionneurs. Les signaux obtenus montrent une vitesse de variation de la température au niveau de l'échantillon de 100°C/s.

5.2.4. Conclusion

L'instrumentation mise au point pour le banc de mesure de charges d'espace a permis de caractériser les différentes grandeurs importantes pour le transfert thermique (pression, température). Il est cependant à noter que le temps de réponse de ces capteurs, en particulier en température, ne permet pas d'utiliser les informations qu'ils fournissent pour le traitement des signaux, la bande passante nécessaire dans ce cas devant être supérieure à 50 kHz. Ces mesures de référence permettront néanmoins de s'assurer à tout moment que le banc possède toujours des conditions optimales de mesure, ainsi que de rechercher et d'évaluer d'éventuelles améliorations à apporter au système.

6. Caractérisation, optimisation et évaluation du système

6.1. Tests préliminaires

Pour tester le banc et vérifier les évolutions qu'il apporte par rapport à l'état de l'art, nous avons réalisé des mesures de courant d'onde thermique sur deux types d'échantillons ayant des caractéristiques électriques et thermiques différentes (PRC de « type 1 » et PET). Les mesures ont été réalisées sur les éprouvettes à 25°C avant l'application du stimulus, l'amplitude de l'échelon thermique étant de -30°C.

La Figure III. 40 montre des courants d'onde thermique mesurés sur un échantillon PRC de « type 1 » après un conditionnement électrique sous 30 kV/mm à 80°C durant 16 heures. Ces signaux ont été obtenus aussi bien par l'application de l'échelon thermique côté semi-conducteur (signal noir, d'amplitude plus importante) que côté substrat (signal bleu). Il est à noter que ces tests ont été effectués sans précaution particulière en terme d'interférences électromagnétiques ; le rapport signal/bruit peut donc être amélioré à travers un blindage soigné de l'ensemble de la chaîne de mesure.

On constate que l'amplitude et la dynamique du signal expérimental, obtenu par application de l'échelon thermique du côté de l'électrode semi-conductrice, sont du même ordre de grandeur que celles des simulations présentées dans le Chapitre II (de l'ordre du nanoampère, Figure II. 13 c). Le transfert de chaleur moins efficace sur le côté du substrat conduit à une dynamique bien plus faible et à une amplitude réduite du courant d'onde thermique correspondant.

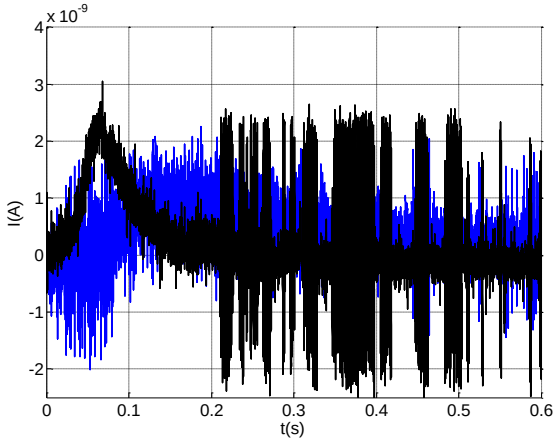


Figure III. 40 Courants d'onde thermique obtenus expérimentalement avec le nouveau banc sur un échantillon PRC de « type 1 ». En noir : réponse de l'échantillon à un échelon thermique appliqué sur l'électrode semi-conductrice, en bleu : réponse de l'échantillon à un échelon thermique appliqué sur le substrat métallique

Pour quantifier les améliorations apportées par la nouvelle installation, nous avons comparé la réponse obtenue avec l'installation en cours de développement à celle obtenue par un banc d'onde thermique classique, en utilisant un échantillon de PET. La comparaison des courants d'onde thermique mesurée sur chaque banc pour le même échantillon est présentée dans la Figure III. 41. Elle illustre des courants enregistrés durant l'application du stimulus à une éprouvette de PET préalablement conditionnée sous 30 kV/mm à 80°C durant 4 heures. Les signaux négatifs correspondent à une excitation thermique de l'électrode reliée au point de potentiel le plus élevé de la source de tension (anode) pendant le conditionnement électrothermique. Les signaux positifs ont été acquis en appliquant l'échelon de température sur l'électrode qui était en contact avec la terre pendant le conditionnement (cathode).

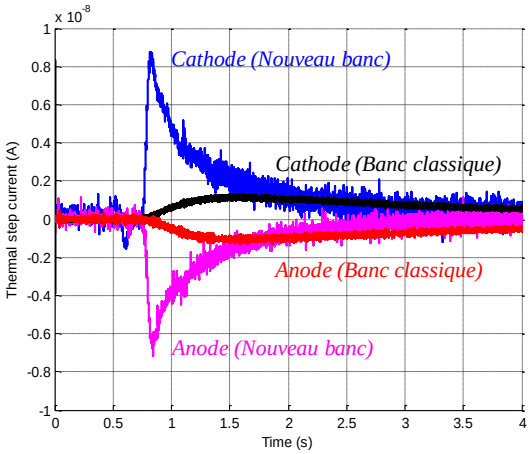


Figure III. 41 Comparaison de courants d'onde thermique obtenus avec le nouveau banc et avec le banc classique

Il en ressort que le banc que nous avons mis au point permet de multiplier l'amplitude des signaux par un facteur 7 à 9. Le temps de montée du signal est, quant à lui, multiplié par 11. Ceci démontre une augmentation significative de la sensibilité de mesure ainsi que de la bande passante (en raison de la dynamique beaucoup plus élevée de l'amplificateur de courant), et donc à priori une nette amélioration de la résolution.

6.2. Amélioration du système

Les différents résultats obtenus lors des tests préliminaires ont montré qu'il était encore possible d'améliorer le banc de mesure pour obtenir des performances supérieures, notamment en termes de réduction du bruit, si l'on souhaite éviter des post-traitements lourds et difficiles des signaux de mesure. Les principales méthodes classiques envisageables pour améliorer le rapport signal sur bruit sont :

- optimiser les instruments pour réduire les sources de bruit ;
- limiter la bande passante strictement à la bande utile par un filtrage électronique ;
- réduire la sensibilité aux perturbations extérieures par un blindage électromagnétique.

Dans notre cas, tous les appareils et circuits de puissance sont déconnectés lors de la mesure pour éviter les sources de bruit électromagnétique pendant l'acquisition. La bande passante de l'amplificateur de courant est limitée aux 70 kHz théoriquement nécessaires pour atteindre la résolution envisagée, tout en gardant le gain approprié à la mesure de courants de quelques nanaoampères. Pour réduire le bruit, on s'est donc attaché à améliorer le système de génération du stimulus thermique, à améliorer le contact électrique entre l'échantillon et le système de mesure et à limiter la sensibilité au bruit électromagnétique ambiant par la mise en place d'un blindage pour la cellule de mesure.

6.2.1. Génération du stimulus thermique

Comme les variations de température à la surface de l'échantillon se produisent à des endroits où la vitesse du liquide caloporteur est nulle et sa pression la plus élevée, selon les résultats de simulation, une oscillation de la pression de l'ordre de 1 bar est apparue à l'interface liquide/échantillon (Figure II. 49). En réalité, cette valeur est plus importante (environ 3,75 bar, Figure III. 33).

Si on considère cette pression comme un stimulus sous la forme d'un échelon appliqué sur la surface de l'échantillon, la propagation de l'onde de pression provoque un léger déplacement des charges d'espace, induisant une redistribution des charges d'influence aux électrodes, ce qui donne naissance à un courant (Figure III. 30). Cet effet bien connu est exploité pour les mesures de charges d'espace par la méthode de l'onde de pression. Ce courant d'onde de pression se superpose au courant de l'onde thermique provoqué par le stimulus thermique. Il est alors nécessaire de limiter les effets de l'onde de pression et de séparer les deux signaux (décalage temporel) pour pouvoir analyser le signal produit par l'onde thermique sans qu'il ne soit pertubé par le signal dû à l'onde de pression.

D'autre part, comme l'épaisseur de l'échantillon est faible, la présence d'une forte pression provoque une vibration de l'échantillon, ce qui donne naissance à un bruit lors de la phase montante de la pression. Il est nécessaire de maitriser la montée en pression pour améliorer le rapport signal/bruit.

Pour améliorer notre banc de mesure, nous avons agi sur trois leviers : le système hydraulique, le système pneumatique et la cellule de mesure.

6.2.1.1. Circuit hydraulique

Comme nous l'avons présenté précédemment, la sortie principale *S1* du système est utilisée pour évacuer aussi bien le liquide froid que le liquide chaud du diffuseur. Le montage spécifique des vannes de sortie en Y permet, en association avec les commandes adéquates, de diriger le liquide vers le cryostat approprié pendant l'une ou l'autre des phases de fonctionnement (Figure III. 16.c). Pour limiter la surpression sur l'électrode inférieure de l'échantillon, nous nous sommes proposés d'utiliser l'aspiration provoquée par le déplacement du circuit hydraulique. En effet, le déplacement de ce piston provoque d'un côté (celui du diffuseur) une surpression, utilisée pour déplacer l'eau vers le diffuseur, et de l'autre côté une dépression (principe du déplacement d'un piston dans un tube fermé aux deux bouts). Cette aspiration peut être utilisée pour réduire la pression dans le diffuseur. Pour cela, la modification du circuit hydraulique consiste à relier la sortie *S1* à l'entrée du vérin hydraulique situé du côté inférieur du piston hydraulique (en trait bleu sur la Figure III. 42). Un clapet anti-retour est placé entre l'électrovanne et le cryostat froid afin d'éviter la diminution de la force de dépression du vérin hydraulique.

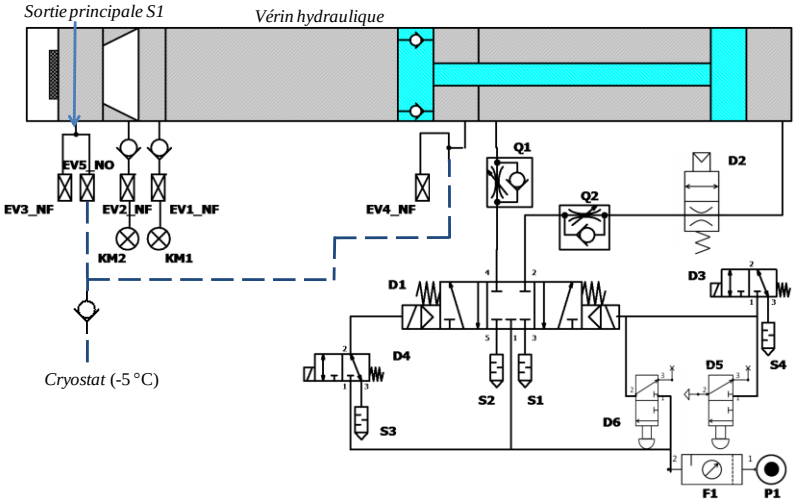


Figure III. 42 Schéma du système hydraulique avec l'interconnexion du côté haute pression avec le côté basse pression (en bleu)

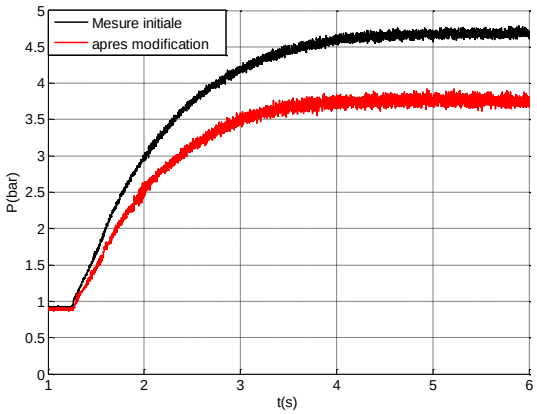


Figure III. 43 Mesures de pression (du côté inférieur du diffuseur thermique) après la modification du système hydraulique.

La Figure III. 43 présente des mesures de pression réalisées avant et après modification du circuit hydraulique. Elle montre qu'en utilisant la dépression du vérin, l'amplitude de la pression est réduite de 4,7 bar à 3,75 bar. Nous constatons également une réduction de la dynamique.

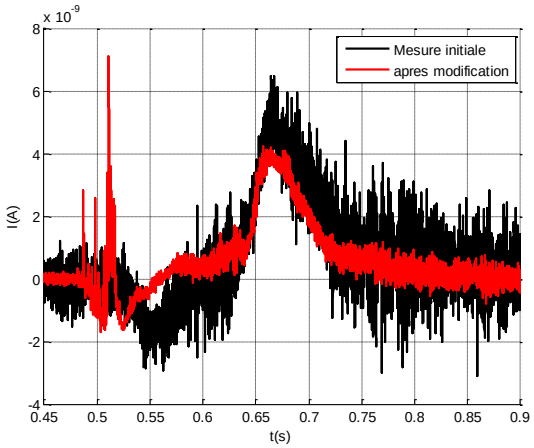


Figure III. 44 Comparaison entre deux courants d'onde thermique obtenue avant et après modification du circuit hydraulique. Signaux obtenus avec un échantillon PRC de « type 2 » pré-conditionné sous 30 kV/mm, 60 °C pendant 18 h.

On peut ainsi noter que l'amplitude du signal dû à l'onde de pression (Figure III. 44) est diminuée grâce à la connexion du côté basse pression à la sortie *S1*. L'intervalle de temps entre le signal dû à l'onde de pression et le signal dû à l'onde thermique est également augmenté, ce qui permet de bien discriminer l'effet de la pression de l'effet de la température. De plus, on constate une amélioration significative du rapport signal sur bruit, probablement en raison de la diminution des vibrations.

