



HAL
open science

Développement d'une méthode de mesure de charges d'espace appliquée aux isolateurs de postes sous enveloppe métallique (PSEM) pour la haute tension à courant continu

Phanuel Séraphine Mbolo Noah

► To cite this version:

Phanuel Séraphine Mbolo Noah. Développement d'une méthode de mesure de charges d'espace appliquée aux isolateurs de postes sous enveloppe métallique (PSEM) pour la haute tension à courant continu. Electronique. Université Montpellier, 2017. Français. NNT : 2017MONT038 . tel-01919821

HAL Id: tel-01919821

<https://theses.hal.science/tel-01919821>

Submitted on 12 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 ELECTRONIQUE

École doctorale INFORMATION STRUCTURES SYSTEMES

Unité de recherche INSTITUT D'ELECTRONIQUE ET DES SYSTEMES

Développement d'une méthode de mesure de charges
d'espace appliquée aux isolateurs de postes
sous enveloppe métallique (PSEM)
pour la haute tension à courant continu

Présentée par Phanuel Séraphine MBOLO NOAH

Le 29 novembre 2017

Sous la direction de Serge AGNEL
et Petru NOTINGHER

Devant le jury composé de

M. Abderrahmane BEROUAL, Professeur, Ecole Centrale de Lyon
M. Laurent BERQUEZ, Professeur, Université de Toulouse
M. Lucien DASCALESCU, Professeur, Université de Poitiers
M. Jean-Charles LAURENTIE, Maître de Conférences, Université de Montpellier
Mme. Laëtitia ZAVATTONI, Ingénieur R&D, SuperGrid Institute
M. Serge AGNEL, Professeur, Université de Montpellier
M. Petru NOTINGHER, Professeur, Université de Montpellier

Président du jury
Rapporteur
Rapporteur
Examineur
Examineur
Directeur de thèse
Co-directeur de thèse



UNIVERSITÉ
DE MONTPELLIER



A la mémoire de ma maman



Remerciements

“Le monde devrait remercier cette étonnante cohorte de gens qui font toujours preuve d’une insolente et illogique gentillesse.”

Hélène Thomas

Pour m’avoir fait confiance pour mener à bien ce projet en m’offrant ainsi la possibilité de réaliser un rêve, je tiens à remercier en premier lieu SuperGrid Institute, et je profite pour exprimer ma reconnaissance envers le groupe GEM (Groupe Energie et Matériaux) de l’institut d’électronique et des systèmes (IES) pour m’avoir accueilli en son sein dans le cadre de cette thèse.

Je ne peux pas continuer cette rédaction sans exprimer ma profonde gratitude envers mes deux directeurs de thèse Serge AGNEL et Petru NOTINGHER, professeurs à l’université de Montpellier, pour leur formidable encadrement tout au long de ces trois années de thèse. Votre disponibilité, vos compétences scientifiques, votre investissement, vos réflexions, vos critiques et les multiples discussions menées avec vous ont permis à toujours améliorer le travail pour le faire tendre vers la perfection et m’ont aidé à développer mon esprit scientifique et critique. Je ne saurais également souligner leurs merveilleuses qualités humaines, leurs nombreux conseils, leurs encouragements et leur patience qui m’ont beaucoup aidé durant certains moments de tristesse, de stress, de manque de confiance et de perte de motivation.

Par la suite, Je voudrais aussi remercier Alain GIRODET et Paul VINSON de m’avoir permis d’intégrer SuperGrid Institute. Un grand MERCI particulier à Laëtitia ZAVATTONI qui a encadré mes travaux côté entreprise. Ça été un pur bonheur de travailler avec toi. Nos nombreux points téléphoniques qui ont rythmé la thèse ne laissait pas le temps pour l’ennui. Merci pour ton encadrement et ta disponibilité tout au long de cette thèse qui a largement contribué au bon déroulement de ce projet et pour ton implication dans la réalisation de mes échantillons qui aurait peut-être pu être un point bloquant pour mon étude. Merci également pour tes encouragements, ton écoute et ta confiance en moi surtout quand je ne l’étais pas envers moi-même (et Dieu seul sait comment c’était récurrent !). Pour tout cela, je tiens à te souhaiter tout le meilleur pour la suite.

Je tiens à remercier Jean-Charles LAURENTIE et Olivier GUILLE du groupe GEM pour leur aide précieuse, leur compétences scientifiques et techniques et leur implication principalement durant la phase de mise en place du dispositif expérimental. Merci également à Damien BACHELLERIE de SuperGrid pour avoir réalisé les échantillons.

J’ai été très honorée que M. Abderrahmane BEROUAL, professeur à l’école centrale de Lyon, qui m’a conseillé cette thèse et qui m’a en premier offert, grâce à un stage au sein du laboratoire Ampère, ma première expérience dans le domaine de la recherche scientifique, ait accepté de présider le jury de ma thèse.

Je remercie également M. Laurent BERQUEZ, professeur à l’université de Toulouse et M. Lucien DASCALESCU, professeur de l’université de Poitiers pour avoir accepté d’être rapporteurs de ce travail, pour avoir pris de leur temps pour lire mon mémoire de thèse et pour leurs différentes remarques et analyses de mes travaux ayant contribué à améliorer ce mémoire.

Je remercie mes collègues du GEM (permanents, doctorants et post-doctorants) pour la bonne ambiance et en particulier mes collègues de bureau Diana et Aurélien pour les fous rires et les discussions improbables qu'on a souvent eues.

Je veux finir ici par les meilleurs, en disant un grand merci à mes amis et à ma famille qui m'ont apporté un soutien incommensurable avant et durant cette thèse. Je remercie mon père, ma mère, mes sœurs Doris, Anie et Chouette, Siméon ainsi que mes petits bébés Séatielle, Urielle, Ezechiël et Phanuel qui malgré la distance ont su m'apporter l'amour et le soutien dont j'avais besoin et sans lesquels je n'y serais peut-être pas arrivée. Merci également à Jeanne, Frédérique, Eloïse, Max, Shéba, Jacqueline, Thérèse, Bernadette, Gustave, Eric, Ananga, Achille et Désiré. Pour finir je remercie mes copines de cœur Armelle, Mireille et Ghislaine pour avoir accepté de relire mon mémoire malgré qu'il faisait plus de 150 pages, pour leur conseil et leur soutien depuis près de 10 ans maintenant.

Pour finir, merci à tous ceux que j'ai oublié de citer par leur nom mais qui ont contribué soit de manière positive ou négative, ou soit de façon ponctuelle à la réalisation de ce travail et à ma formation scientifique et personnelle.

Table des matières

Introduction générale.....	1
CHAPITRE 1 Réseaux électriques et postes sous enveloppe métallique	5
1.1 Réseau de transport d'énergie électrique.....	6
1.2 Les postes sous enveloppe métallique (PSEM).....	7
1.2.1 Enveloppes.....	8
1.2.2 Isolation gazeuse.....	8
1.2.3 Isolation solide	11
1.3 Du courant alternatif au courant continu	11
1.3.1 Considérations techniques de la HTCC.....	12
1.3.2 Considérations économiques et environnementales de la HTCC.....	13
1.4 Problématique de la conception des PSEM en HTCC et phénomènes associés.....	14
1.4.1 Accumulation de charges en surface et en volume	15
1.4.2 Calcul et distribution du champ	16
1.5 Contexte de la thèse	18
1.6 Conclusion	19
CHAPITRE 2 Isolants solides sous champ continu et charges d'espace	21
2.1 Mécanismes de polarisation des diélectriques	22
2.1.1 Polarisation de déformation.....	23
2.1.1.1 Polarisation électronique.....	23
2.1.1.2 Polarisation ionique.....	23
2.1.1.3 Polarisation atomique	23
2.1.2 Polarisation d'orientation.....	24
2.1.3 Polarisation interfaciale.....	25
2.1.4 Polarisation par charge d'espace	25
2.2 Réponse en fréquence d'un diélectrique : permittivité et pertes diélectriques	25
2.3 Charge électrique dans un isolant	27
2.3.1 Bandes d'énergie et niveaux de pièges	27
2.3.2 Définition de la charge d'espace.....	28
2.4 Transport des charges dans les isolants.....	29
2.4.1 Mécanismes d'injection de charges	29
2.4.1.1 L'effet Schottky	30
2.4.1.2 L'effet Fowler-Nordheim	31
2.4.2 Mécanismes de transport de charges	31