6.2.1.2. Diffuseur thermique

On rappelle que la pièce située sous le diffuseur sert de support à plusieurs clapets anti-retour à bille, ces derniers permettent d'éviter le mélange du liquide utilisé pour la mise en température initiale de l'échantillon avec celui utilisé pour produire l'échelon thermique (Figure III. 45). Le liquide arrivant du côté inférieur du clapet, pousse la bille qui ferme le passage. Si la pression du liquide est supérieure à la pression exercée par le ressort sur la bille, le fluide peut circuler dans le système.

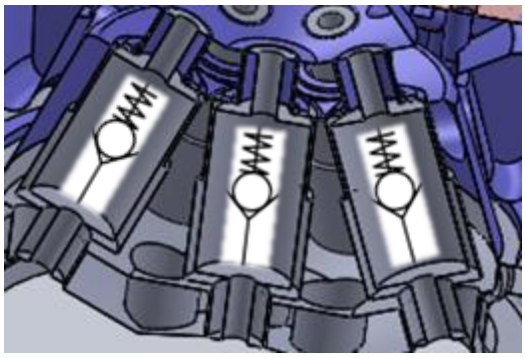


Figure III. 45 Système de clapets anti-retour à bille

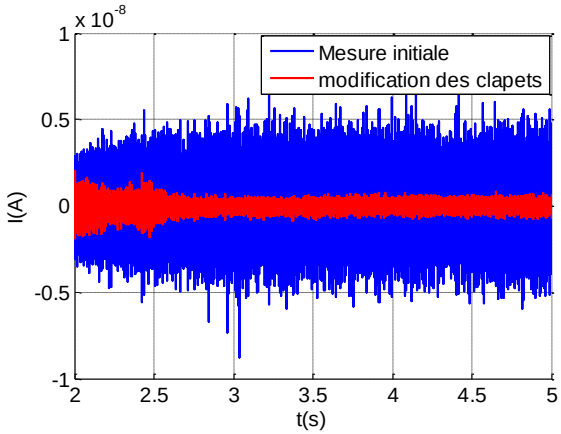


Figure III. 46 Réduction du bruit après modifications de la pièce intermédiaire

Nous avons constaté que ce système produit un bruit audible, lié à la vibration de la bille. Ces vibrations provoquent une augmentation significative du bruit sur le signal d'onde thermique. Pour pallier à ce problème, nous avons retiré les ressorts des clapets, en réduisant la pression minimale d'ouverture, et en supprimant la mise en résonnance de la bille avec les turbulences du liquide. Ainsi, dès qu'il y a circulation de fluide, le clapet s'ouvre et reste dans sa position jusqu'à la fin de la mesure. Ceci a permis de réduire le bruit de mesure d'un facteur 3, tel que le montre la Figure III. 46.

Le seul inconvénient de cette modification est qu'elle nécessite un réglage plus subtil de la pression du liquide de mise en température. En effet, il est impératif que la pression du liquide froid lors du remplissage du vérin soit inférieure à celle du liquide chaud pour éviter l'ouverture des clapets et le mélange éventuel des deux liquides.

6.2.1.3. Système pneumatique

Une seconde option pour réduire l'effet de la pression est de limiter les variations brutales de pression dans le vérin pneumatique. On rappelle que l'élément *D2* (Figure III. 42) est un démarreur progressif ayant pour fonction le réglage du temps de montée de la pression dans le vérin pneumatique et *Q1* un régulateur de débit de flux d'air, dont la présence permet de contrôler la vitesse de montée du piston, donc la régulation de la vitesse du liquide dans le diffuseur thermique. Le réglage de ces éléments se fait à l'aide d'une vis pointeau. La Figure III. 47 présente les mesures de pression du côté inférieur du diffuseur thermique pour différents réglages du régulateur *Q1*. Il permet de ralentir le temps de montée du piston, donc la vitesse du liquide. Il engendre également des pertes de charge qui réduisent la dynamique d'établissement de la pression. Cependant, la valeur de la pression finale reste la même, si toutefois la course du vérin est suffisante pour finaliser la phase de montée du signal.

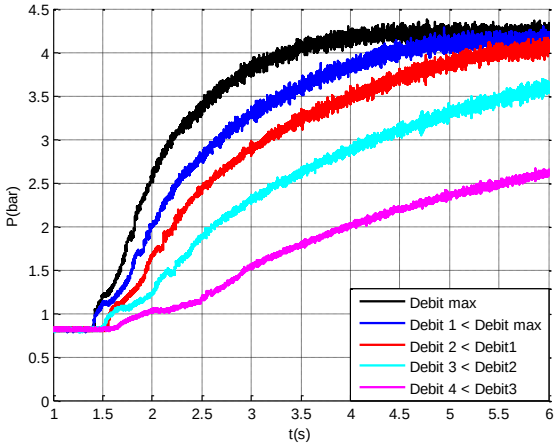


Figure III. 47 Mesures de pression pour différentes valeurs de débit d'air. Le démarreur progressif est réglé pour un démarrage le plus rapide possible, la vis pointeau du régulateur Q1 est réglée de 1 à 4 tours (débit 1 à).

Le réglage optimal est obtenu lorsque la vitesse du piston permet de distinguer les signaux dû à l'onde de pression et à l'onde thermique. La Figure III. 48 montre l'évolution de la température dans la partie inférieure du diffuseur pour différents réglages du régulateur de débit *Q1*, les consignes de température haute et basse étaient respectivement de 40 °C et 10 °C. En augmentant le nombre de tours de la vis pointeau du régulateur *Q1* (débit réduit), la descente en température présente un retard. La dynamique des signaux mesurée n'est pas très différente à cause de la faible bande passante du capteur Pt1000 utilisé pour cette expérience.

Le décalage temporel observé à débit plus faible permet de mieux distinguer les signaux liés à l'onde de pression et ceux liés à la température.

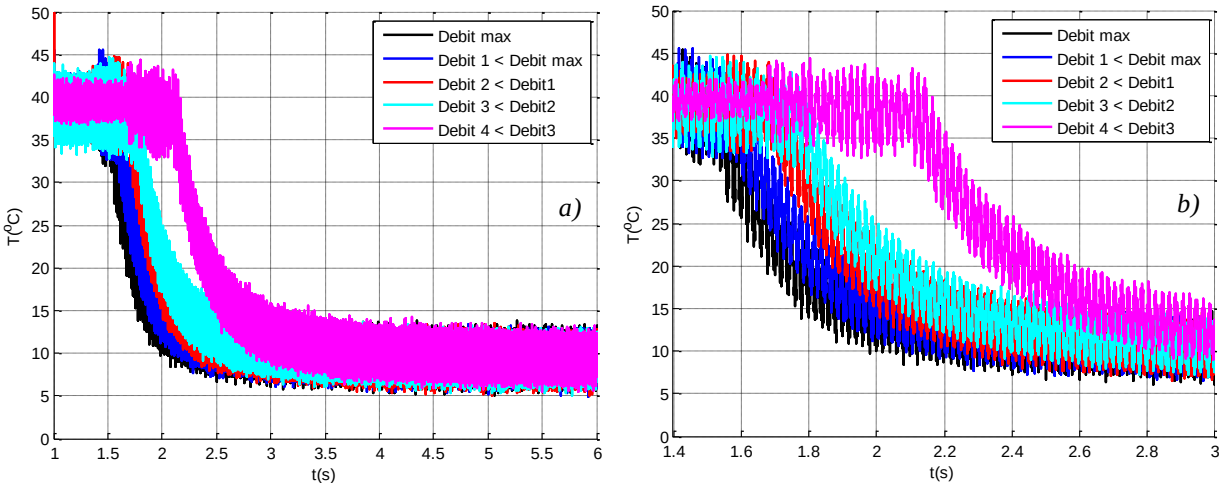


Figure III. 48 Mesures de température pour différentes valeur de débit d'air. Le démarreur progressif est réglé pour un démarrage le plus rapide possible, la vis pointeau du régulateur Q1 est regelée de 1 à 4 tours. Mesures effectuées à l'aide d'un capteur PT1000. a) Signal complet, b) Zoom entre 1,4 et 3 s

Un dernier paramètre qui peut être influencé par le débit d'air concerne le bruit de mesure. En effet, bien que les systèmes pneumatiques soient peu générateurs de bruit électromagnétique (raison pour laquelle nous avons choisi cette technologie), les vibrations liées au déplacement d'air peuvent toutefois être visibles sur les mesures de courant. La Figure III. 49 présente un cycle de signal acquis à travers l'amplificateur de courant, réalisé sur un échantillon PRC de « type 2 » vierge. Les points de mesure t_0 à t_4 correspondent aux différentes phases de fonctionnement :

- t_0 : top départ de la mesure, correspondant au démarrage de l'acquisition ;
- t_1 : démarrage du système pneumatique, le délai entre t_0 et t_1 (Δt_1) correspond au temps de réaction du système pneumatique ;
- t_2 : mouvement des tiroirs des distributeurs pour activer le piston ;
- t_3 : démarrage du piston, le délai entre t_2 et t_3 (Δt_2) correspondant à la durée de mise en pression de l'air avant le mouvement du piston ;
- t_4 : départ du signal utile, le délai entre t_3 et t_4 (Δt_3) correspondant à la durée d'évacuation du liquide chaud stocké dans le diffuseur ; à partir de t_4, le stimulus thermique diffuse dans l'échantillon.

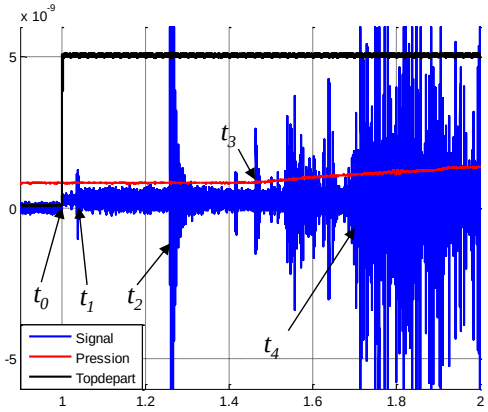


Figure III. 49 Illustration condensée d'un signal sur un cycle complet, mettant en évidence les diverses phases de fonctionnement du système

Tableau III. 2 Variation des différents délais et du niveau de bruit en fonction du réglage du régulateur Q1

Condition	t_0 (s)	t_1 (s)	t_2 (s)	t_3 (s)	t_4 (s)	Δt_1 (s)	Δt_2 (s)	Δt_3 (s)	Bruit
Débit d'air maximum	1,136	1,173	1,432	1,555	1,738	0,037	0,123	0,183	2 nA
Débit 1 < Débit max	0,842	0,878	1,135	1,255	1,440	0,036	0,120	0,185	1,2 nA
Débit 2 < Débit 1	1,296	1,332	1,694	1,821	2,034	0,036	0,127	0,213	800 pA
Débit 3 < Débit 2	1,325	1,368	1,541	1,787	2,115	0,043	0,256	0,318	600 pA
Débit 4 < Débit 3	0,938	0,977	1,130	1,550	2,005	0,039	0,420	0,455	500 pA

Dans le tableau III. 2, nous présentons les différentes variations des retards t_1 à t_4 et les niveaux de bruit généré par les différents réglages de débits d'air fixés par le régulateur *Q1*. Comme nous pouvions nous y attendre, en diminuant le débit du flux d'air dans le vérin pneumatique il en résulte une nette réduction du bruit de mesure, ainsi qu'une augmentation du délai (Δt_3) avant la production effective de l'échelon thermique sur l'échantillon. Finalement, un compromis entre le niveau de bruit, la dynamique de l'échelon thermique et un intervalle de temps suffisant entre le signal dû à l'onde de pression et le signal dû à l'onde thermique, nous a permis de choisir un réglage du régulateur *Q1* fixé au Débit 3.

6.2.2. Contact électrique entre l'échantillon et le circuit de mesure

Il est établi que les contacts électriques peuvent être une source de bruit électromagnétique lorsque la qualité de ceux-ci n'est pas bonne. On rappelle qu'à l'intérieur du diffuseur thermique, l'électrode assujettie à l'excitation thermique (couche semi-conductrice) est en contact avec une bague en laiton, qui est à son tour reliée à la masse de l'amplificateur de courant. Le blindage supérieur en aluminium permet la mise en place et le verrouillage d'un système comportant une pièce massive qui se place sur le substrat de l'échantillon. Cette pièce est reliée à la deuxième borne de l'instrument, refermant ainsi le circuit de mesure. La résistivité superficielle de la couche semi-conductrice (polyéthylène chargé en noir de carbone) n'est pas négligeable (de l'ordre de 10^4 Ωm) et la surface en contact avec la bague est assez faible ($\pi\ (\phi_e^2-\phi_i^2)\ /\ 4 = 1{,}66*10^{-4}$ m^2, avec ϕ_e = 54 mm et ϕ_i = 52 mm). Il est alors difficile d'obtenir un bon contact électrique entre la masse de l'amplificateur et le côté excité thermiquement de l'échantillon, ce qui constitue une source de bruit supplémentaire lors des mesures de courant.

La solution pour améliorer le contact électrique à consisté, dans un premier temps, à rajouter une couche de blindage en laiton du côté inférieur (entre la bague et l'échantillon) pour augmenter la surface de contact (Figure III. 50). Le diamètre intérieur du disque est fixé à 50 mm (supérieur au diamètre du joint torique) afin d'assurer l'étanchéité par rapport au liquide caloporteur. La liaison du blindage supérieur, du blindage inférieur et la masse de l'amplificateur de courant permet d'obtenir une référence de masse commune. Ensuite, une

couche de dépôt d'or/chrome est réalisée sur la surface semi-conductrice de chaque échantillon par photolithographie, permettant de diminuer la résistivité superficielle. L'épaisseur du dépôt est très faible (10 nm chrome et 300 nm d'or) pour éviter une augmentation de l'épaisseur virtuelle x_0.

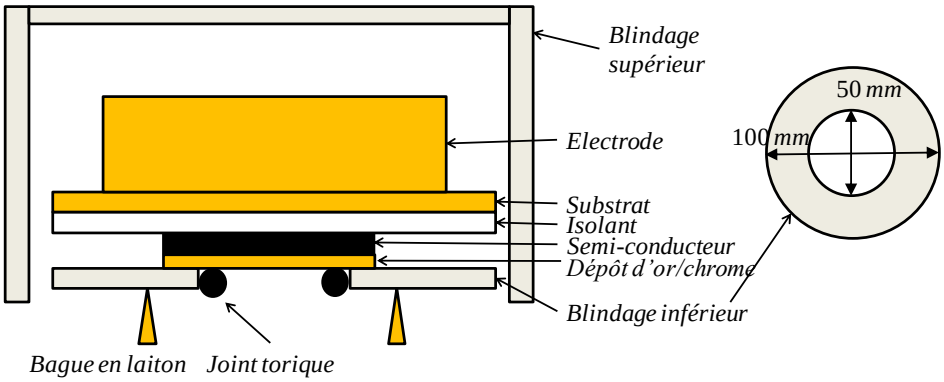


Figure III. 50 Système de mesure après l'amélioration du contact électrique

6.2.3. Cellule de mesure

Les alimentations de tous les appareils et circuits de puissance sont coupées pendant l'acquisition pour limiter le bruit électromagnatique. Néanmoins, les sources de bruit étant multiples, d'autres précautions sont nécessaires pour augmenter au maximum le rapport signal/bruit. En particulier, l'amplificateur de courant est placé dans une cage de Faraday et les circuits de mesure sont réalisés avec des fils les plus courts possibles, en employant des câbles et des connecteurs conçus pour véhiculer des signaux faibles.

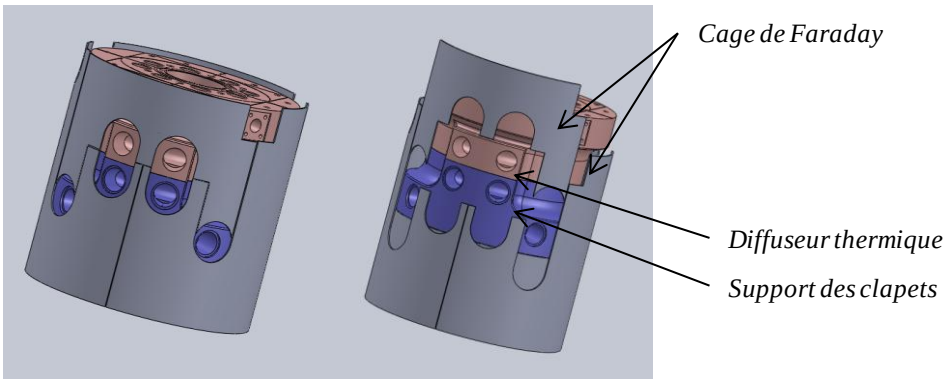


Figure III. 51 Coque conçue pour limiter les interférences électromagnétiques à travers le diffuseur

D'autre part, on rappelle que le diffuseur thermique est réalisé en matière plastique (pour réduire les échanges thermiques vers l'extérieur et réduire sa masse) et contient un liquide non isolant électrique. Afin de limiter la réception de bruit électromagnétique à travers la partie inférieure du diffuseur, nous avons conçu une coque dont le rôle est de servir de cage de Faraday (Figure III. 51). Le matériau est de l'acier inoxydable sous forme de feuille d'épaisseur de 2 mm, dont la forme permet d'entourer le diffuseur au plus près et de limiter ainsi l'effet du rayonnement électromagnétique extérieur.

6.3. Mesures de charges d'espace et évaluation du banc

Afin de tester l'installation mise au point, nous avons procédé à deux types de mesures de charges d'espace : sous champ électrique appliqué à température ambiante et en court-circuit après conditionnement sous fortes contraintes électrique et thermique. Nous présentons ci-après quelques résultats significatifs.

6.3.1. Évaluation du banc à l'aide de mesures sous champ électrique appliqué

Les mesures de température avec les capteurs disponibles n'ayant pas une dynamique suffisante, les essais sous champ électrique appliqué ont eu pour but principal d'évaluer l'épaisseur équivalente virtuelle x_0 du diffuseur. Le principe utilisé a été d'appliquer, à un montage en double condensateur (voir section II. 2. 4), des tensions continues de valeurs suffisamment faibles pour que l'injection de charges dans les échantillons soit négligeable, de manière à pouvoir considérer les répartitions du champ électrique dans les échantillons comme homogènes, une fois éliminée la contribution des charges résiduelles par des opérations mathématiques que nous allons décrire. En modélisant les signaux obtenus sous des tensions de différentes polarités, nous avons pu alors déterminer ou vérifier plusieurs paramètres de l'échantillon et de la cellule, en particulier la valeur de l'épaisseur équivalente virtuelle x_0.

6.3.1.1. Modélisation analytique

Tel que nous l'avons montré à la section II. 2. 4, le courant d'onde thermique généré par un échantillon contenant de la charge d'espace et monté en double condensateur (Figure II. 6), sous un champ appliqué d'intensité E_0 ne perturbant pas la charge d'espace, peut s'écrire :

$$I_P(t) = I_{res}(t) + I_0(t) \qquad \textit{Eq III.1}$$

où $I_{res}(t)$ représente la contribution des charges résiduelles et $I_0(t)$ celle du champ appliqué :

$$I_{res}(t) = -\alpha \frac{C}{2} \int_{x_0}^{x_0+d} E_r \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} dx \qquad \textit{Eq III.2}$$

$$I_0(t) = -\alpha \frac{C}{2} E_0 \int_{x_0}^{x_0+d} \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} dx \qquad \textit{Eq III.3}$$

les significations des grandeurs intervenant dans les équations présentées ici ont été définies dans le Chapitre II.

Si l'on applique maintenant à l'échantillon excité thermiquement un champ de même intensité E_0 mais de sens opposé, la réponse à l'onde thermique sera :

$$\begin{aligned} I_M(t) &= -\alpha \frac{C}{2} \int_{x_0}^{x_0+d} E_r \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} dx - \alpha \frac{C}{2} (-E_0) \int_{x_0}^{x_0+d} \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} dx \\ &= I_{res}(t) - I_0(t) \end{aligned} \qquad \textit{Eq III.4}$$

La différence des deux courants I_P et I_M vaut alors :

$$I_{cal}(t) = I_P(t) - I_M(t) = -\alpha C E_0 \int_{x_0}^{x_0+d} \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} dx \qquad \textit{Eq III.5}$$

Prenons le cas où la chaleur diffuse dans l'échantillon selon le modèle à une source (échelon thermique appliqué à un semi-plan infini), dont la répartition de la température dans l'épaisseur est donnée selon les équations II. 17 et II. 19. L'expression précédente devient alors :

$$I_{cal}(t) = -\alpha C E_0 \int_{x_0}^{x_0+d} \Delta T_0 \sqrt{\frac{W}{4\pi t^3}}\, x \exp(-\frac{Wx^2}{4t}) dx \qquad \textit{Eq III.6}$$

En intégrant, on obtient :

$$I_{cal}(t) = -\frac{\alpha C E_0 \Delta T_0}{\sqrt{W\pi t}} \left[\exp(-\frac{W x_0^2}{4t}) - \exp(-\frac{W(x_0+d)^2}{4t}) \right] \qquad \textit{Eq III.7}$$

En posant :

$$\tau_1 = \frac{W x_0^2}{4}, L = x_0 + d, \tau_2 = \frac{WL^2}{4}, k_1 = -\frac{\alpha C E_0 \Delta T_0}{\sqrt{W\pi}} \qquad \textit{Eq III.8}$$

l'équation III.7 devient :

$$I_{cal}(t) = \frac{k_1}{\sqrt{t}} \left[\exp(-\frac{\tau_1}{t}) - \exp(-\frac{\tau_2}{t}) \right] \qquad \textit{Eq III.9}$$

Pour t faible et $x_0 << d$, $\tau_1 << \tau_2$, donc :

$$\underset{t \to 0}{I_{cal}(t)} \approx \frac{k_1}{\sqrt{t}} \exp(-\frac{\tau_1}{t}) \qquad \textit{Eq III.10}$$

L'identification des grandeurs k_1 et τ_1 à partir du courant de calibration $I_{cal}(t)$ permet alors de déterminer x_0 et α :

$$x_0 = \frac{2\sqrt{\tau_1}}{W}, \alpha = -\frac{k_1 \sqrt{W\pi}}{C E_0 \Delta T_0} \qquad \textit{Eq III.11}$$

A des temps plus longs, lorsque le terme $\exp(-\tau_2/t)$ prend de l'importance, l'utilisation de l'équation III.9 permet de déterminer τ_2. Comme $\tau_2 / \tau_1 = L^2/x_0^2 = (x_0+d)^2/x_0^2$, selon l'expression III.8, il en ressort :

$$x_0 = \frac{d}{\sqrt{\tau_2 / \tau_1} - 1} \qquad \textit{Eq III.12}$$

ce qui permet de vérifier les valeurs trouvées précédemment. Par ailleurs, pour t faible, lorsque la deuxième exponentielle peut être négligée, le temps t_m correspondant au maximum du courant s'obtient à partir de l'expression III.10 :

$$t = t_m \rightarrow \left. \frac{\partial I_{cal}(t)}{\partial t} \right|_{t=t_m} = 0 \rightarrow \left. \frac{\partial}{\partial t} \left[t^{-1/2} \exp\left(-\frac{\tau_1}{t} \right) \right] \right|_{t=t_m} = 0 \qquad \textit{Eq III.13}$$

ce qui donne, après simplification :

$$t^{-3/2} \left(-\frac{1}{2} + \tau_1 t^{-1} \right) \exp\left(-\frac{\tau_1}{t} \right) = 0 \qquad \textit{Eq III.14}$$

Mise à part la solution évidente $t_m = 0$, on obtient :

$$t_m = 2\tau_1 = \frac{Wx_0{}^2}{2} \qquad \textit{Eq III.15}$$

Le maximum I_{Max} du courant est alors atteint pour $t = t_m = Wx_0{}^2/2$ et vaut :

$$\begin{aligned} I_{Max} &= I_{cal}\left(t = t_m\right) = \frac{k_1}{\sqrt{t_m}}\exp\left(-\frac{\tau_1}{t_m}\right) = \frac{k_1}{\sqrt{t_m}}\exp\left(-\frac{\tau_1}{2\tau_1}\right) \\ &= -\frac{\alpha C E_0 \Delta T_0}{Wx_0}\sqrt{\frac{2}{\pi}}\exp\left(-\frac{1}{2}\right) = -0,484\frac{\alpha C E_0 \Delta T_0}{Wx_0} \end{aligned} \qquad \textit{Eq III.16}$$

ce qui permet une validation supplémentaire.

Lorsque x_0 est comparable à d, la démarche est plus laborieuse car les deux termes de l'équation III. 9 ont des poids comparables et ne peuvent plus être séparés. Dans ce cas, on peut fixer une valeur de x_0 et poser $k_2 = L / x_0$. Il en résulte :

$$I_{cal}(t) = \frac{k_1}{\sqrt{t}}\left[\exp\left(-\frac{\tau_1}{t}\right) - \exp\left(-k_2^2\frac{\tau_1}{t}\right)\right] \qquad \textit{Eq III.17}$$

En faisant varier k_2, on peut alors déterminer τ_1 (ce qui donne W), ainsi que k_1 (qui permet de calculer α).

6.3.1.2. Résultats et estimation de l'efficacité de la cellule de mesure

La Figure III. 52 présente différents courants d'onde thermique obtenus en appliquant des tensions continues de 0 V, ± 200 V, ± 500 V et ± 700 V à des échantillons vierges en PRC de « type 3 ». Ils ont été obtenus à l'aide d'échelons de température de -30 K (+40°C → +10°C).

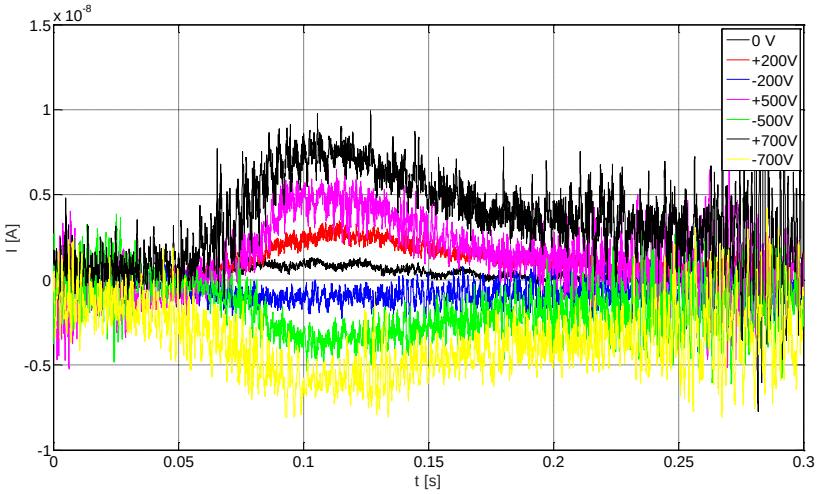


Figure III. 52 Signaux obtenus sous tension continue appliquée (± 700 V, ± 500 V, ± 200 V, 0 V) sur un échantillon de « type 3 » (PRC 100 µm)

On remarque que l'échantillon excité thermiquement contient dès l'origine une certaine quantité de charge d'espace, car le courant d'onde thermique mesuré sans tension appliquée (0 V) n'est pas nul. Ceci témoigne par ailleurs de la sensibilité de la mesure. Si l'on soustrait

ce signal résiduel de 1 nA aux signaux obtenus lorsqu'on applique les différentes valeurs de tension, on constate que les amplitudes des courants d'onde thermique sont bien proportionnelles à la tension appliquée. A titre d'exemple, si l'on retranche 1 nA aux amplitudes de 8 pA et 3 pA des courants obtenus pour + 700 V et +200 V, on obtient un rapport de ces amplitudes de 7/2, identique au rapport des tensions appliquées. D'autre part, on constate que les signes des courants s'inversent avec le changement de polarité, et que les proportionnalités entre les amplitudes sont conservées pour les polarités opposées. On peut donc considérer que les hypothèses concernant, d'une part, la non-perturbation du champ résiduel par le champ appliqué, et d'autre part l'homogénéité du champ externe, sont satisfaites lors de ces mesures, et que la modélisation présentée à la section précédente peut être employée avec ces signaux.