2.4.2.1	Conduction électronique	32
2.4.2.2	Conduction ionique	33
2.4.2.3	Conduction polaronique	33
2.5	Mesure de la charge d'espace	33
2.5.1	Techniques sans résolution spatiale	34
2.5.2	Techniques à résolution spatiale	34
2.5.2.1	Méthodes acoustiques	35
2.5.2.2	Méthodes utilisant la contrainte électrique : Méthode de l'impulsion électroacoustique (PEA pour Pulsed Electro-Acoustic)	36
2.5.2.3	Méthodes thermiques	37
2.6	Quelques répartitions de charges d'espace dans les résines époxydes	38
2.6.1	Effet de l'amplitude du champ électrique	38
2.6.2	Effet de la durée d'application du champ électrique	39
2.6.3	Effet de la température et de la teneur en humidité	41
2.6.4	Effet du contact électrode/isolant	42
2.7	Conclusion	43
CHAPITRE 3	Matériau, échantillons et méthodes.....	45
3.1	Matériau.....	46
3.1.1	Formulation du composite	46
3.1.1.1	La matrice : la résine époxyde.....	46
3.1.1.2	La charge minérale : l'alumine	47
3.1.2	Mise en œuvre du composite	47
3.1.3	Propriétés du composite	48
3.1.3.1	Propriétés physico-chimiques et mécaniques	48
3.1.3.2	Propriétés électriques	49
3.2	Conception et réalisation des échantillons	49
3.2.1	Géométrie des échantillons.....	49
3.2.2	Réalisation des échantillons	53
3.3	Méthodes de caractérisation.....	54
3.3.1	Tomographie à rayons X.....	54
3.3.2	Décharges partielles	56
3.3.3	Spectroscopie diélectrique	58
3.3.4	Mesures de la charge d'espace - Méthode de l'Onde Thermique.....	59
3.3.4.1	Principe de mesure en court-circuit	59
3.3.4.2	Mesure sous champ électrique appliqué continu	62
3.4	Conclusions.....	63

CHAPITRE 4	Conception et réalisation d'un dispositif de mesure de charges d'espace	65
4.1	Aspects théoriques de la MOT en coordonnées cylindriques	66
4.1.1	Répartition de la température dans un isolant en géométrie cylindrique	67
4.1.2	Etablissement de l'expression du courant d'onde thermique en coordonnées cylindriques ...	69
4.1.2.1	Expression des conditions électriques du système	69
4.1.2.2	Effet de la température	70
4.1.2.3	Expression du courant MOT	71
4.1.3	MOT sous champ électrique continu appliqué – Etalonnage	72
4.2	Définition de l'architecture du dispositif expérimental : principe de la mesure	74
4.3	Conception et réalisation de la partie hydraulique	75
4.3.1	Dimensionnement du banc	75
4.3.2	Configuration finale et réalisation du circuit hydraulique	77
4.3.3	Circuit pneumatique	79
4.3.4	Conception et réalisation du système de connexion de l'échantillon	81
4.3.5	Cycles de fonctionnement du banc de mesure	84
4.3.5.1	Placement de l'échantillon à température initiale	84
4.3.5.2	Etape 2 : Phase de « roue libre »	85
4.3.5.3	Etape 3 : Excitation thermique de l'échantillon et mesure MOT	85
4.4	Conception et réalisation de la partie mesure (acquisition et commande)	86
4.5	Validation expérimentale du banc	88
4.6	Optimisation du dispositif expérimental	89
4.6.1	Amélioration du rapport signal/bruit (SNR)	89
4.6.1.1	Filtrage analogique du signal à l'aide de l'amplificateur de courant	90
4.6.1.2	Diminution de la sensibilité au bruit de la cellule de mesure	90
4.6.1.3	Augmentation de l'amplitude du signal	92
4.6.2	Vérification de la reproductibilité des conditions de mesure – Mise en place de capteurs	92
4.6.2.1	Capteurs de température	93
4.6.2.2	Densimètre	95
4.7	Conclusions	95
CHAPITRE 5	Etude de la charge d'espace dans le matériau	97
5.1	Etudes préliminaires sur la stabilité diélectrique du matériau	98
5.1.1	Prétraitement thermique du matériau	98
5.1.1.1	Effets de la teneur en eau : étude sur des échantillons plans	98
5.1.1.2	Influence de la teneur en eau sur les échantillons cylindriques	104
5.1.2	Suivi de la charge d'espace dans les échantillons cylindriques – Influence du prétraitement thermique	106

5.1.3	Protocole expérimental appliqué aux échantillons cylindriques	110
5.2	Résultats expérimentaux.....	113
5.2.1	Phase 1 : Etude et sélection des échantillons à l'état initial	113
5.2.1.1	Analyse par tomographie à rayons X.....	113
5.2.1.2	Mesures de décharges partielles	117
5.2.1.3	Etude de l'homogénéité des échantillons en termes de charges d'espace	119
5.2.2	Phase 2 : Evolution de la charge d'espace et du champ électrique interne après application de contraintes électrothermiques	119
5.2.2.1	Influence du champ électrique et de la température sur l'état électrique interne	121
5.2.2.2	Influence de la durée de conditionnement électrique à 105°C	128
5.2.2.3	Influence de la reprise d'eau du composite sur l'accumulation des charges d'espace.....	130
5.3	Conclusions.....	132
	Conclusions et perspectives.....	135
	Annexes.....	141
	Annexe 1 : Système de connexion de l'échantillon.....	142
	Annexe 2 : Cycles de fonctionnement du circuit pneumatique.....	143
	Annexe 3 : Les deux onglets de l'interface utilisateur du programme de commande et d'acquisition.....	144
	Références bibliographiques	145

Table des figures

Figure 1.1 : Schéma de principe d'un réseau électrique [ZAVATTONI2014]	7
Figure 1.2 : Poste électrique aérien (a) et blindé (b) [ZAVATTONI2014]	7
Figure 1.3 : Illustration d'une jonction entre deux compartiments d'un PSEM	8
Figure 1.4 : Molécule de SF ₆	9
Figure 1.5 : Relation entre le PRG et la rigidité diélectrique de différents gaz isolants [ROKUNOHE2007]	10
Figure 1.6 : U/p - Rapport tension de claquage (au choc de foudre en polarité positive) sur pression pour le SF ₆ , le N ₂ et le CO ₂ [MEIJER2006]	10
Figure 1.7 : Rigidité diélectrique du g ³ par rapport à celle du SF ₆ en fonction du pourcentage intégré de Novac [KIEFFEL2015]	10
Figure 1.8 : Représentation simplifiée d'une ligne à CC raccordée à une ligne à CA	12
Figure 1.9 : Configuration monopolaire [BENASLA2011]	12
Figure 1.10 : Configuration bipolaire [BENASLA2011]	13
Figure 1.11 : Configuration multi-terminaux [Wikipedia2017]	13
Figure 1.12 : (a) Comparaison des pertes entre les technologies CA et CC en fonction de la distance (b) Evolution du coût en fonction de la distance pour les technologies CA et CC	14
Figure 1.13 : Forme des cônes (a) utilisés pour le PSEM 1150 kV CA, (b) améliorés pour le PSEM 750 kV CC. Champ à la surface de l'isolateur calculé pour une excitation de 750 kV CC en utilisant : (c) la configuration (a) et (d) la configuration (b) [VOLPOV2004]	15
Figure 1.14 : Exemples de distribution de charges surfaciques mesurées sur des isolateurs cylindriques [FUJINAMI1989]	16
Figure 1.15 : Lignes de champ pour un cône chargé et non chargé [MESSERER2002]	17
Figure 1.16 : Charge d'espace et champ électrique [LAURENT1999]	17
Figure 2.1 : Représentation schématique des mécanismes de polarisation [GALLAY]	24
Figure 2.2 : Schéma électrique d'un condensateur contenant un diélectrique imparfait	26
Figure 2.3 : Spectre diélectrique d'un isolant [KAHOULI2016]	26
Figure 2.4 : Diagramme d'énergie d'un (a) isolant parfait, (b) isolant imparfait (isolant réel) [LAURENT1999]	28
Figure 2.5 : Mécanismes de génération de la charge d'espace dans un isolant entre électrodes	29
Figure 2.6 : Diagramme d'énergie d'un contact métal/isolant pour $\phi_m > \phi_i$: a) avant le contact b) pendant le contact c) après le contact [KAO2004]	30
Figure 2.7 : Mécanismes d'injection 1- Effet Schottky, 2- Effet Tunnel et 3- Effet Tunnel assisté thermiquement	30
Figure 2.8 : Déroulement d'une expérience de CDTS [MARTINEZ2010]	34
Figure 2.9 : Principe des méthodes à stimulus (cas d'un échantillon en court-circuit) [TOUREILLE2009]	35
Figure 2.10 : Principe de la méthode PEA (a) Sous l'effet d'un champ pulsé, les régions chargées donnent lieu à des ondes acoustiques. (b) Le capteur piézoélectrique délivre une tension vs(t). (c) Répartition spatiale de l'image et des charges internes après traitement du signal [GALLOT-LAVALLEE2005]	36
Figure 2.11 : Profils de charges d'espace (homocharges) dans la résine époxyde pure après un conditionnement sous 10 kV/mm obtenus par a) Guillermin après 2h30 de mise sous contrainte [GUILLERMIN2004] et par b) Griseri après 1h de mise sous contrainte [GRISERI2000]	39
Figure 2.12 : Densité de charges dans un film de 280 µm de résine époxyde après 15 h, 1 semaine et 3 semaines de mise sous contrainte électrique (7 kV/mm) à 20°C [GRISERI2000]	40
Figure 2.13 : Evolutions des valeurs approchées du champ résiduel lors des vieillissements à a) 105°C et b) 85°C [YAHYAOUI2015]	40