Les calculs effectués avec la méthode présentée dans la section III.6.3.1.1 ont montré que les constantes des temps τ_2 et τ_1 étaient proches, en rendant difficile leur séparation. Nous les avons alors déterminées en faisant varier k_2. En utilisant cette procédure, nous avons pu obtenir τ_1= 0,052 s, k_2 =1,5 et k_1 =4,93*10^{-9} As$^{1/2}$, ce qui nous a permis de calculer W = 5,2*10^{6} S/m^{2}, α = 6,6*10^{-4} K^{-1} et x_0 = 200 µm. Afin de montrer l'adéquation entre expérience et simulation, dans la figure suivante sont présentés le courant de calibration I_{cal} correspondant aux mesures réalisées sous ± 700 V (différence des courants obtenus en polarité positive et négative) et le courant homologue simulé avec les paramètres calculés.

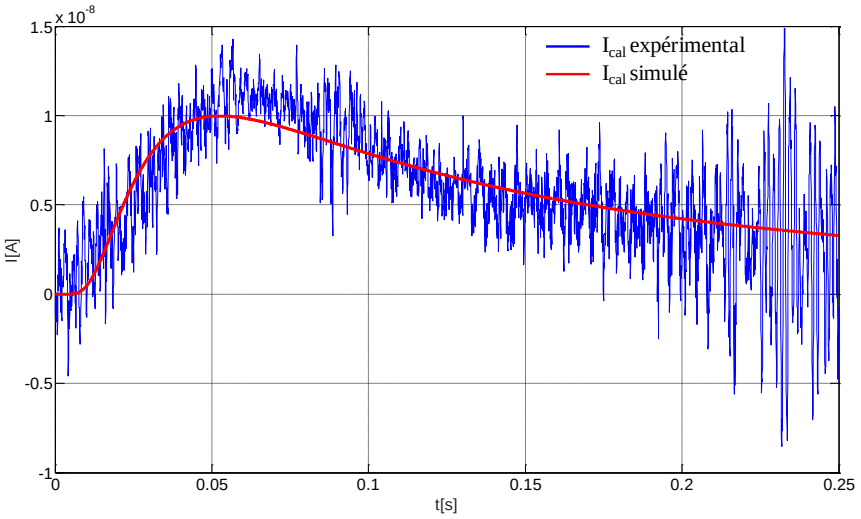


Figure III. 53 Courant de calibration issu des mesures réalisés à ± 700 V sur un échantillon type PRC 3 et courant de calibration simulé avec les paramètres W, α et x_0 déterminés à partir des mesures

La valeur de l'épaisseur équivalente calculée ici rend compte de l'intégralité du transfert thermique entre une source idéale de température et la surface de l'isolant ; elle correspond donc à la valeur de y_0 du Chapitre II. Afin de comparer avec les simulations, il convient alors de diminuer la valeur de x_0 obtenue expérimentalement d'une quantité correspondant à l'effet de la diffusion de la chaleur à travers l'électrode semi-conductrice de 30 µm d'épaisseur. En considérant une diffusivité thermique des couches semi-conductrices identique à celle de l'isolant, la valeur de x_0 dans le sens indiqué au Chapitre II vaut donc x_0 = 170 µm.

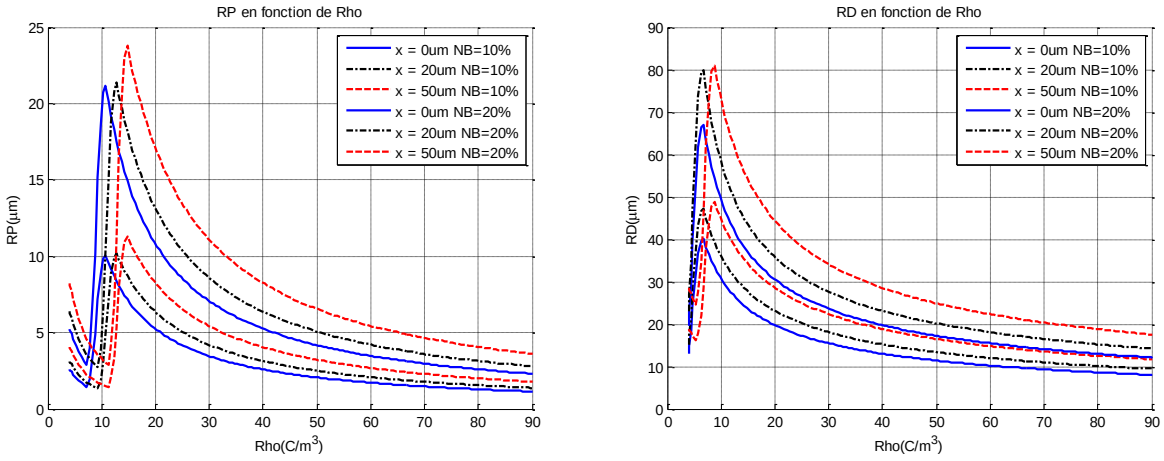


Figure III. 54 Résolutions de positionnement et de discernement estimées dans un échantillon pour x_0=170 µm

Les résolutions de positionnement et de discernement dans ces conditions peuvent être approchées à l'aide de la méthode indiquée aux sections II. 3. 2 et II. 3. 3. Dans la Figure III. 54 sont ainsi présentées des calculs effectués pour le type d'échantillon employé, en considérant une valeur de x_0 = 170 µm. Les courbes montrent qu'on peut estimer, pour des valeurs de charge supérieures à 20 C/m^3 (correspondant à des variations de champs supérieures à 1 kV/mm sur 1 µm), à des résolutions de positionnement de 2 à 5 µm sur les 20 premiers microns dans l'isolant, si le niveau de bruit est inférieur à 10 % (cas des signaux mesurés les plus forts). Pour la résolution de discernement, les valeurs atteignables dans les mêmes conditions sont plus élevées, de l'ordre de 10 à 20 µm. Les variations de résolution que l'on observe pour les densités de charge les plus faibles correspondent à l'hypothèse qu'un changement d'échelle de l'instrument influe de manière significative sur la précision lorsque des gains élevés sont utilisés, les meilleurs résultats étant obtenus pour des amplitudes du signal proches du maximum de l'échelle.

La comparaison de ces valeurs avec celles de l'étude bibliographique du Chapitre I fait ressortir, par rapport aux résolutions des techniques existantes sur des éprouvettes du même type (10 µm et plus), une amélioration d'un facteur 2 à 5 de la résolution de positionnement sur la première partie de l'échantillon. Cet apport permettra d'analyser finement les régions près de l'interface semi-conducteur/isolant dans des échantillons pour lesquelles l'homogénéité de cette interface est de l'ordre de 2 à 3 µm, tel qu'il est souvent le cas dans les câbles haute tension. Les résultats en discernement paraissent en revanche moins avancés, car ils ne permettent pas de discerner avec précision en-dessous de 10 µm, même au voisinage des électrodes. Ils sont cependant proches de l'état de l'art sur ce type d'échantillons. Tout ceci montre que le banc développé permet de situer plus précisément les charges à l'interface semi-conducteur/isolant des structures pour câbles HTCC et d'étudier plus en détail les phénomènes afférents, par rapport aux techniques actuelles. Malgré ces résultats très encourageants, leur comparaison aux prédictions des simulations laisse apparaître une marge d'évolution importante, qui pourrait être obtenue par des améliorations de l'installation à plusieurs niveaux, que nous proposerons et discuterons en détail à la section III. 6.3.3.

6.3.2. Mesures de charges d'espace après application de fortes contraintes

Afin de tester le banc sur des éprouvettes soumises à des champs électriques continus et à des températures proches de ce que l'on souhaite dans des études sur des matériaux pour la HTTC, nous avons caractérisé des échantillons PRC de « type 2 » conditionnés pendant 16 heures à 60°C, sous un champ continu de 30 kV/mm. Les premières mesures ont été faites quelques minutes après l'arrêt des contraintes, les éprouvettes ayant été refroidies sous champ appliqué. Une deuxième campagne de mesures a eu lieu 14 jours plus tard sur les mêmes échantillons afin d'observer la décroissance du champ résiduel. Les mesures suivantes présentent des réponses à l'onde thermique obtenues sur un échantillon ayant subi ces contraintes. Elles ont été obtenues avec un montage en simple condensateur (échantillon en court-circuit), en appliquant un échelon thermique de -30°C (+40°C → +10°C).

On constate (Figure III. 55) que les courants mesurés à l'onde thermique ont des amplitudes de plusieurs nanoampères, en confirmant la capacité de l'installation à fournir des réponses de cet ordre de grandeur sur des échantillons chargés. La dynamique du signal mesuré juste après conditionnement est très différente de celle visible sur les courants de calibration, avec une montée beaucoup plus raide et une descente également plus rapide, suivie d'une inversion du signe du courant, témoignant de valeurs très fortes du champ aux interfaces et d'une inversion du champ à l'intérieur de l'échantillon.

En revanche, le temps de montée du courant d'onde thermique mesuré après 14 jours de repos de l'échantillon est beaucoup plus faible, proche de ceux observés lors de la campagne de calibration. Néanmoins, la descente du courant est beaucoup plus rapide que celles des courants de calibration, et l'on observe une annulation du courant après 0,2 s, alors que le courant de calibration n'est toujours pas nul 0,25 s après application du stimulus. Cette dynamique et l'amplitude plus faible du signal que lors de la première mesure laissent entrevoir, dans ce deuxième cas, une répartition où le champ s'inverse (ce qui est attendu car sa circulation doit être nulle pour un échantillon en court-circuit), mais où ses valeurs sont plus faibles (proches de ce qu'on peut rencontrer dans un échantillon vierge, si l'on compare au courant mesuré sous 0 V dans la Figure III. 52).

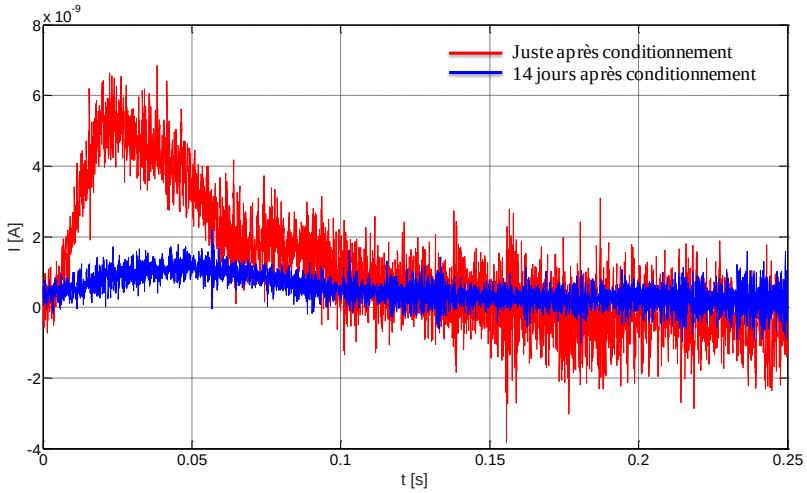


Figure III. 55 Courants d'onde thermique mesurés après conditionnement thermo-électrique d'un échantillon PRC de « type 3 » (30 kV/mm, 60°C, 16 h)

En utilisant les données obtenues par calibration et l'algorithme de déconvolution décrit dans [NOT 09, MAR 10], nous avons déterminé, à partir des courants mesurés, les répartitions de champ électrique résiduel et de charges d'espace présentées dans les Figure III. 56 et Figure III. 57. Sur ces figures, l'anode (correspondant à l'électrode en contact avec le potentiel le plus élevé lors du conditionnement, et qui a également été soumis à l'onde thermique pendant la mesure) se situe à gauche (abscisse x = 0), alors que la cathode (électrode en contact avec la masse pendant le conditionnement et avec l'amplificateur de courant pendant la mesure) correspond à l'abscisse x = 100 µm.