Figure 2.14 : Mesures après 5 et 30 min sous 10 kV/mm à 80°C (a) sur résine pure après fabrication (b) sur résine pure directement après traitement thermique (c) sur résine pure traitée après 24 h à atmosphère ambiant [GUILLERMIN2004]	41
Figure 2.15 : Profil de la charge d'espace après 2 h sous 100 kV/mm à 80°C (a) résine non traitée (b) résine recuit dans l'air (c) résine recuit en atmosphère humide (d) résine recuit dans l'huile [KIKUCHI2014]	42
Figure 2.16 : Distributions de champs électriques résiduels mesurés durant le conditionnement à a) 25°C b) 85°C [YAHYAOUI2015]	42
Figure 2.17 : Densité de charges d'espace à 30 kV/mm sur a) échantillon non recouvert et b) échantillon recouvert d'or [HE2015]	43
Figure 3.1 : Synthèse des résines à base de bisphénol A par le procédé de Taffy [BARDONNET1992]	46
Figure 3.2 : Thermogrammes réalisés sur des composants de résine époxyde chargée d'alumine (a) avant et (b) après post-cuisson à 140°C pendant 6 h [YAHYAOUI2015]	48
Figure 3.3 : Répartition du champ électrique sous contraintes continues : à température constante et sous gradient thermique en l'absence de charge d'espace injectée [YAHYAOUI2012]	50
Figure 3.4 : Répartition du champ dans l'échantillon pour 28 kV CC appliquée sur l'électrode interne pour les 3 configurations d'échantillons.....	52
Figure 3.5 : Répartitions du champ le long de a) l'électrode interne et b) l'électrode externe pour les 3 configurations d'échantillons	52
Figure 3.6 : Configuration finale des échantillons.....	53
Figure 3.7 : Coupe et photographie du moule pour la réalisation des échantillons.....	53
Figure 3.8 : Echantillon après démoulage et usinage.....	54
Figure 3.9 : Principe de la tomographie à rayons X. (1) Echantillon mis en rotation et acquisition d'images tous les 0,3° à 1°. (2) Volume reconstruit à partir de ces images. (3) Visualisation en 3D et en coupe [POUPARD2016]	55
Figure 3.10 : Modèle électrique classique d'un diélectrique avec une cavité interne [KÖNIG1993, VU2011]	56
Figure 3.11 : Décharge partielle (DP) dans une cavité [EPFL2017]	57
Figure 3.12 : Dispositif pour la mesure des DP avec échantillon relié à la terre	57
Figure 3.13 : Principe de la mesure en spectroscopie diélectrique	58
Figure 3.14 : Banc de spectroscopie diélectrique utilisé pour l'étude	59
Figure 3.15 : Principe de la méthode de l'onde thermique : (a) échantillon en équilibre à T_0 et (b) application de l'échelon thermique ΔT [BAUDON2013]	59
Figure 3.16 : Dispositif expérimental de la MOT en géométrie plane [MARTINEZ2010]	62
Figure 3.17 : Méthode de l'onde thermique sous champ appliqué [TOUREILLE2009]	62
Figure 4.1 : Principe de la méthode de l'onde thermique en configuration cylindrique	66
Figure 4.2 : Epaisseur équivalente pour la MOT en géométrie cylindrique avec application du stimulus thermique par l'intérieur.....	69
Figure 4.3 : MOT sous champ continu appliqué en coordonnées cylindriques : (a) application du champ (b) application du stimulus thermique et mesure MOT	73
Figure 4.4 : Principe de la méthode de l'onde thermique appliquée aux échantillons cylindriques.....	74
Figure 4.5 : Principe de génération de l'échelon thermique et architecture de base du dispositif expérimental	75
Figure 4.6 : Principe et architecture du dispositif expérimental avec incorporation d'un réservoir tampon ...	77
Figure 4.7 : Synoptique final du dispositif expérimental.....	78
Figure 4.8 : Circuit d'alimentation en air comprimé	79
Figure 4.9 : Principe de conception du système de connexion de l'échantillon.....	82
Figure 4.10 : Représentation 3D de la pièce conique pour la prise de masse.....	82

Figure 4.11 : (a) Pièce adaptatrice, (b) Flasque.....	83
Figure 4.12 : Circuit d'alimentation en air comprimé (circuit pneumatique).....	83
Figure 4.13 : Circuit hydraulique du dispositif expérimental.....	84
Figure 4.14 : Etape 1 – Placement de l'échantillon à température initiale	84
Figure 4.15 : Etape 2 – Phase de « roue libre »	85
Figure 4.16 : Etape 3 – Mesure MOT.....	86
Figure 4.17 : Séquence de commande des équipements.....	87
Figure 4.18 : Schéma de commande d'un équipement ^[NEDELKOVSKI2015]	88
Figure 4.19 : Mesures préliminaires de courant MOT sur un échantillon de résine pure (sans charge minérale) avec le dispositif expérimental développé (pour deux valeurs d'échelon thermique appliqués à l'échantillon : 25°C, puis -30°C).....	89
Figure 4.20 : Mesures de courant MOT avec et sans filtre analogique de l'appareil de mesure	90
Figure 4.21 : Mesures de courants MOT sans et avec cellule blindée : (a) configuration échantillon « VIDE », (b) configuration échantillon « PLEIN » et (c) configuration mesure « normale »	91
Figure 4.22 : Cellule blindée intégrée au banc de mesure	91
Figure 4.23 : Mesures du courant MOT avec un échelon thermique de -15°C (courbe en rouge) et de -30°C (courbe en vert)	92
Figure 4.24 : Emplacement des capteurs de température (PT1000) à l'entrée et à la sortie de l'échantillon..	93
Figure 4.25 : Evolution de la température du liquide à l'entrée et à la sortie de l'échantillon	93
Figure 4.26 : Emplacement des capteurs de température dans l'épaisseur d'isolant de l'échantillon « instrumenté ».....	94
Figure 4.27 : Mesures de température dans l'épaisseur d'isolant de l'échantillon.....	94
Figure 5.1 : Echantillon plan de résine époxyde chargée d'alumine ^[YAYHAOUI2015]	99
Figure 5.2 : Dispositif expérimental pour le séchage sous vide d'échantillons plans (80°C / 10 ⁻³ mbar).....	99
Figure 5.3 : Première perte de masse du matériau (échantillons E1 et E2) en fonction de la durée (80°C / 10 ⁻³ mbar).....	100
Figure 5.4 : Permittivité relative et facteur de pertes de E1 et E2 après 48 h sous 80°C / 10 ⁻³ mbar.....	100
Figure 5.5 : Gain de masse des échantillons plans E1 et E2, en fonction de la durée sous 60°C / 80% HR	101
Figure 5.6 : Evolution de la permittivité et du facteur de pertes durant la prise d'eau sous 60°C et 80% HR : (a) E1, (b) E2.....	101
Figure 5.7 : Perte de masse du matériau en fonction du temps pour E1 (80°C / 1 bar) et E2 (80°C / 10 ⁻³ mbar)	102
Figure 5.8 : Evolution de la permittivité et du facteur de pertes avec la perte d'eau de (a) E1 (80°C / 1 bar) et (b) E2 (80°C / 10 ⁻³ mbar).....	103
Figure 5.9 : Evolution de la masse du matériau en fonction de la durée de maintien sous atmosphère ambiante.....	103
Figure 5.10 : Evolution de la permittivité et du facteur de pertes lors de la reprise d'eau sous atmosphère ambiante : (a) E1, (b) E2	104
Figure 5.11 : Perte de masse du matériau en fonction de la durée dans les échantillons cylindriques sous 80°C / 1 bar (Ech1) et sous 80°C / 50 mbar (Ech2).....	105
Figure 5.12 : Evolution du spectre diélectrique du matériau en configuration cylindrique pendant le traitement thermique sous (a) 80°C / 1 bar (Ech1) et sous (b) 80°C / 50 mbar (Ech2).....	106
Figure 5.13 : Courants MOT obtenus sur les échantillons mis en court-circuit à 80°C sous 1 bar et 50 mbar	107
Figure 5.14 : Evolution des courants MOT pendant le prétraitement thermique à 80°C / 1 bar de Ech1 en court-circuit (C-C).....	107