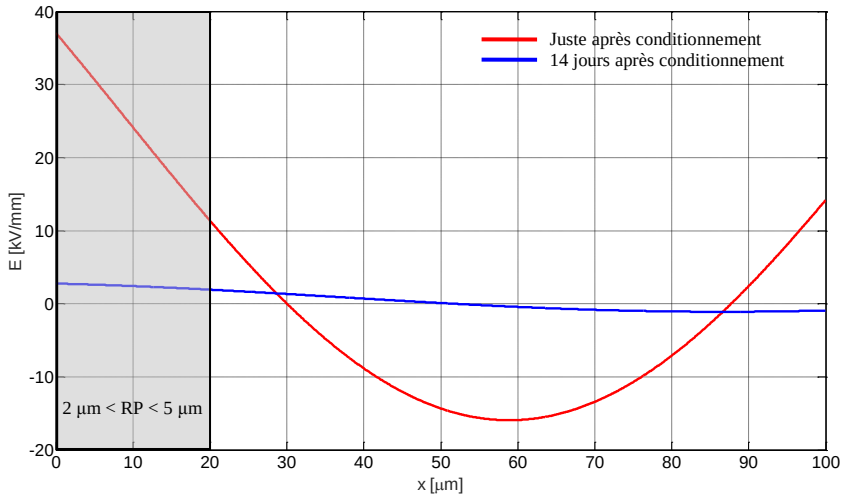


Figure III. 56 Répartitions des champs électriques résiduels après conditionnement thermo-électrique (30 kV/mm, 60°C, 16 h)

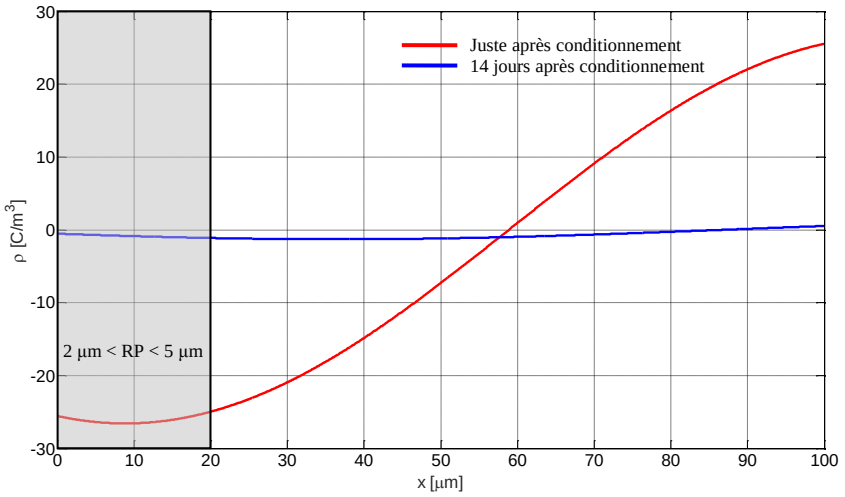


Figure III. 57 Répartitions des densités de charges d'espace après conditionnement thermo-électrique (30 kV/mm, 60°C, 16 h)

Juste après conditionnement, on constate la présence, à proximité de l'interface isolant/semi-conducteur, d'un champ électrique élevé, du même ordre de grandeur que le champ appliqué. Ce champ diminue par la suite au fur et à mesure que l'on s'éloigne de l'anode, tout en gardant des valeurs relativement fortes, de 10 à 15 kV/mm dans le volume de l'échantillon et près de la cathode. Il est possible que la valeur du champ près de la cathode soit encore plus

élevée, car cette zone correspond aux régions où la résolution de la technique est la plus faible (de l'ordre de 10 µm ou plus, comme nous avons pu le voir), ce qui induit un effet de moyenne sur le dernier tiers de l'échantillon. La répartition de la charge fait ressortir la présence d'hétérocharges, issues probablement d'une injection importante dans le matériau, suivie d'un piégeage au niveau des électrodes opposées, surement combinée à une migration de charges intrinsèques vers les électrodes de signes opposés. Tout cela indique, sous tension appliquée, l'établissement au niveau des interfaces d'un champ électrique dont l'intensité peut approcher 70 kV/mm, au lieu des 30 kV/mm en l'absence de zones de charges d'espace.

Les répartitions calculées après 14 jours hors tension montrent, quant à elles, des niveaux bien plus faibles : les valeurs de champ ne dépassent pas 3 kV/mm et les densités de charge ont été divisées par 15. Les charges d'espace présentes dans l'échantillon au moment de l'arrêt du conditionnement se sont donc, en grande partie, recombinées. Compte tenu de cette durée de recombinaison de l'ordre de la semaine, on peut conclure à des charges piégées dans des pièges assez profonds, de l'ordre de 1 eV (profondeur $E_T = kT \ln(\tau/\tau_0)$, avec k constante de Boltzmann = $1{,}38*10^{-23}$ J/K, T = 293 K, τ = 1 semaine et $\tau_0 = h/kT = 10^{-13}$ s). Ceci est tout à fait cohérent avec l'amplitude de la contrainte appliquée, susceptible de remplir des pièges supérieurs à 1 eV [NOT 01-2], et met en exergue l'importance de la mesure précise et de la maîtrise de l'accumulation des charges d'espace aux interfaces.

6.3.3. Analyse critique des performances du banc et pistes d'évolution

Bien que les résultats présentés ci-avant permettent de mettre en évidence les avancées apportées par le principe utilisé dans le banc développé, celui-ci dispose d'une marge de perfectionnement non négligeable, qui devrait lui permettre d'approcher davantage des résolutions micrométriques, tel que le prédisent les simulations. Nous allons donc analyser ses faiblesses et essayer de dégager des pistes pour l'améliorer.

6.3.3.1. Bruit de mesure

Un des aspects les plus importants à traiter est le bruit que l'on observe lors de la mesure. Bien que son amplitude ne dépasse généralement pas 20 % de l'amplitude des signaux mesurés, il s'agit d'un paramètre important car directement lié à la résolution. Mise à part les bruits environnants et ceux liés au contact électrique entre les électrodes et le circuit de mesure, que nous avons pu déceler et réduire grâce aux solutions décrites plus en amont dans ce chapitre, nous avons également constaté que le bruit augmentait au fur et à mesure des campagnes de caractérisation. Ce dernier est progressivement devenu audible en même temps qu'il apparaissait sur le signal de mesure. Plusieurs séries d'essais ont démontré que ce bruit provient des vibrations provoquées par le frottement du piston du vérin hydraulique contre la paroi. On en conclut que l'eau présente dans le vérin ne lubrifie pas suffisamment le piston de ce vérin, ce qui induit les vibrations. L'amplification de ces vibrations avec le temps est sans doute provoquée par l'élimination progressive de la couche lubrifiante de protection inévitablement présente au départ sur les parois du vérin.

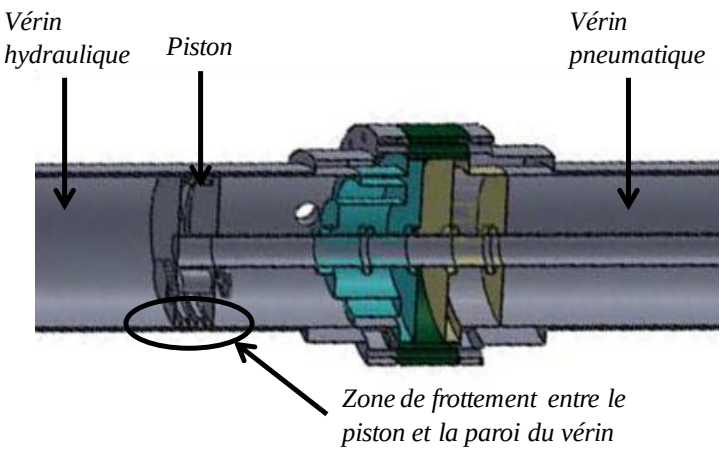


Figure III. 58 Vue en coupe du piston du vérin hydraulique

La solution qui permettra vraisemblablement de réduire le bruit lié aux vibrations passe par la mise en place d'un piston comportant des joints auto-lubrifiants, basé sur des matériaux polymères avec des propriétés adéquates. Le cahier des charges du piston a ainsi été revu en conséquence, la solution technique étant en cours de réalisation sur le banc.

Une aide supplémentaire pourrait être apportée par un filtrage numérique du signal. Nous n'avons cependant pas abordé ce sujet dans notre travail, en privilégiant des solutions physiques pour réduire le bruit par identification des sources potentielles. D'autre part, il est à noter que l'emploi de filtres peut modifier sensiblement la dynamique du signal et diminuer sa bande passante, avec une influence directe sur la résolution. La recherche de solutions dans ce domaine est sans doute une voie à explorer.

6.3.3.2. Transfert thermique dans le diffuseur

Un autre aspect important lié à la précision et à la résolution des mesures porte sur l'efficacité du transfert thermique dans le diffuseur, traduite en pratique par l'épaisseur équivalente virtuelle x_0. Les caractérisations réalisées sur l'installation ont montré une valeur de 170 µm pour ce paramètre. Une amélioration de la résolution permettant de s'approcher le plus possible du micron passe par une réduction de x_0.

Il a été montré par simulation (Figure II. 41 du Chapitre II) qu'une pente de l'ordre de 2000 K/s permet d'obtenir une valeur de x_0 de 20 µm. Or, les mesures de température réalisées à l'aide de thermocouples proches de la surface de l'échantillon (Figure III. 39) montrent une variation de température de l'ordre de 100 K/s. Il est à rappeler que, tel que nous l'avons indiqué dans le Chapitre II, les simulations numériques ont été réalisées avec un modèle simplifié en deux dimensions, en raison des moyens que nous avons eu à notre disposition pendant ce travail. Ces simulations n'ont ainsi pas permis de tenir compte de la circulation du liquide caloporteur dans le support des clapets (Figure III. 13.b).

Tel qu'on peut le voir dans la Figure III. 13.b et dans le détail que montre la Figure III. 59, une chambre aménagée entre les clapets et le diffuseur permet la circulation du liquide chaud. Malgré le volume relativement faible de cet espace, un mélange entre le liquide chaud et le liquide froid peut se produire au début du cycle de mesure, lorsque le liquide froid traverse cet

espace dans son chemin vers le diffuseur. Ce mélange des deux liquides à des températures différentes est sans doute l'une des causes de la valeur assez forte de x_0. Afin de le limiter, on peut canaliser l'injection du liquide froid au plus près de l'entrée du diffuseur.

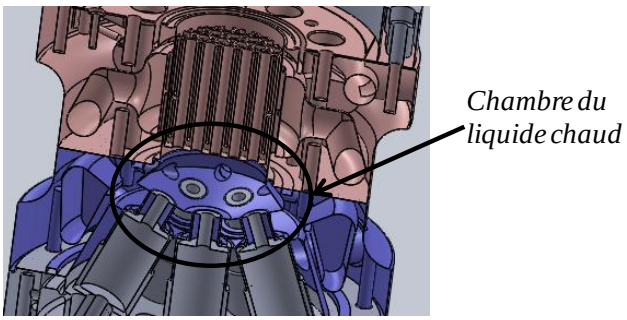


Figure III. 59 Détail de l'interface entre le support des clapets et le diffuseur thermique

D'autre part, les mesures de la Figure III. 33 montrent un temps d'établissement de la pression dans le diffuseur d'environ 2 secondes pour atteindre la valeur de 4,7 bars. Il est établi que, dans un système à piston, la pression ne varie plus lorsque la vitesse du piston est constante. En se basant sur les dimensions du vérin et les mesures de pression de la Figure III. 33.a montrant une durée de vidange du vérin Δt = 5,5 secondes, on peut déterminer le débit de liquide et la vitesse de ce dernier à l'entrée du diffuseur.

Ainsi, le diamètre du vérin hydraulique vaut Φ_v = 100 mm et son hauteur h_v = 533 mm (Figure III. 14). Le volume du vérin vaut alors $V = \pi\ \Phi_v^2 / 4 = 4{,}186 * 10^{-3}\ m^3 = 4{,}186$ litres. En injectant dans le vérin pneumatique de l'air à une pression de 6 bars, les 4,186 litres de liquide s'évacuent en Δt = 5,5 secondes ; le débit de liquide est alors :

$$q = V / \Delta t = 0{,}76 * 10^{-3} m^3 / s \qquad \textit{Eq III.18}$$

Le diffuseur thermique comportant 31 orifices de diamètre Φ_u = 4 mm, la surface totale des orifices que traverse le liquide vaut $S = 31 * \pi\ \Phi_u^2 / 4 = 3{,}893 * 10^{-4}\ m^2$, soit une vitesse du liquide au niveau des orifices :

$$u = q / S = 1{,}95\ m / s \qquad \textit{Eq III.19}$$

Cette valeur de la vitesse du liquide à l'entrée du diffuseur est très proche de celle que nous avons fixée en simulation (2 m/s). Cependant, compte tenu des relevés de pression cités ci-avant, elle n'est atteinte qu'au bout de 2 secondes.

A partir des relevés de pression de la Figure III. 33.a, ainsi que du délai entre la mise en mouvement du piston et le début du signal d'onde thermique (Δt_3 = 0,183 secondes, Figure III. 49 et Tableau III. 2), on peut estimer la vitesse du liquide au niveau de l'échangeur au moment du début du signal d'onde thermique. Ainsi, soit p_2 = 1,5 bar la valeur de la pression au moment du début du signal d'onde thermique et p_1 = 4,7 bar la pression en régime établi. Selon la loi de Bernoulli : $(p_1-p_0)/(p_2-p_0) = (u_1/u_2)^2$, avec p_0 =1 bar pression atmosphérique. Puisque $u_1 = u$ = 1,95 m/s, il en résulte :

$$u_2 = u_1 \sqrt{\frac{p_2 - p_0}{p_1 - p_0}} = 0{,}72\ m / s \qquad \textit{Eq III.20}$$

On constate alors que la vitesse du liquide au niveau de la surface de l'échantillon est, en raison du temps d'établissement de la pression dans le vérin, diminuée d'un facteur 2,8 par rapport à la vitesse souhaitée. Ce phénomène contribue sans aucun doute à augmenter la valeur de x_0.

Afin d'améliorer le transfert thermique en augmentant la vitesse du liquide au niveau de l'échantillon, deux solutions peuvent être envisagées. La première consiste à sur dimensionner le réseau pneumatique, ce qui permet d'augmenter la dynamique de la pression au niveau du vérin. Cette solution présente cependant l'inconvénient d'une hausse brusque de la pression au niveau de l'échantillon, en augmentant ainsi les contraintes mécaniques subies par ce dernier et en induisant des artefacts de mesure supplémentaires, liés à la propagation d'ondes de pression à travers l'éprouvette.

La seconde solution consiste à retarder l'arrivée du liquide froid (et donc l'excitation thermique de l'échantillon et le démarrage du signal de mesure) tant que la pression dans le diffuseur n'est pas suffisante. Pour cela, il est nécessaire d'allonger le chemin parcouru par le liquide froid avant d'atteindre le diffuseur, ce qui pourrait être obtenu par la mise en place d'une pièce intermédiaire entre le support de clapets et le diffuseur. Cette solution est à l'étude afin d'améliorer le système.

Toutes ces évolutions portant sur l'aménagement thermo-fluidique du système pourraient par ailleurs être étudiées en détail à l'aide de simulations, à condition de pouvoir disposer d'une puissance de calcul suffisante.

Une dernière voie prometteuse, que nous n'avons pu explorer que partiellement lors de notre travail, est celle de la mesure directe de la température au niveau de la surface de l'échantillon. En effet, bien que la modélisation du transfert thermique du liquide caloporteur vers l'isolant par une épaisseur équivalente virtuelle semble donner en grande partie satisfaction, des différences peuvent apparaître entre des courants de calibration expérimentaux et simulés comme ceux de la Figure III. 53, pouvant être reliés à des limites de ce modèle. Une mesure directe de la température au niveau de la surface de l'échantillon, à l'image de ce qui est proposé dans [FIL 15], peut contribuer à une meilleure modélisation du stimulus thermique et à l'amélioration de la résolution des mesures, en utilisant un modèle de déconvolution généralisé existant (ex. par inversion de la matrice de température) ou à mettre au point. Pour ce faire, il est nécessaire que la température soit acquise avec une dynamique identique à celle du courant d'onde thermique, ce qui implique des capteurs beaucoup plus rapides que les thermocouples existants sur le marché, même à l'état de l'art, tels que ceux que nous avons utilisé pour la caractérisation du banc (section III. 5).

Nous nous sommes alors intéressés à la réalisation d'un capteur thermique avec des performances dynamiques supérieures aux capteurs disponibles commercialement et qui permette, en même temps, des mesures de température sur une surface plus grande, plus proche de celle d'un échantillon. Nous avons ainsi fabriqué en salle blanche le bolomètre présenté dans la figure suivante. Il s'agit d'un composant constitué d'un wafer en silicium sur lequel une couche de platine d'épaisseur micrométrique a été déposée, de manière à constituer une résistance de quelques centaines d'ohms. La très faible inertie thermique de la couche

(liée à sa masse réduite) devrait se traduire par des temps de réponse très faibles (proches de la µs), tout en permettant une mesure de température sur une surface plus large. Le diamètre du wafer est identique à celui d'un échantillon, qu'il est censé remplacer dans le diffuseur.

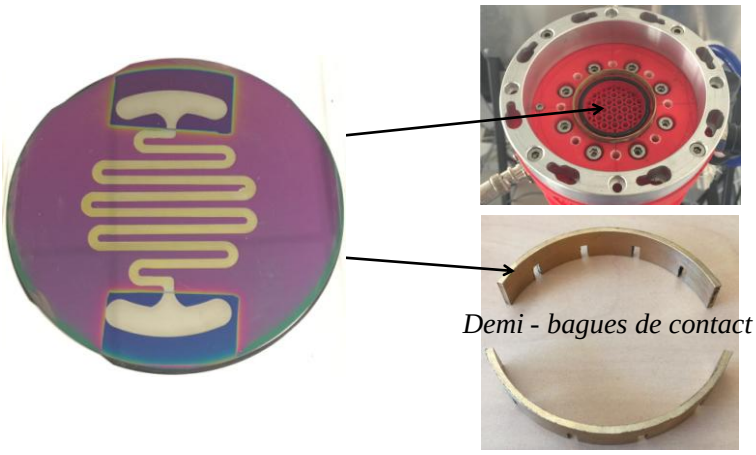


Figure III. 60 Prototype de bolomètre réalisé en platine isolé par une couche de Si_3N_4 et schéma prévu pour son montage dans le diffuseur thermique

L'idée est d'injecter dans le « serpentin » en platine un courant connu et de mesurer la variation de tension qui apparaît à ses bornes suite à la variation de sa résistance lorsque la température varie. Comme le liquide caloporteur est légèrement conducteur, il est nécessaire d'isoler électriquement le capteur du liquide par une couche suffisamment fine et conductrice thermiquement pour ne pas trop affecter le temps de réponse du capteur. Pour remplir cette fonction, nous avons déposé sur la surface du capteur une couche de Si_3N_4 de 100 nm d'épaisseur. Les extrémités du « serpentin » en platine ont été laissées découvertes pour permettre la connexion des circuits de mesure à travers deux demi-bagues à insérer dans le diffuseur thermique.

Le principe de fonctionnement du conditionneur que nous avons réalisé pour le bolomètre est similaire à ceux des sondes Pt 1000. Le capteur est placé dans un pont de Wheatstone, la tension de déséquilibre du pont étant amplifiée par un amplificateur d'instrumentation afin d'obtenir une tension détectable au niveau de la carte d'acquisition.

Au moment de la rédaction du présent mémoire, ce capteur se trouvait en phase de test. Si les tests se révèlent concluants, la réalisation d'une version plus performante, où le Si_3N_4 serait remplacé par du diamant (à inertie thermique encore plus faible) pourra être étudiée. A terme, la réalisation de ce type de capteur directement sur un film en PRC identique à nos échantillons pourra être envisagée.

7. Conclusions

Dans ce chapitre, nous avons présenté les principaux résultats expérimentaux que nous avons obtenus lors de notre travail.

Dans un premier temps, nous avons décrit la mise en œuvre des échantillons employés dans l'étude. En utilisant la technique du moulage par compression, nous avons ainsi fabriqué plusieurs types d'éprouvettes d'épaisseurs isolantes comprises entre 70 µm et 1 mm, pourvues

d'électrodes en compound semi-conducteur de 30 µm d'épaisseur ou en or déposé par pulvérisation cathodique.

Après avoir présenté les résultats de tests réalisés avec un diffuseur thermique simplifié, qui nous ont permis de valider le principe de mesure à contact direct proposé, nous avons défini une nouvelle structure d'installation de mesure de charges d'espace, basée sur le concept de diffuseur thermique conçu à l'aide de simulations multi-physique. Les raisons ayant motivé la mise en place du banc, son mode de fonctionnement, la modélisation, le choix et le dimensionnement des divers composants, instruments et systèmes intégrés ont été décrits et justifiés. Plusieurs types de capteurs de pression et de température ont été mis en place afin de permettre le contrôle et l'optimisation de l'installation ainsi que la reproductibilité des mesures. Les différentes analyses des informations fournies par les capteurs, ayant permis d'optimiser le fonctionnement du banc, ont été présentées.

Des mesures de calibration, réalisées en appliquant des faibles champs électriques à des échantillons de PRC de 100 µm d'épaisseur pourvus d'électrodes semi-conductrices d'épaisseur 30 µm, ont permis d'évaluer le banc en termes de sensibilité et de résolution. Le traitement des signaux à l'aide d'un modèle analytique décrit dans le mémoire a permis de déterminer les valeurs des paramètres caractéristiques du transfert thermique dans le diffuseur et d'estimer les résolutions de positionnement et de discernement que ce système est susceptible de fournir sur de tels échantillons.

Les mesures d'étalonnage ont pu mettre en évidence les améliorations apportées par l'installation mise au point par rapport aux outils existants, à savoir une hausse de la résolution de positionnement près des interfaces d'un facteur 2 à 5 (2 à 5 µm contre 10 µm auparavant pour la gamme de matériaux et d'épaisseurs visées), tout en gardant une résolution de discernement proche de l'état de l'art (autour de 10 µm dans les mêmes régions de l'isolant).

Des mesures de charges d'espace réalisées après conditionnement d'échantillons de 100 µm sous fort champ électrique (30 kV/mm) et température (60°C) ont montré des valeurs des courants d'onde thermique de plusieurs nanoampères, avec des dynamiques rapides, témoignant des fortes valeurs de champ électrique près de l'interface (30 à 40 kV/mm), tel que l'ont montré les distributions obtenues après traitement des signaux.

Compte tenu des possibilités montrées par le principe mis en œuvre, il est maintenant intéressant d'améliorer davantage le dispositif. En effet, une réduction du bruit de mesure, susceptible d'être obtenue en réduisant les vibrations à l'aide d'un piston auto-lubrifiant, couplée à une hausse de l'efficacité du transfert thermique induite par un nouveau design de l'interface vérin/diffuseur thermique, pourraient permettre d'atteindre des résolutions encore meilleures, aussi bien en termes de positionnement que de discernement.

Conclusion générale et perspectives

Les charges électriques qui s'accumulent dans des espaces isolants soumis à de fortes contraintes, telles qu'on peut en rencontrer en haute tension courant continu (HTCC), affectent la tenue diélectrique des isolations, en provoquant des distorsions du champ électrique à travers les matériaux. La mise en œuvre de nouveaux matériaux et l'optimisation des structures isolantes pour câbles HTCC nécessitent ainsi de mesurer ces charges d'espace avec la plus grande précision. La collaboration entre le Groupe « Energie et Matériaux » de l'Institut d'Électronique et des Systèmes et la société Nexans vise à développer l'une de ces techniques de mesure non destructives, la méthode de l'onde thermique (MOT), afin qu'elle contribue à une meilleure compréhension de l'établissement et de l'évolution des zones de charges d'espace dans les matériaux et aux interfaces, qui sont souvent les points faibles des isolations des câbles HTCC.

Le but de ce travail était d'étudier la faisabilité et la mise en œuvre expérimentale d'une installation, basée sur le principe de la MOT, permettant de mesurer les charges d'espace dans des échantillons isolants comportant des couches semi-conductrices, avec une résolution la plus proche possible du degré d'homogénéité des interfaces (de l'ordre du micromètre).

Le premier chapitre de ce mémoire a décrit les enjeux liés au développement des réseaux HTCC, la problématique des matériaux isolants pour câbles HTCC et celle des diélectriques soumis à des champs forts. Il a également montré que les performances des nombreuses techniques de mesure de charges d'espace existantes ne suffisent pas pour atteindre les résolutions visées sur des structures de type polyéthylène/compound semi-conducteur, dans lesquelles les épaisseurs des électrodes semi-conductrices sont supérieures à 30 µm pour des raisons technologiques. Les méthodes thermiques ayant de meilleures sensibilités et résolutions spatiales au niveau des interfaces, la MOT a été choisie pour le développement à réaliser, compte tenu de son adaptabilité et de sa compatibilité avec les structures à étudier.

Le deuxième chapitre a d'abord présenté divers aspects et grandeurs liés au principe et à la mise en œuvre de la MOT, ainsi qu'à la définition et à l'estimation des résolutions spatiales. Des simulations analytiques et numériques ont par la suite été menées pour étudier les apports d'une mise en œuvre de la MOT sur des structures isolantes de polyéthylène réticulé chimiquement (PRC) de 100 µm d'épaisseur avec des électrodes semi-conductrices de 30 µm. Ces simulations ont été faites en essayant de prendre en compte l'ensemble de la chaîne de génération du stimulus et de mesure susceptible d'être mise en place, afin d'estimer au plus juste les résultats pouvant être obtenus en pratique. Elles ont montré que l'application, à ce type d'échantillon, d'échelons de température d'amplitude n'affectant pas les états électrique et de surface des matériaux, se traduit, pour des variations de champ résiduel de l'ordre du kV/mm par micron, par des signaux de mesure de plusieurs nanoampères. Il en est également ressorti que la génération de ces signaux, nécessaires à la réalisation de mesures avec une dynamique suffisante et à des résolutions s'approchant du micromètre, requiert des échanges thermiques hautement efficaces entre la source de chaleur (liquide caloporteur) et l'isolant à analyser.

Il a donc été procédé à une étude par simulation multi-physique ayant pour but d'analyser le transfert de chaleur par contact direct entre un liquide caloporteur et un échantillon-type. Cette étude numérique bidimensionnelle a permis de mettre en évidence et de comprendre les effets des différents phénomènes physiques limitant l'efficacité des échanges thermiques entre le liquide caloporteur et l'échantillon. Une fois ces effets identifiés et quantifiés, il a été possible de définir et d'optimiser une structure innovante de diffuseur thermique et dans laquelle l'échange de chaleur entre le fluide et l'échantillon s'opère par contact direct, devant assurer une efficacité nettement supérieure aux structures existantes, qui incorporent des échangeurs métalliques.

Suite aux conclusions issues des travaux de simulation, une installation de mesure par l'onde thermique a été développée. Le développement expérimental, ainsi que la caractérisation et l'évaluation de l'installation, ont fait l'objet du troisième chapitre de la thèse.