Figure 5.15 : Représentation logarithmique de $IMOT_{max} = f(t)$ pendant la relaxation de la charge d'espace à 80°C / 1 bar.....	108
Figure 5.16 : Courants MOT avant et après absorption d'eau.....	109
Figure 5.17 : Principe de la MOT sous champ continu en configuration d'échantillons cylindriques	109
Figure 5.18 : Courants MOT d'étalonnage mesurés sur les échantillons cylindriques	110
Figure 5.19 : Protocole expérimental pour l'étude de l'influence du champ électrique et de la température sur la charge d'espace	111
Figure 5.20 : Protocole expérimental pour l'étude de l'influence de la durée de conditionnement sur la charge d'espace	112
Figure 5.21 : Schéma simplifié d'application de la contrainte électrique à l'échantillon cylindrique	112
Figure 5.22 : Reconstruction 3D d'un échantillon cylindrique sur une zone de 75 mm (reconstruction en fausse couleur).....	113
Figure 5.23 : Images de quelques délaminations observées dans les échantillons.....	114
Figure 5.24 : Répartition du champ simulé dans la résine (en l'absence de charges d'espace) sous 6 kV DC appliqués, en présence de délaminations. <i>Nota : Champs donnés en kV/mm</i>	114
Figure 5.25 : Images de quelques vacuoles observées dans les échantillons.....	115
Figure 5.26 : Calcul de champ sous 6 kV DC appliqués aux interfaces (Résine / Electrode interne, Résine / Electrodes externe et de garde) en présence de vacuoles et de délaminations (en l'absence de charges d'espace) <i>Nota : La longueur d'arc représente la longueur d'électrode</i>	115
Figure 5.27 : Inclusion dans les échantillons à l'interface résine/électrode interne	116
Figure 5.28 : Calcul du champ sous 6 kV DC appliqués en absence et en présence d'inclusion à l'interface Résine / Insert : (a) répartition du champ dans la résine, (b) calcul du champ à l'interface Résine / Electrode interne	116
Figure 5.29 : Application de tension pour les mesures de DP : (a) montée par paliers, (b) descente par paliers, (c) cycle simple ^[HAYEK2016]	117
Figure 5.30 : Exemple de distribution de décharges partielles sur 2 échantillons soumis à 4 kV crête (50 Hz)	118
Figure 5.31 : Exemple de distribution de décharges partielles sur 2 échantillons soumis à 5 kV crête (50 Hz)	118
Figure 5.32 : Exemple de distribution de décharges partielles sur 2 échantillons soumis à 6 kV crête (50 Hz)	118
Figure 5.33 : Courants MOT obtenus pour les 7 échantillons après application de 19 kV pendant 14 h à 25°C	119
Figure 5.34 : Exemples de courants MOT obtenus sur Echantillons A et B (Influence du champ et de la température) et sur Echantillons C et D (Influence de la durée de conditionnement à 105°C)	120
Figure 5.35 : Distributions de champs électriques et de densités de charges d'espace après conditionnement électrique (1,8, 3,9 et 10,1 kV/mm) à 25°C pendant 4 heures	122
Figure 5.36 : Distributions de champs électriques et de densités de charges d'espace après conditionnement électrique (1,8, 3,9 et 10,1 kV/mm) à 60°C pendant 4 heures	122
Figure 5.37 : Evolution de l'amplitude du courant MOT après conditionnement électrique à 25°C.....	123
Figure 5.38 : Distributions de champs électriques et de densités de charges d'espace après conditionnement électrique (1,8, 3,9 et 10,1 kV/mm) à 105°C pendant 4 heures	123
Figure 5.39 : Distributions de champs électriques sous tension appliquée durant un conditionnement à 25°C : (a) en supposant un champ de Laplace et (b) en supposant un champ résistif	125
Figure 5.40 : Distributions de champs électriques sous tension appliquée durant un conditionnement à 60°C : (a) en supposant un champ de Laplace et (b) en supposant un champ résistif	125

Figure 5.41 : Distributions de champs électriques sous tension appliquée durant un conditionnement à 105°C : (a) en supposant un champ de Laplace et (b) en supposant un champ résistif.....	125
Figure 5.42 : Représentation logarithmique de $IMOT_{max} = f(t)$ pendant la relaxation de la charge d'espace à 80°C / 50 mbar après conditionnement électrique à 25°C.....	127
Figure 5.43 : Représentation logarithmique de $IMOT_{max} = f(t)$ pendant la relaxation de la charge d'espace à 80°C / 50 mbar après conditionnement électrique à 60°C.....	127
Figure 5.44 : Représentation logarithmique de $IMOT_{max} = f(t)$ pendant la relaxation de la charge d'espace à 80°C / 50 mbar après conditionnement électrique à 105°C.....	127
Figure 5.45 : Distributions de champs électriques et de densités de charges d'espace après conditionnement électrique sous 1,8 kV/mm (près l'anode) sous 105°C pendant 2 h, 4 h, 15 h et 72 h	129
Figure 5.46 : Distributions de champs électriques et de densités de charges d'espace après conditionnement électrique sous 3,9 kV/mm (près l'anode) sous 105°C pendant 2 h, 4 h, 15 h et 72 h	129
Figure 5.47 : Distributions de champs électriques et de densités de charges d'espace après conditionnement électrique sous 10,1 kV/mm (près l'anode) sous 105°C pendant 2 h, 4 h, 15 h et 72 h	129
Figure 5.48 : Evolution de la masse de l'échantillon cylindrique avec la reprise d'eau sous 60°C / 80% HR..	131
Figure 5.49 : Evolution du spectre diélectrique du matériau composite (échantillon à réception, après prétraitement thermique sous 80°C / 50 mbar, et après absorption d'eau sous 60°C / 80% HR)	131
Figure 5.50 : Distributions de champs résiduels sur un échantillon séché à 80°C / 50 mbar et sur le même échantillon conditionné à 60°C / 80% HR après un conditionnement à 25°C pendant 4 h sous (a) 3,9 kV/mm et (b) 10,1 kV/mm	132

Liste des tableaux

Tableau 1.1 : Caractéristiques électriques principales du SF ₆ ^[KOCH2003]	9
Tableau 2.1 : Récapitulatif des principaux mécanismes de conduction électrique	33
Tableau 2.2 : Tableau récapitulatif des différentes méthodes à stimulus	38
Tableau 3.1 : Ordres de grandeurs de quelques propriétés mécaniques et physico-chimiques ^[YAHYAOU12015]	49
Tableau 3.2: Les trois géométries d'échantillons testées.....	51
Tableau 4.1 : Equipements des circuits hydraulique et pneumatique du banc de mesure	81
Tableau 5.1 : Contraintes appliquées pour l'étude de l'influence du champ électrique et de la température sur la charge d'espace	111
Tableau 5.2 : Contraintes appliquées pour l'étude de l'influence de la durée de conditionnement électrothermique sur la charge d'espace	112

Table des symboles

Symbole	Unité	Désignation
A	A/m^2K^2	Constante de Richardson-Dushman ($12 \cdot 10^5 A/m^2K^2$)
C	F	Capacité de l'échantillon
c	$J/kg/K$	Capacité thermique massique
d	m	Epaisseur de l'échantillon
D	m^2/s	Diffusivité thermique
E	V/m	Champ électrique dans le matériau
E_a	eV	Energie d'activation
h	$J \cdot s$	Constante de Planck ($6,6262 \cdot 10^{-34} J \cdot s$)
J	A/m^2	Densité de courant
k	J/K	Constante de Boltzmann ($1,38 \cdot 10^{23} J/K$)
l	m	Longueur de l'échantillon
m	kg	Masse de l'électron
n_0	C/m^3	Densité de porteurs intrinsèques
\vec{p}	–	Moment dipolaire
\vec{P}	–	Vecteur de polarisation
q	C	Charge élémentaire
r	m	Rayon
T	$^{\circ}C$	Température
T_g	$^{\circ}C$	Température de transition vitreuse (glass transition temperature)
V	V	Tension électrique
ϵ	–	Permittivité absolue
ϵ_0	F/m	Permittivité du vide ($8,845 \cdot 10^{-12} F/m$)
ϵ_r	–	Permittivité relative
ρ	kg/m^3	Masse volumique
ρ_s	C/m^3	Densité de charge surfacique
μ	$m^2V^{-1}s^{-1}$	Mobilité des porteurs de charges
γ	$W/m/K$	Conductivité thermique
ρ_c	C/m^3	Densité volumique de charge
σ	S/m	Conductivité électrique
λ	eV	Distance entre 2 pièges
χ	–	Susceptibilité diélectrique
ϕ_0	eV	Hauteur de la barrière énergétique en absence de champ
ϕ_i	eV	Travail de sortie de l'isolant
ϕ_m	eV	Travail de sortie du métal
ψ	eV	Affinité électronique