Dans ce chapitre, il a ainsi été proposé un outil de mesure employant le concept de diffuseur thermique établi à l'aide des simulations. La complexité du diffuseur a été considérablement augmentée afin de prendre en compte des aspects liés aux mélanges de liquides de différentes températures, à des effets de pression et à des contraintes liées à la présence de l'objet à mesurer. L'installation comporte un système hydraulique et un système pneumatique, gérés de façon intégrée. Ils sont associés à travers un double vérin, dont l'une des chambres contient le liquide caloporteur pour le stimulus thermique, l'autre chambre étant destinée à recevoir de l'air sous pression afin de déplacer rapidement le piston séparant les deux compartiments, en poussant ainsi le liquide dans le diffuseur. Cette topologie permet d'accélérer l'injection du fluide, ce qui favorise la dynamique du transfert thermique, en augmentant ainsi l'amplitude des signaux et la précision de la mesure. D'autre part, cette structure hydropneumatique permet l'absence ou la mise à l'arrêt, pendant la mesure, de tout composant comportant des circuits électriques, en limitant le rayonnement électromagnétique pouvant affecter les signaux. La caractérisation du banc a également nécessité la fabrication de plusieurs types d'échantillons, la mise en place de capteurs, ainsi que la conception et la réalisation de conditionneurs adaptés. Suite à l'implantation de capteurs de pression et de température, le fonctionnement du banc a été amélioré, en permettant de bien isoler la réponse à l'onde thermique du reste du signal mesuré lors du cycle de fonctionnement de l'installation.

Grâce à ces développements expérimentaux, des premières mesures de calibration sur des échantillons de PRC de 100 µm d'épaisseur pourvus d'électrodes semi-conductrices de 30 µm ont pu être réalisées. Ces mesures, effectuées en appliquant des faibles champs électriques aux échantillons, ont permis d'évaluer le banc en termes de sensibilité et de résolution. Elles ont mis en évidence des valeurs de la résolution de positionnement près des interfaces entre 2 et 5 µm, et des résolutions de discernement de l'ordre de 10 µm dans les mêmes régions de l'isolant.

Les résultats obtenus sont ainsi très encourageants car, comparées aux résolutions indiquées dans la littérature pour des structures similaires (autour de 10 µm), les valeurs obtenues correspondent à une amélioration d'un facteur 2 à 5 pour la résolution de positionnement, la

résolution de discernement étant proche de l'état de l'art. Compte tenu de ces valeurs et des potentialités montrées par les simulations, il apparaît cependant que l'installation développée possède une marge d'évolution importante, qu'il serait intéressant d'exploiter.

Pour parfaire ce travail et s'approcher davantage des valeurs prédites par les simulations, plusieurs pistes sont envisagées. Ainsi, afin d'améliorer davantage le transfert thermique vers l'échantillon, il conviendrait de revoir le design des pièces qui constituent l'interface entre le vérin et le diffuseur thermique, en partie à l'aide de simulations tridimensionnelles. D'autre part, il est également important de diminuer le niveau du bruit de mesure. L'analyse critique du banc présentée dans le chapitre III ayant montré que l'une des sources de ce bruit provenait des vibrations liées au déplacement du piston dans le vérin, la réduction de ce phénomène peut être réalisée à travers la mise en place d'une solution de lubrification efficace. Il serait par ailleurs intéressant d'ajouter à la série des capteurs déjà présents sur le banc le bolomètre qui a été développé dans le cadre de ce travail, qui pourrait fournir des relevés de température avec une dynamique proche de celle des signaux de mesure, en permettant d'améliorer aussi bien la caractérisation du banc que le traitement numérique des signaux. Ce projet ainsi optimisé devrait permettre, à terme, de disposer d'un outil de mesure adapté à la mesure de charges d'espace au niveau des interfaces semi-conducteur/isolant avec des très hautes résolutions, aussi bien en positionnement qu'en discernement.

Par ce travail, nous avons tenté d'apporter notre contribution à la mise en place d'outils permettant d'améliorer la compréhension des phénomènes se produisant dans les diélectriques soumis à des forts champs continus. Il s'inscrit dans le cadre d'études menées conjointement par des scientifiques et des industriels visant à développer les réseaux HTCC et à réaliser de nouveaux composants à fiabilité accrue.

Références bibliographiques

A

[ABO 97] M. Abou Dakka, S.S. Bamji, A.T. Bulinski, « Space-charge distribution in XLPE by TSM, using the inverse matrix technique », IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 4, No. 3, pp.314-320, (1997).

[ABO 99] M. Abou Dakka, S.S. Bamji, A.T. Bulinski, « Precision of the Inverse Matrix Technique for Space Charge Mesurement with the Thermal Step Method », 1999 Annual Report Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Austin, pp. 166-169, vol.1, pp.166-169, (1999).

[AGN 01] S. Agnel, P. Notingher, A. Toureille, « Space Charge Measurements on Power Cable Length », IEEE International Conference on Solid Dielectrics, pp. 390-392, (2001).

[AGN 96] S. Agnel, « Mesures de charges d'espace dans les oxydes diélectriques par la méthode de l'onde thermique », Thèse de doctorat, Université Montpellier II, (1996).

[AHM 97] N.H. Ahmed, N.N. Srinivas, « Review of Space Charge Mesurements in Dielectrics », IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 4, No. 5, pp. 644- 656, (1997).

[ALQ 81] C. Alquié, G. Dreyfus, J. Lewiner, « Stress Wave Probing of Electric Field Distribution in Dielectrics », Physical Review Letters, 47(20), pp. 1483-1487, (1981).

[ALQ 92] C. Alquie, C. L. Tolra, J. Lewiner and S. B. Lang, « Comparison of polarization distribution measurement by the LIMM and PWP methods », IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. 27, No. 4, pp. 751-757, (1992).

B

[BAU 93] S. Bauer, « Method for the Analysis of Thermal-Pules Data », Physical Review B, Vol. 47, No. 17, pp. 49-55, (1993).

[BAU 03] S. Bauer, S. Bauer-Gogonea, « Current Practice in Space Charge and Polarization Profile Mesurements Using Yhermal Techniques », IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 10, No. 5, pp. 883-902, (2003).

[BAL 12] N. Balcon, D. Payan, M. Belhaj, T. Tondu and V. Inguimbert, « Secondary Electron Emission on Space Materials: Evaluation of the Total Secondary Electron Yield From Surface Potential Measurements », IEEE Transactions on Plasma Science, Vol. 40, No. 2, pp. 282-290, (2012).

[BLA 92] G. Blaise, « Microscopic and Macroscopic Description of the Polarization of Dielectric Materials. The Concept of Polaron applied to the Conduction and Trapping of Charges », Interdisciplinary conference on dielectrics, Supplément de revue: Le vide, les couches minces, No 260, (1992).

[BOY 10] L. Boyer, O. Fruchier, P. Notingher, A. Toureille, B. Rousset, J. L. Sanchez, « Analysis of Data Obtained Using the Thermal-Step Method on a MOS Structure—An Electrostatic Approach », IEEE Transactions on Industry Applications, Vol. 46, No. 3, pp. 1144-1150, (2010).

[BUC 64] C. Bucci, R. Fieschi, « Ionic Thermoconductivity Method for the Investigation of Polarization in Insulators », Physical Review Letters, 12(1), pp. 16-19, (1964).

C

[CAM 01] http://www.caminteresse.fr/environnement/tempete-pourquoi-nenterre-t-on-pas-les-lignes-electriques-en-france-1139059/

[CAS 09] J. Castellon, P. Notingher, S. Agnel, A. Toureille, J-F. Brame, P. Mirebeau, J. Matallane, « Electric Field and Space Charge Measurements in Thick Power Cable Insulation », IEEE Electrical Insulation Magazine, vol. 25, No. 3, pp. 30-42, (2009).

[CAS 97] J. Castellon, « Application des mesures de charges d'espace à la caractérisation de composants et matériaux composites industriels isolants », Thèse de doctorat, Université Montpellier II, (1997).

[CAS 69] G. Caserta, B. Rispoli, and A. Serra, « Space-Charge-Limited Current and Band Structure in Amorphous Organic Films », Physica Status Solidi, Vol. 35, No. 1, pp. 237-248, (1969).

[CAS 17] J. Castellon, S. Agnel, P. Notingher, « Review of Space Charge Measurements in High Voltage DC Extruded Cables by the Thermal Step Method », Electrical Insulation Magazine, Vol. 33, No. 4, (2017).

[CER 08] A. Cernomorcenco, P. Notingher, « Application of the Thermal Step Method to Space Charge Measurements in Inhomogeneous Solid Insulating Structures: A Theoretical Approach », Applied Physics Letters, 93, 192903, (2008).

[CHE 92] A. Cherifi, M. Abou Dakka, A. Toureille, « The Validation of the Thermal Step Method », IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. 27, No. 6, pp. 1152-1158, (1992).

[CHE 93] A. Cherifi, J. Santana, « Sur les différentes techniques de validation de la méthode de l'onde thermique », Journal de Physique III, EDP Sciences, 3(6) pp. 1057-1064, (1993).

[COE 79] R. Coelho, « Physics of Dielectrics for the Engineer », Elsevier, Amsterdam, (1979).

[COE 83] R. Coelho, « Sur la relaxation d'une charge d'espace », Revue de Physique Appliquée, No 18, pp. 137-146, (1983).

[COE 93] R. Coelho et B. Aladenize, « Les diélectriques : propriétés diélectriques des isolants », Editions Hermès, Paris, (1993).

[COL 77] R. E. Collins, « Measurement of Charge Distribution in Electrets », Review of Scientific Instruments, vol. 48, pp. 83-91, (1977).

[COV 08] B.Cova, M. de Nigris, « Analyse des besoins pour une nouvelle interconnexion entre la France et l'Espagne – Cahier n. 2 - Annexe 1: Description détaillée des technologies alternatives à l'aérien au câble enterré », Rapport CESI Communauté Européenne A8008164, (2008).

[CRE 70] R. A. Cresswell, M. M. Perlmann, « Practical Application of the Thermal Pulsing Technique to the Study of Electrets », Journal of Applied Physics, 51(6), pp. 2973-2986, (1980).

D

[DER 78] A.S. DeReggi, C.M. Guttman, F.I. Mopsik, G.T. Davis, M.G. Broadhurst, « Determation of Charge or Polarization Distribution Across Polymer Electrets by the Thermal Pulse Method and Fourier Analysis », Physical Review Letters, Vol. 40, No. 6, pp. 413-416, (1978).

[DER 82] A. S. DeReggi, F. I. Mopsik, « Numerical Evaluation of the Dielectric Polarisation Distribution fir Thermal Pulse Date », Journal of Applied Physics 53(6), pp. 4333-4339, (1982).

E

[EDF 01] www.edf.fr

[EDF 02] Groupe EdF, « Rapport annuel 1999 », Electricité de France, p. 59, (2000).

[EIS 82] W. Eisenmenger and M. Haardt, « Observation of Charge Compensated Polarization Zones in Poly Vinylidenefluoride (PVDF) Films by Piezoelectric Acoustic Step-Wave Response », Solid State Communications, Vol. 41, pp. 917-920, (1982).

F

[FLE 05] R. Fleming, « Space Charge Profile Measurement Techniques: Recent Advances and Future Directions », IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 12, pp. 967-978, (2005).

[FIL 15] C. Filloy-Corbrion, C. Boué, E. Géron, T. Ditchi, J. Lucas, S. Holé, P. Notingher, S. Agnel, D. Marty-Dessus, L. Berquez, G. Teyssedre, « Surface Temperature Measurement for Space Charge Distribution Measurements with Thermal Methods », IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 22, No. 3, pp. 1506-1511, (2015).

[FOU 86] R. Fournie, « Les isolants en électrotechnique, concept et théorie », Édition Eyrolles, (1986).

[FOW 28] R. H. Fowler and L. Nordheim, « Electron Emission in Intense Electrical Field », Proceedings of the Royal Society, Vol. 119, No. 781, (1928).

[FRA 00] J. L. Franceschi, D. Marty-Dessus, C. Biellmann, L. Berquez, M. Mousseigne, « Profils de charges d'espace dans les isolants polymers minces par une méthode d'excitation thermoque avec laser focalisé », Conference of the French Society of Electrostatics SFE 2000, pp. 22-32, (2000).

[FRA 97] J. L. Franceschi, V. Haas, « Laser Thermo-Acoustic Modulation Method for Space Charge Measurements », Applied Physics Letters, 70(17), pp. 2236-2237, (1997).

[FRU 06] O. Fruchier, « Étude du comportement de la charge d'espace dans les structures MOS : Vers une analyse du champ électrique interne par la méthode de l'onde thermique », Thèse de doctorat, Université Montpellier II, (2006).

G

[GAL 14] L. Galloy, L. Berquez, F. Baudoin, D. Payan, « Modélisation, optimisation et réalisation d'une cellule PEA HR (High Resolution) », Conference of the French Society of Electrostatics SFE 2014, (2014)

H

[HAN 03] T. L. Hanley, R. P. Burford, R.J. Fleming, and K.W. Barber, « A General Review of Polymeric Insulation for use in HVDC Cables », Electrical Insulation Magazine, vol. 19, no. 1, pp. 13–24, (2003).

[HIL 71] R. M. Hill, « Poole-Frenkel Conduction in Amorphous Solids », Philosophical Magazine, Vol. 23, pp. 59-86, (1971).

[HOL 03] S. Holé, « Non-Destructive Methods for Space Charge Distribution Measurements: What are the Differences? », IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 10, No. 4, pp. 670-677, (2003).

[HOL 08] S. Holé, « Resolution of Direct Space Charge Distribution Measurement Methods », IEEE Transaction on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 15, No. 3, pp. 861-871, (2008).

L

[LAM 67] D. R. Lamb, « Electrical conduction mechanisms in thin insulating films », Methuen's Monographs on Physical Subjects, (1967).

[LAM 70] M. A. Lampert and P. Mark, « Current injection in solids », Academic press, (1970).

[LAN 86] S. B. Lang, D. K. Das Gupta, « Laser Intensity Modulation Method : a Technique for Determination of Spatial Disribution of Polarisation and Space Charge in Polymer Electrets », Journal of Applied Physics, 59(6), pp. 2151-2160, (1986).