Table des abréviations

Abréviation	Désignation
AIS	Air Insulated Substation
BT	Basse Tension
BF	Basses Fréquences
CA	Courant Alternatif
CC	Courant Continu
CO ₂	Dioxyde de Carbone
DGEBA	Diglycidyl Éther de Bisphénol A
DP	Décharge Partielle
GIS	Gas Insulated Substation
HF	Hautes Fréquences
HT	Haute Tension
HTCA	Haute Tension Courant Alternatif
HTCC	Haute Tension Courant Continu
MOT	Méthode de l'Onde Thermique
MT	Moyenne Tension
N ₂	Diazote
PRG	Potentiel de Réchauffement Global
PSEM	Poste Sous Enveloppe Métallique
SF ₆	Hexafluorure de Soufre
SNR	Signal to Noise Ratio (Rapport signal/bruit)
TADP	Tension d'Apparition des Décharges Partielles

Introduction générale

L'histoire des isolants commence au XVI^e siècle avec la découverte des propriétés de l'ambre, suivie par celles du verre au siècle suivant, du soufre, des résines, de la gomme-laque et de la cire grâce aux travaux de W. Gilbert [Fournie1986]. Avec l'expérience de la « bouteille de Leyde », la notion de condensateur et l'existence d'un champ résiduel dans le verre ont été démontrées [Fournie1986]. C'est en 1838, grâce aux travaux de Faraday [Fournie1986], que les notions de diélectrique et de polarisation ont vu le jour. Peu de temps après, les premières défaillances des isolants ont été mises en évidence lors de l'installation de câbles télégraphiques sous-marins en 1840. Les expériences qui s'en sont suivies ont permis de définir les notions de permittivité, de pertes diélectriques, de conductivité et de mettre en évidence les dégradations produites par effet cumulatif de décharges électriques dans les occlusions gazeuses. Le premier modèle théorique décrivant les phénomènes de décharges partielles est imaginé par Gémant et Philipoff en 1932 [Fournie1986].

Dans les réseaux électriques, et particulièrement dans le domaine de la haute tension, les installations doivent être garanties pour une durée de fonctionnement d'au moins 30 ans. Cette durée de vie est principalement liée à celle de son isolation. C'est pour cette raison que de nombreux travaux ont été menés pour la compréhension des mécanismes de vieillissement et de dégradation des matériaux isolants. Dans un premier temps, ces travaux se sont surtout concentrés sur les dernières étapes de la vie de l'isolant, c'est-à-dire sur les phénomènes de décharges et d'arborescences électriques, signifiant que l'isolant est déjà dégradé. Ces décharges, dites partielles, surviennent lorsque des cavités ou des vacuoles (bulles de gaz) formées dans le volume de l'isolant atteignent une taille suffisante, et la répétition de ces décharges à l'intérieur des vacuoles génère des arborescences qui peuvent donner lieu à des arcs électriques : c'est le claquage de l'isolant. La phase de croissance de l'arborescence électrique étant rapide, c'est la phase d'incubation (c'est-à-dire celle avant l'apparition de la 1^{ère} décharge partielle) qui définit principalement la durée de vie du matériau. C'est ainsi que, récemment, la tendance des recherches est allée vers la compréhension des phénomènes précurseurs de ces décharges, c'est-à-dire des mécanismes à l'origine de la formation des défauts dans l'isolant. Des études réalisées sur des matériaux pour câbles ont notamment permis de mettre en évidence le développement de charges d'espace dans l'isolant, lorsque ce dernier est soumis à des champs électriques élevés. Ces charges d'espace sont soupçonnées d'être à l'origine du vieillissement des matériaux et de l'initiation de défauts dans l'isolant.

Bien que de nos jours la technologie de la Haute Tension à Courant Alternatif (HTCA) soit bien maîtrisée, les besoins futurs nécessitent de développer de nouveaux réseaux électriques utilisant la technologie de la Haute Tension à Courant Continu (HTCC) pour le transport de l'énergie électrique sur de longues distances. Car la technologie HTCC, en plus de contribuer à la suppression de l'effet capacitif présent dans les câbles en régime alternatif, facilite l'interconnexion de réseaux et offre des avantages sur le plan économique mais aussi environnemental. Pour transporter l'énergie sur de grandes distances, le développement et la mise en place d'un maillage dense sont nécessaires, avec la réalisation de nœuds de raccordement et de liaisons de transport de l'énergie. La mise au point d'équipements, tels que les disjoncteurs à isolation gazeuse (DIG) HTCC, implique à ce jour d'importantes recherches portant à la fois sur les gaz, les isolants solides et les interfaces entre les divers matériaux. Afin d'optimiser le comportement à long terme des DIG HTCC, il est ainsi primordial de bien comprendre le comportement diélectrique des matériaux isolants solides pressentis pour être employés dans ces équipements sous fort champ continu.

Si la conception d'équipements électriques pour la HTCA repose essentiellement sur une répartition capacitive du champ électrique dans l'isolant (dépendante de la permittivité) qui varie très peu avec la température et le champ, cette répartition diffère en HTCC. Elle devient résistive, et donc fortement dépendante de la température et du champ. A cela s'ajoutent d'autres phénomènes dus à l'utilisation de la HTCC, tels que l'injection et le piégeage de charges électriques formant la charge d'espace, jusque-là absents

ou peu influents en régime alternatif. Il est donc nécessaire de prendre en considération tous ces nouveaux paramètres lors du dimensionnement des installations électriques pour la HTCC.

Dans le cadre de cette thèse, nos travaux se sont ainsi portés sur l'étude de cette charge d'espace, qu'il est utile de mieux comprendre, non seulement dans l'évaluation de la durée de vie des installations électriques, mais surtout dans le dimensionnement et le choix du matériau des composants isolants.

Les isolants solides les plus utilisés dans les systèmes électriques sont les polymères thermoplastiques (polyéthylène), les élastomères silicones et les polymères thermodurcissables (polyester, résine époxyde). Le matériau étudié dans ce travail est un composite constitué d'une matrice en résine époxyde chargée en alumine. Ce composite, couramment utilisé de nos jours pour les équipements en HTCA, est pressenti pour une utilisation dans les appareillages en HTCC. Le but est de mettre au point des composants dans lesquels le champ électrique maximal dans l'isolant peut atteindre des valeurs de l'ordre de 10 kV/mm, avec des valeurs de champ de fonctionnement d'au moins 4 à 6 kV/mm (contre 2 et 3 kV/mm actuellement). Dans ces conditions, et considérant que les seuils d'injection de charges dans ce type de matériau sont de l'ordre de quelques kV/mm [GALLOT-LAVALLEE2004, HE2015, YAHYAOUUI2015], il est fort probable que les charges d'espace jouent un rôle non-négligeable dans le comportement du matériau.

L'objectif de notre travail a donc été de développer une méthode pour mesurer et suivre l'évolution du champ électrique résiduel dû à cette charge d'espace dans les isolateurs de géométrie de type support isolant de jeu de barres, intégrés dans les postes sous enveloppe métallique (PSEM).

Les différentes étapes d'étude pendant les travaux de thèse sont énumérées ci-dessous :

- Phase 1 : recherche bibliographique ;
- Phase 2 : choix et mise en place du principe de mesure ;
- Phase 3 : validation expérimentale du dispositif de mesure ;
- Phase 4 : caractérisation du matériau à l'aide de la méthode développée.

Le mémoire est ainsi structuré autour de cinq chapitres qui rendent compte des travaux réalisés à chaque étape de l'étude.

Le premier chapitre est dédié au contexte général de la thèse. Nous décrivons l'organisation générale du réseau électrique, avec une attention particulière portée au poste électrique sous enveloppe métallique. Nous y présentons aussi les différentes problématiques liées à la conception des postes blindés pour la HTCC.

Le deuxième chapitre est consacré aux principaux phénomènes physiques se produisant dans les isolants solides lorsque ceux-ci sont soumis à des champs électriques continus. Il s'agit notamment des mécanismes de polarisation, d'injection, de conduction et d'accumulation de charges. Les principes de mesure de différentes techniques de détection de la charge d'espace y sont énoncés. Ce chapitre se termine par un état de l'art portant sur le comportement des résines époxydes avec différentes charges minérales, du point de vue de la charge d'espace.

Dans le troisième chapitre, nous présentons le matériau étudié et les techniques expérimentales utilisées pendant la thèse. Nous donnons ainsi une description de la composition chimique du matériau, suivie de la conception et de la fabrication des échantillons cylindriques, spécifiquement réalisés afin de reproduire au mieux les contraintes subies par les isolateurs dans les PSEM. Pour finir, nous présentons les différentes techniques expérimentales que nous avons utilisées pour la caractérisation de nos échantillons.

La mise en place du dispositif expérimental pour la mesure de la charge d'espace, adapté à la configuration d'échantillons cylindriques, fait l'objet du quatrième chapitre. Ce dispositif a été réalisé suivant le principe de la méthode de l'onde thermique (MOT). Cette méthode a été choisie car elle est la plus adaptée au caractère composite du matériau à étudier (présence de charge minérale), mais aussi parce qu'elle respecte au mieux les exigences imposées par le cahier des charges (technique à résolution spatiale et non destructive, avec une sensibilité élevée). Tout d'abord, nous détaillons l'aspect théorique de la MOT en configuration cylindrique, suivie de l'étude du dimensionnement du banc de mesure. Une fois l'architecture du banc complet validé, nous présentons sa mise en œuvre. Une série de tests est effectuée afin de valider le fonctionnement du dispositif, suivie d'une phase d'optimisation du banc comprenant la mise en place de différents capteurs et d'une cellule de mesure faible bruit.

Le cinquième chapitre concerne les résultats obtenus, grâce au banc de mesure développé, sur le matériau soumis à des contraintes électrothermiques. La première partie est consacrée à une étude préliminaire du matériau en vue de définir un protocole expérimental adapté aux échantillons. Dans la suite du chapitre, la caractérisation des échantillons à l'état initial est présentée. Elle a pour but de sélectionner les échantillons présentant le plus d'homogénéité, non seulement du point de vue de la structure physique, mais surtout du point de vue de leur comportement vis-à-vis de la charge d'espace. Cette caractérisation comprend une analyse par tomographie à rayons X et par mesures de décharges partielles, pour détecter les défauts présents dans les échantillons, ainsi que des mesures de charge d'espace. Les échantillons ainsi sélectionnés ont été par la suite utilisés pour analyser l'évolution de la charge d'espace et du champ électrique interne en fonction de différentes contraintes électrothermiques, fixées en tenant compte des conditions d'utilisation des PSEM ($E \leq 10$ kV/mm, $20 \leq T \leq 105^\circ\text{C}$).

Enfin pour terminer ce mémoire, les principales réalisations, observations et analyses faites sont résumées dans une conclusion générale, où des perspectives offertes par ces travaux sont également proposées.

CHAPITRE 1

Réseaux électriques et postes sous enveloppe métallique

1.1	Réseau de transport d'énergie électrique.....	6
1.2	Les postes sous enveloppe métallique (PSEM).....	7
1.2.1	Enveloppes.....	8
1.2.2	Isolation gazeuse.....	8
1.2.3	Isolation solide.....	11
1.3	Du courant alternatif au courant continu.....	11
1.3.1	Considérations techniques de la HTCC.....	12
1.3.2	Considérations économiques et environnementales de la HTCC.....	13
1.4	Problématique de la conception des PSEM en HTCC et phénomènes associés.....	14
1.4.1	Accumulation de charges en surface et en volume.....	15
1.4.2	Calcul et distribution du champ.....	16
1.5	Contexte de la thèse.....	18
1.6	Conclusion.....	19

Les postes électriques sont des éléments essentiels dans la composition des réseaux électriques. Aujourd'hui, ces appareillages sont parfaitement intégrés dans les réseaux Haute Tension à Courant Alternatif (HTCA) et leur comportement y est bien maîtrisé. En revanche, la mise en place de postes électriques sous enveloppe métallique (PSEM) destinés aux systèmes de transport d'énergie en Haute Tension à Courant Continu (HTCC) nécessite la prise en compte, lors de la conception, de contraintes spécifiques liées à ce type de réseau. C'est dans ce cadre que se situent les travaux menés lors de cette thèse.

Dans ce premier chapitre, le contexte ayant motivé notre travail est décrit. Dans cette optique, y sont présentés les postes électriques sous enveloppe métallique et leur utilisation dans les réseaux de transport d'énergie électrique HTCC.

Dans un premier temps, une vue générale de l'ensemble du réseau électrique est abordée. Une attention particulière est portée au fonctionnement des postes électriques, avec une description plus détaillée de la technologie des PSEM.

Dans un deuxième temps, les aspects liés au passage de la technologie du courant alternatif vers le courant continu pour les réseaux de transport sont présentés. Cette transition est notamment induite par la tendance actuelle à développer le transport de l'énergie électrique sur des distances de plus en plus importantes, tout en augmentant les puissances véhiculées.

Dans la dernière partie du chapitre sont détaillés les principaux objectifs de ce travail, le cahier des charges défini et le contexte particulier de la thèse, qui porte sur le comportement de l'isolation solide des PSEM, lorsque celle-ci est soumise à des champs électriques continus.

1.1 Réseau de transport d'énergie électrique

Le réseau électrique est constitué d'un ensemble d'infrastructures permettant d'acheminer l'énergie électrique des centrales de production (centrales nucléaires, hydrauliques, éoliennes, photovoltaïques, ...) vers les postes de consommation. Ces infrastructures sont essentiellement composées d'équipements de puissance (les transformateurs, les postes électriques, les câbles) et d'équipements de surveillance et de commande (disjoncteurs, sectionneurs, ...) ^[DOULET2013].

Dans son principe de fonctionnement, un réseau électrique est organisé de façon générale en deux sous réseaux classés en fonction du niveau de tension : le réseau de transport (sous haute et très haute tension), et le réseau de distribution (sous moyenne et basse tension). Le réseau de transport permet d'acheminer le courant électrique sur de très longues distances avec les niveaux de tension compris entre 50 kV et 400 kV. Le réseau de distribution, qui est la partie du réseau électrique qui dessert le consommateur, présente des niveaux de tension pouvant atteindre 50 kV. Une représentation simplifiée du réseau électrique est donnée par la figure 1.1.

Le transport de l'énergie électrique n'est pas exempt de pertes ; celles-ci augmentent sensiblement avec la longueur des lignes. Les pertes Joule, qui constituent souvent la majorité de la puissance perdue lors du transport, augmentent avec le carré du courant véhiculé. Une augmentation de la tension, et donc une diminution du courant, permettent de réduire ces pertes, ce qui explique l'usage de la haute et très haute tension pour la transmission de l'énergie électrique sur des distances supérieures à 100 km. Le passage de la haute tension vers la moyenne et la basse tension, et vice versa, se fait au niveau des postes de transformation placés dans les nœuds du réseau.

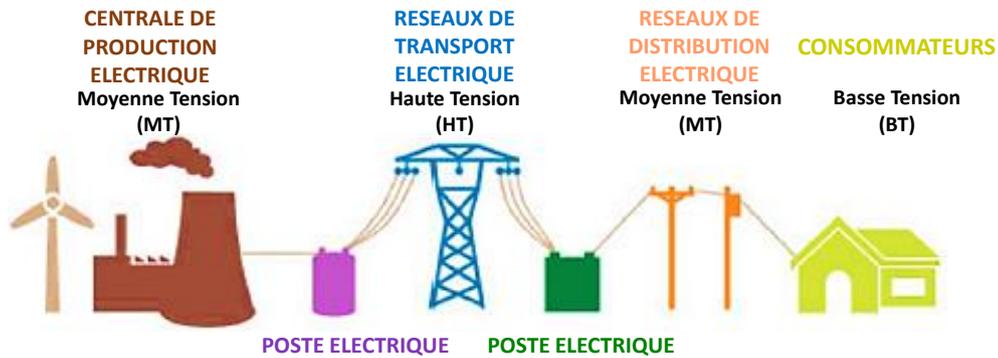


Figure 1.1 : Schéma de principe d'un réseau électrique [ZAVATTONI2014]

1.2 Les postes sous enveloppe métallique (PSEM)

Le poste électrique ou poste de transformation constitue un équipement indispensable dans un réseau électrique. Ces postes reçoivent l'énergie, la transforment et la répartissent à travers le réseau. Pour remplir leur fonction, un certain nombre d'équipements rentrent dans la composition de ces postes électriques. Il s'agit notamment :

- Des transformateurs, pour abaisser ou élever la tension électrique et permettre le passage d'un niveau de tension à un autre ;
- Des disjoncteurs, pour protéger le réseau contre d'éventuels défauts, et agir en mettant des portions du circuit sous tension ou hors tension ;
- Des sectionneurs, pour assurer de façon physique la coupure d'un circuit électrique et aiguiller le courant dans le poste ;
- Des parafoudres (ou parasurtenseurs), pour la protection de l'installation électrique contre les surtensions provoquées par la foudre ;
- Des jeux de barres (souvent en cuivre ou en aluminium), pour acheminer le courant dans le poste électrique.