[LAU 99] C. Laurent, « Diélectriques solides et charges d'espace », Techniques de l'ingénieur, Vol. D 2305, pp. 1-13, (1999).

[LEG 95] C. Le Gressus, « Space Charge Characterization : State of the Art and Further Needs », Conference: Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Annual Report, pp. 304-313, (1995).

[LI 91] Y. Li, M. Yasuda, T. Takada « Influence of Crosslinking Agent Residual on Spatial Charge Distribution in XLPE », Proc. 3rd ICPADM, Waseda University, Tokyo, Japan, pp. 1210-1213, (1991).

[LIU 13] R. Liu, « Long-distance DC Electrical Power Transmission », Electrical Insulation Magazine, Vol. 29, No. 5, pp. 37–46, (2013).

M

[MAE 01] T. Maeno, « Three-Dimensional PEA Charge Measurement System », IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 8, pp. 845-848, (2001).

[MAE 03] T. Maeno, « Portable Space Charge Measurement System Using the Pulsed Electrostatic System », IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 10, pp. 331-335, (2003).

[MAR 10] J. Martinez-Vega, « Dielectric Materials for Electrical Engineering », WILEY, (2010).

[MAX 81] J. C. Maxwell, « A Treatise on Electricity and Magnetism », Clarendon, (1881).

[MAZ 13] G. Mazzanti, M. Marzinotto, « Extruded Cables for HVDC Transmission : Advances in Research and Development », Wiley-IEEE Press, (2013).

[MAE 88] T. Maeno, T. Futami, H. Kushibe, T. Takada and C. M. Cooke, « Measurement of Spatial Charge Distribution in Thick Dielectrics Using the Pulsed Electroacoustic Method », IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. 23, No. 3, pp. 433-439, (1988).

[MBO 17] Ph. Mbolonoah, « Développement d'une méthode de mesure de charges d'espace appliquée aux isolateurs de PSEM », Thèse de doctorat, Université de Montpellier, (2017).

[MEL 05] A. Mellinger, R. Singh, R. Gerhard-Multhaupt, « Fast Thermal Pulse Measurements of Space Charge Distributions in Electret Polymers », Review of Scientific Instruments, Vol. 76, No. 1, pp. 1-5, (2005).

[MEL 08] A. Mellinger, R. Flores-Suarez, R. Singh, M. Wegener, W. Wirges, R. Gerhard, S. B. Lang, « Thermal-Pulse Tomography of Space-Charge and Polarization Distributions in Electret Polymerss », International Journal of Thermophysics, Vol. 29, pp. 2046-2054, (2008).

[MOL 00] P. Molinie, P. Llovera, « Surface Potential Measurements : Implementation and Interpretation », Dielectric Materials, Measurements and Applications, pp. 253-258, (2000).

[MOL 01] P. Molinie, « Comparison between Step and Pulsed Electroacoustic Techniques Using both PVDF and LiNbO3 Transducers », Journal of Electrostatics, vol. 51-52, pp. 530–537, (2001).

[MOT 40] N. F. Mott, R. W. Gurney, « Electronic Processes in Ionic Crystals », Oxford University Press, New York, (1940).

[MUR 70] P. N. Murgatroyd, « Theory of Space-Charge-Limited Current Enhanced by Frenkel Effect », Journal of Physucs D : Applied Physics, Vol 3, pp. 151, (1970).

N

[NOT 98] P. Notingher, S. Agnel, A. Toureille, « Recent Advances in Calculating Space Charge Distribution by Processing the Signals Obtained Using the Thermal Step Method », 1998 Annual Report Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, pp. 154-157 vol. 1, (1998).

[NOT 00] P. Notingher, « Etude des charges d'espace et des pertes dans l'isolant des câbles de transport d'énergie électrique en vue de l'accroissement du rendement », Thèse de doctorat, Université Montpellier II, (2000).

[NOT 01] P. Notingher, S. Agnel, A. Toureille, « The Thermal Step Method for Space Charge Measurements under Applied Field », IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 8, No. 6, pp. 985-994, (2001).

[NOT 01-2] P. Notingher, A. Toureille, J. Santana, L. Martunotto, M. Albertini « Study of Space Charge Accumulation in Polyolefins Submitted to AC Stress », IEEE Transactions On Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 8, No. 6, pp. 972-984, (2001).

[NOT 04] P. Notingher, S. Agnel, O. Fruchier, A. Toureille, B. Rousset, J-L. Sanchez, « On the Use of the Thermal Step Method as a Tool for Characterizing Thin Layers and Structures for Micro and Nano-Electronics », Journal of Optoelectronics and Advanced Materials, Vol. 6, No. 3, pp. 1089-1096, (2004).

[NOT 09] P. Notingher, A. Toureille, S. Agnel, J. Castellon, « Determination of Electric Field and Space Charge in the Insulation of Power Cables with the Thermal Step Method and a New Mathematical Processing », IEEE Transactions on Industry Applications, Vol. 45, No. 1, pp. 67-74, (2009).

[NOT 10] P. Notingher, A. Cernomorcenco, C. Stancu, P.V. Notingher, J. Castellon, S. Agnel, A. Toureille, « Determination of Electric Field in Non Homogeneous Dielectric Media with Cylindrical Geometry Using the Thermal Step Method », Conference of the French Society of Electrostatics SFE 2010, (2010).

[NOT 12] P. Notingher, S. Holé, O. Fruchier, B. Salamé, S. Baudon, G. Dagher, L. Boyer, S. Agnel, « Non-destructive Electric Charge Measurements in Microelectronic Components : State of the Art and Future Trends », Conference of the French Society of Electrostatics SFE 2012, (2012).

P

[PET 14] M. Petit, T. Martiré, A. Darkawi, « Analyse du comportement magnétique et thermique d'un transformateur intercellulaire cyclique à 4 phases pour application impulsionnelle », Symposium de Génie Electrique, Cachan, France, < hal-01065358 >, (2014).

[PHA 09] C. D. Pham, « Cartographie de charges d’espace par méthode FLIMM / Complémentarité avec les méthodes PEA et TPT », Thèse de doctorat, Université Toulouse III, (2009).

R

[RAY 96] L. Rayleigh, « On the Theory of Optical Images, with Special Reference to the Microscope », Philosophical Magazine, Vol. 42, pp. 167-195, (1896).

[REB 06] J.M. Reboul, « Simultaneous Space Charge and TSDC Mesurements on Polarized Polymer », IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 13, No. 5, pp. 1016-1022, (2006).

[ROS 53] J. R. Macdonald, « Theory of AC Space-Charge Polarization Effects in Photoconductors, Semiconductors and Electrolytes », Physical Review Letters, Vol. 92, No. 1, pp. 4-17, (1953).

S

[SEG 78] Y. Ségui, « Contribution à l'étude des mécanismes de conduction dans les films minces de polymère : application à la passivation des composants à semi-conducteur », Thèse d'état, Université Paul Sabatier Toulouse, (1978).

[SES 81] G. M. Sessler, J. E. West, G. Gerhard, « Measurement of Charge Distribution in Polymer Electrets by a New Pressure-pulse Method », Polymer Bulletin, Vol. 6, pp. 109-111, (1981).

[SES 82] G. M. Sessler, J. E. West and G. Gerhard, « High Resolution Laser-Pulse Method for Measuring Charge Distributions in Dielectrics », Physical Review Letters, Vol. 48, pp. 563-566, (1982).

[SIM 71] J. G. Simmons, « DC conduction in thin films », London, Mills & Boon (1971).

[STA 08] C. Stancu, « Caractérisations de l'état de vieillissement des isolations polymères par la mesure d'arborescences et de charges d'espace », Thèse de doctorat, Université Montpellier II, (2008).

[SUH 94] K. S. Suh, « Electrical Conduction in Polyethylene with Semiconductive Electrodes, Dielectrics and Electrical Insulation », Vol. 1, No. 2, pp. 224-230, (1994).

T

[TEY 13] G. Teyssedre, P. Notingher, « Performance of Materials Used for HVDC Cables », Conference of Jicable – European Seminar on Materials for HVDC cables and accessories, (2013)

[TOU 74] A. Toureille, « Sur les phénomènes de conduction à champ électrique élevé dans les hauts polymères », Thèse d'état, Université des Sciences et Techniques du Languedoc, (1974).

[TOU 87] A. Toureille, « Sur une méthode de détermination de la densité des charges d'espace dans le PE », JiCâble 87, (1987).

[TOU 90] A. Toureille, A. Sabir, J.P. Reboul, J. Berdala, P. Merle, « Détermination des densités de charges d'espace dans un câble haute tension à forte épaisseur d'isolant par la méthode de l'onde thermique », Revue de Physique Appliquée Vol. 25, pp. 405-408, (1990).

[TOU 91] A. Toureille, J. P. Reboul, P. Merle, « Détermination des densités de charge d'espace dans les isolants solides par la méthode de l'onde thermique », Journel de Physique III, EDP Sciences, pp. 111-132, (1991).

[TOU 94] A. Toureille, « Mesures de charge d'espace par la méthode d'onde thermique : différentes techniques de validation numérique et expérimentale », Journal of Elsevier, Vol. 32, No. 3, pp. 277-286, (1994).

[TOU 09] A. Toureille, « Mesures électriques des matériaux diélectriques solides » Techniques de l'ingénieur, R 1 115 v2, (2009).

V

[VAL 95] B. Vallayer, D. Treheux, « Influence de l'usinage sur les proprieties de charge de monocristaux de MgO et d'Al_2O_3 », Proc0 CSC'2, pp. 578-583, (1995).

[VAN 75] J. Van Turnhout, « Thermally Stimulated Discharge in Polymer Electrets », Journal of Elsevier, Vol. 2, No. 2, pp. 173-191 (1975).

[VAN 79] J. Vanderschueren, J. Gasiot, « Field Induced Thermally Stimulated Current », Topics in Applied Physics 37, pp. 135-217 (1979).

[VEL 00] N. Vella, A. Toureille, N. Guarrotxena, J. L. Millàn, « Thermal Step and TSDC Measurement in PVC », IEEE Transactions On Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 7, No. 3, pp. 329-333, (2000).

W

[WIK 01] https://fr.wikipedia.org/wiki/Projet_Desertec

[WIK 02] https://fr.wikipedia.org/wiki/Projet_Desertec#/media/File:DESERTEC-Map_large.jpg

Résumé

Les charges électriques qui s'accumulent dans des espaces isolants soumis à de fortes contraintes, telles qu'on peut en rencontrer en haute tension courant continu (HTCC), affectent la tenue diélectrique des isolations, en provoquant des distorsions du champ électrique à travers les matériaux. La mise en œuvre de nouveaux matériaux et structures isolantes pour câbles HTCC nécessite de mesurer le plus précisément possible ces charges d'espace dans le volume des diélectriques et aux interfaces isolant/semiconducteur.

Ce mémoire porte sur le développement d'une technique de mesure non destructive, la méthode de l'onde thermique (MOT), afin qu'elle contribue à une meilleure compréhension de l'établissement et de l'évolution des zones de charges d'espace. La MOT est basée sur la mesure d'un signal capacitif apparaissant lorsqu'un faible échelon de température est appliqué à l'échantillon à l'aide d'un fluide caloporteur circulant dans un diffuseur thermique. Le but de ce travail est d'étudier la faisabilité et la mise en œuvre expérimentale d'une installation permettant de quantifier et localiser, avec une résolution la plus proche possible du degré d'homogénéité des interfaces, les charges d'espace dans des échantillons minces isolants comportant des couches semiconductrices (polymère/noir de carbone).

Un concept de diffuseur thermique dans lequel l'échange de chaleur entre le fluide et l'échantillon s'opère par contact direct, en assurant une sensibilité de mesure bien supérieure aux structures existantes, est proposée, évaluée et optimisée par simulation. Un outil de mesure employant le modèle de diffuseur établi, adossé à un système hydropneumatique conçu et étudié pour augmenter l'efficacité du transfert thermique, est développé. A travers des mesures sur des échantillons cibles, il est montré qu'un tel outil permet d'obtenir des résolutions de positionnement de 2 à 5 µm près des électrodes semiconductrices, avec des marges d'évolution sensibles.

Mots-clés : Diélectrique, polymère, charges d'espace, haute tension courant continu, polyéthylène, méthode de l'onde thermique.

Abstract

Electric charge accumulation in dielectric materials submitted to high dc field and temperature, as encountered in High Voltage DC (HVDC) cables, affect the electrical strength of the insulations, by provoking electric field distortions. Setting up new materials and insulating structures for HVDC cables requires to measure as accurately as possible these space charges in the material bulk and at the insulator/semiconductor interfaces.

This work concerns the development of a nondestructive space charge measurement technique, namely the thermal step method (TSM), to contribute to a better understanding of the set up and of the evolution of space charge areas. The TSM is based on the measurement of a capacitive signal appearing when a slight temperature step is applied to the sample with the aid of a cooling liquid circulating in a thermal diffuser. The aim of this thesis is to study the feasibility and the experimental set up of an installation allowing to quantify and to localize, with a resolution as close as possible to the degree of homogeneity of the interfaces, space charges in thin insulating samples coated with semiconducting electrodes (polymer/carbon black).

A concept of thermal diffuser where the heat exchange between the fluid and the sample occurs by direct contact, thus ensuring a measurement sensitivity far above the existing structures, is proposed, assesed and optimized through analytical and numerical simulations. A measurement tool using the established model of diffuser, associated to a hydro-pneumatic system designed and studied to increase the efficiency of the thermal transfer, is developed. Through measurements performed on target samples, it is shown that such a tool allows obtaining positioning resolutions of 2 to 5 µm near electrodes, with significant room for improvement.

Keywords : Dielectric, polymer, space charge, high voltage direct current, polyethylene, thermal step method.