Les postes électriques existent sous deux technologies classées en fonction du système d'isolation utilisé :

- Les postes aériens ou postes électriques isolés à l'air (AIS en anglais, pour *Air Insulated Substation*) utilisent l'air comme isolant gazeux. Cette technique est limitée par les distances élevées nécessaires à l'isolation entre les parties conductrices dans l'air, qui imposent une occupation au sol très importante (figure 1.2.a).



Figure 1.2 : Poste électrique aérien (a) et blindé (b) [ZAVATTONI2014]

- Les postes électriques sous enveloppe métallique (PSEM), parfois également nommés postes blindés (GIS en anglais pour *Gas Insulated Substation*), sont basés sur une technologie qui utilise pour les

parties sous tension des tubulures métalliques reliées à la terre et remplies d'un gaz isolant, dont la rigidité diélectrique est supérieure à celle de l'air. Ce gaz est généralement pressurisé afin d'accroître sa tenue diélectrique et de diminuer significativement les distances d'isolement entre les parties métalliques (figure 1.2.b).

Les PSEM offrent ainsi des solutions plus compactes en comparaison avec les postes ouverts. La surface au sol d'un poste isolé à l'air étant 3 à 4 fois supérieure à celle d'un poste à isolation gazeuse. Ils sont privilégiés pour des installations en zones urbaines, industrielles et même dans les bâtiments. Ces postes à encombrement réduit ont été développés pour la première fois en Angleterre dans les années 30 [TAILLEBOIS2001]. Une illustration de l'agencement dans un poste blindé est représentée dans la figure 1.3. La cohabitation du gaz isolant sous pression avec des parties isolantes solides permet d'isoler les parties sous tension de l'enveloppe métallique externe.

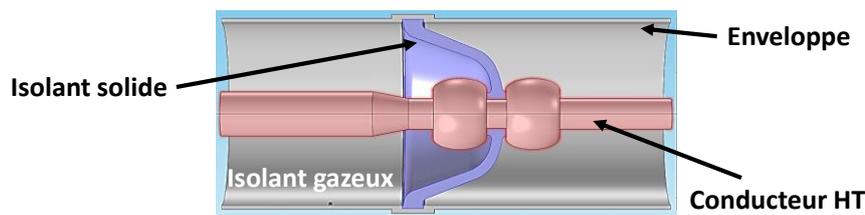


Figure 1.3 : Illustration d'une jonction entre deux compartiments d'un PSEM

1.2.1 Enveloppes

Les enveloppes sont en alliage d'aluminium. Leur configuration varie des formes classiques cylindriques dans les parties droites à des formes beaucoup plus complexes pour les changements de direction et les parties contenant les appareils électriques. Pour des raisons économiques, les enveloppes moulées en alliage d'aluminium sont de plus en plus utilisées car elles permettent d'obtenir, grâce à un moule unique, des variantes adaptées à des fonctions différentes. Ces enceintes métalliques doivent être étanches et dimensionnées pour supporter la pression de service du gaz isolant, mais aussi les éventuelles surpressions pouvant surgir en cas de défauts.

La mise à la terre des enveloppes de postes blindés permet de prévenir, lors du passage d'un courant de court-circuit dans l'enveloppe, tout risque de montée en potentiel des enveloppes, et enfin de les rendre sûres pour le personnel lors d'éventuelles manœuvres. Ainsi, toute portion d'enveloppe est reliée à la terre à ses deux extrémités [JOUCLAR1988].

1.2.2 Isolation gazeuse

Les premiers postes blindés ont été développés dans les années 1920 et utilisaient de l'huile comme fluide isolant [WG2009]. Dix ans plus tard apparaissaient des postes utilisant le fréon (gaz chloro-fluoro-carboné) comme gaz isolant : ce sont les premiers postes à isolation gazeuse [WG2009]. Aujourd'hui, l'hexafluorure de soufre (SF_6) est le gaz le plus répandu dans les postes sous enveloppe métallique.

Le SF_6 est un composé chimique découvert en 1900 par Moissan et Lebeau dans les laboratoires de la Faculté de Pharmacie de Paris [KOCH2003]. Ils ont observé qu'en faisant réagir le fluor avec le soufre, il se produisait une réaction fortement exothermique libérant un gaz [KOCH2003, ZAVATTONI2014] :



Les atomes de fluor occupant les six sommets de l'atome de soufre (figure 1.4), font que le SF₆ correspond à la valence maximale du soufre (c'est-à-dire le nombre maximal de liaisons qu'il peut former avec d'autres éléments chimiques). Cette structure moléculaire explique sa stabilité.

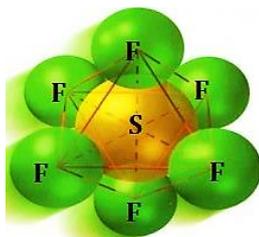


Figure 1.4 : Molécule de SF₆

Les premières recherches pour l'application industrielle de ce gaz ont été menées en 1937 par General Electric et c'est trente ans plus tard, en 1967, qu'EDF a mis en service le premier poste isolé au SF₆.

Le SF₆ est l'un des gaz les plus lourds connus. Il a une conductivité thermique (0,0136 W.m⁻¹.K⁻¹ à 25°C) inférieure à celle de l'air (0,026 W.m⁻¹.K⁻¹ à 25°C). Mais il présente un coefficient de transfert de chaleur (caractéristique du flux d'énergie traversant un milieu, par unité de surface, de volume ou de longueur) plus élevé que celui de l'air, se rapprochant de ceux des gaz comme l'hydrogène ou l'hélium. A température élevée, ce gaz possède des propriétés remarquables concernant l'extinction de l'arc par refroidissement thermique. Son caractère électronégatif (capacité à capturer les électrons libres) confère au SF₆ une rigidité diélectrique environ 2,5 fois supérieure à celle de l'air à pression équivalente. Le tableau 1.1 présente quelques propriétés électriques du SF₆.

Tableau 1.1 : Caractéristiques électriques principales du SF₆ [KOCH2003]

Propriété électrique	Valeur
Champ de claquage en fonction de la pression	89 V.m ⁻¹ .Pa ⁻¹
Constante diélectrique relative à 25°C, à 1 bar	1.00204
Facteur de pertes à 25°C, à 1 bar	< 2.10 ⁻⁷

A l'état pur, l'hexafluorure de soufre est non toxique, mais certains de ses produits de décomposition formés lorsqu'un arc électrique est engendré (à 15000 K) sont dangereux, à l'exemple de l'acide fluorhydrique (HF) [CHU1986].

Du fait que le SF₆ est un gaz à effet de serre à très haut potentiel de réchauffement global (PRG = 23900), des études sur d'autres gaz et même sur des mélanges entre le SF₆ et d'autres gaz sont aujourd'hui menées dans le but de remplacer le SF₆ dans les postes à isolation gazeuse [CHRISTOPHOROU, MALIK1983, JOUCLAR2001, MAZZANTI2016, OKUBO2011, ROKUNOHE2007]. On peut citer :

- **L'air à basse pression, les mélanges à base de gaz fluorés ou perfluorocarbures en abrégé PFC (CF₄, C₃F₈, c-C₄F₈, ...) [ROKUNOHE2007] et les mélanges à base de SF₆ (SF₆/air, SF₆/CO₂, SF₆/N₂) [MALIK1983].** Quelques gaz examinés sont représentés en fonction de leur PRG et de leur rigidité diélectrique dans la figure 1.5. De cette figure, il en ressort de manière générale que plus un gaz a un pouvoir isolant élevé, plus son potentiel de réchauffement global est élevé.

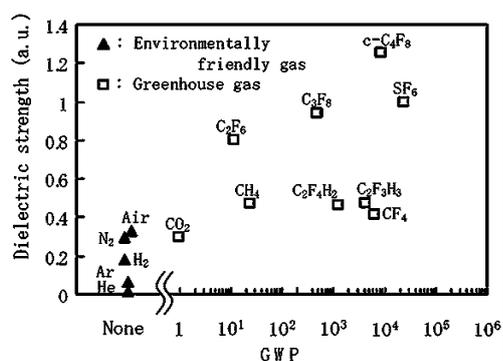
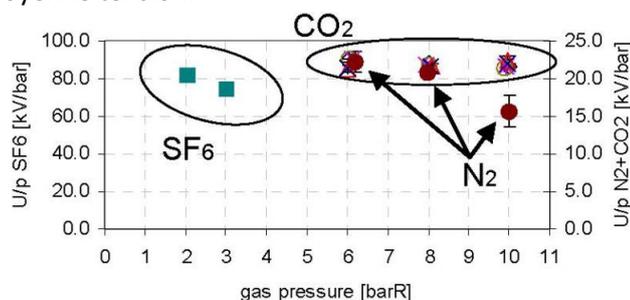
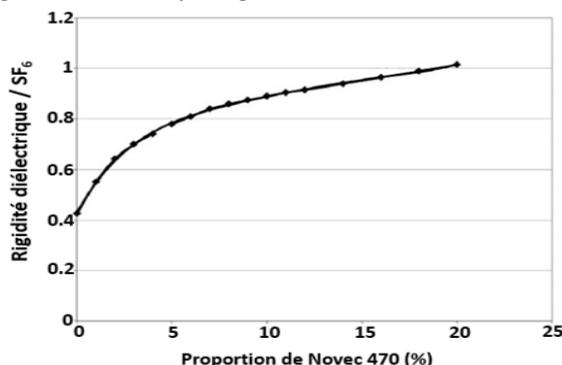


Figure 1.5 : Relation entre le PRG et la rigidité diélectrique de différents gaz isolants [ROKUNOHE2007]

- **Le diazote (N₂) et le dioxyde de carbone (CO₂)**, qui ont des PRG moins élevés que celui du SF₆. En revanche, pour atteindre des propriétés de claquage comparables à ce dernier, le N₂ et le CO₂ doivent être utilisés à des pressions beaucoup plus élevées, supérieures à 10 bars (figure 1.6), tel que l'ont observé Meijer et al. en étudiant le claquage en alternatif et au choc de foudre [MEIJER2006, OKUBO2011]. Ces pressions élevées pourraient avoir des conséquences sur le plan de la sécurité et de la conception des enveloppes métalliques. Pour ces raisons, le dioxyde de carbone conviendrait surtout à des postes sous moyenne tension.

Figure 1.6 : U/p - Rapport tension de claquage (au choc de foudre en polarité positive) sur pression pour le SF₆, le N₂ et le CO₂ [MEIJER2006]

- **Le g³ (Green Gas for Grid)** est un gaz développé par Alstom en vue du remplacement du SF₆ dans les postes HT. C'est un mélange à base de CO₂ (dans les proportions comprises entre 90%_{vol} et 96%_{vol}) et de 4%_{vol} à 10%_{vol} de 3M™ Novec™ 4710 (gaz isolant de formule chimique (CF₃)₂CFCN) [KIEFFEL2015], avec un PRG qui est 98% inférieur à celui du SF₆. En fonction de la température et de la proportion du CO₂, les performances diélectriques du g³ peuvent atteindre 85% à 100% des performances du SF₆. Par exemple, sous tension alternative, une proportion de 10% de Novec 4710 semble procurer au mélange gazeux une rigidité diélectrique égale à 90% de celle du SF₆ (figure 1.7).

Figure 1.7 : Rigidité diélectrique du g³ par rapport à celle du SF₆ en fonction du pourcentage intégré de Novec [KIEFFEL2015]

1.2.3 Isolation solide

Les isolants solides utilisés dans les postes blindés jouent un double rôle : en plus d'assurer l'isolation électrique entre phases et par rapport aux enveloppes, ils servent aussi de support mécanique aux conducteurs. Ils doivent être dimensionnés afin de garantir une durée d'emploi de l'équipement d'au moins 30 ans. Leur dimensionnement doit tenir compte de leurs conditions réelles de fonctionnement et environnementales : des contraintes électriques appliquées, des interactions avec l'isolant gazeux ^[BRAUN1987], des contraintes mécaniques, thermiques et hygrométriques. Les premiers isolants développés pour la haute tension étaient en céramique et en porcelaine ^[HOLTZHAUSEN], et c'est en 1959 que les résines époxydes ont fait leur première apparition ^[KUFFEL2000]. Ces résines sont généralement dopées avec des charges minérales, telles que la silice (SiO₂) ou l'alumine (Al₂O₃), afin d'accroître leurs propriétés électriques, mécaniques et thermiques. L'alumine, généralement utilisée, permet d'améliorer la tenue diélectrique du matériau lorsqu'apparaissent des produits de décomposition du gaz isolant (SF₆).

Les isolateurs existent sous deux formes principales ^[JOUCLAR1988, TAILLEBOIS2001] :

- Sous forme conique, pour augmenter la longueur de la ligne de fuite dans le gaz (à savoir, la distance le long du contour de la surface extérieure entre les parties sous tension et l'enveloppe reliée à la terre) ;
- Sous forme lenticulaire, pour réduire l'encombrement. Cette géométrie est surtout utilisée dans les câbles à isolation gazeuse.

Lorsqu'ils sont percés, ils servent de support aux barres de liaison et quand ils sont pleins, ils permettent de définir des compartiments étanches.

De nos jours, l'utilisation de la résine époxyde est développée, adaptée et maîtrisée pour les équipements sous haute tension alternative. Le défi d'aujourd'hui est notamment de déterminer les critères et les paramètres nécessaires à la conception et au dimensionnement de composants en résine pour des PSEM sous HTCC.

1.3 Du courant alternatif au courant continu

Les réseaux électriques alternatif et continu trouvent leurs origines au 19^{ème} siècle. Alors que Thomas Edison promeut le système de distribution en courant continu, Nikola Tesla étend le réseau de distribution à courant alternatif avec le développement d'alternateurs. Dans cette « guerre » opposant ces deux types de réseaux, le réseau alternatif a très vite pris les devants grâce aux avantages qu'il offre, tels que ^[JONCQUEL2005] :

- La simplicité de production avec les alternateurs qui sont plus simples à fabriquer et plus fiables que les génératrices à courant continu ;
- La facilité de coupure des courants par le passage naturel à zéro deux fois par période ;
- La possibilité d'utiliser des transformateurs qui offrent une facilité de changer de niveau de tension et ainsi de limiter les pertes par l'utilisation des courants plus faibles en haute tension.

Cela dit, il existe des situations dans lesquelles l'utilisation du courant continu devient plus avantageuse sur les plans économique, technique et environnemental. C'est notamment les cas des lignes aériennes sur de très longues distances (> 1500 km), des interconnexions entre deux réseaux asynchrones et des liaisons souterraines ou sous-marines de plus de 50 km ^[JONCQUEL2005]. Aujourd'hui, la connexion aux réseaux des nouvelles centrales de production (par exemple, les fermes éoliennes offshore), qui sont implantées de plus en plus loin des postes de consommation, favorise l'utilisation de la technologie de la HTCC pour le transport

de l'énergie par câbles enterrés ou immergés. En effet, 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 », aussi appelés « *Supergrids* ».

1.3.1 Considérations techniques de la HTCC

Une représentation simplifiée du principe de transport en HTCC est décrite dans la figure 1.8. Un premier convertisseur statique (redresseur), placé au départ du réseau HTCC, va transformer la tension alternative en tension continue. A l'autre bout de la ligne, un onduleur effectue la conversion inverse. Ces convertisseurs sont majoritairement réalisés avec des thyristors ^[JONCQUEL2005].

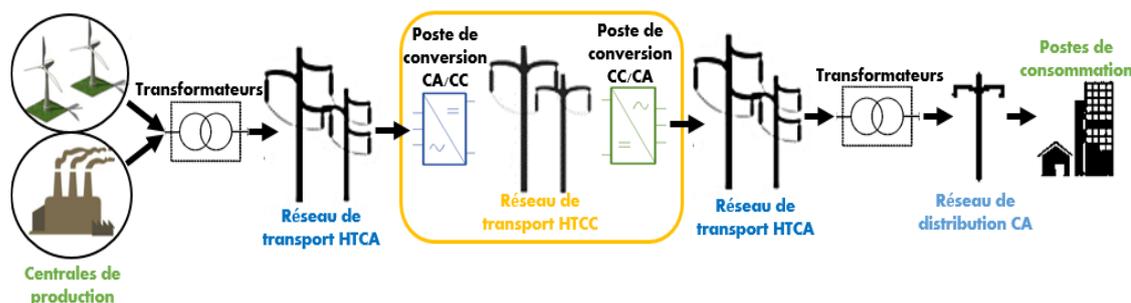


Figure 1.8 : Représentation simplifiée d'une ligne à CC raccordée à une ligne à CA

Les lignes HTCC peuvent exister sous trois principales configurations, en fonction du nombre de pôles et du nombre de stations ^[BENASLA2011] :

- La configuration monopolaire : c'est la configuration la plus simple. Elle utilise un seul conducteur, le retour de courant entre les deux stations étant assuré soit par la terre (ou l'eau dans le cas des liaisons sous-marines), soit par un conducteur métallique (figure 1.9).

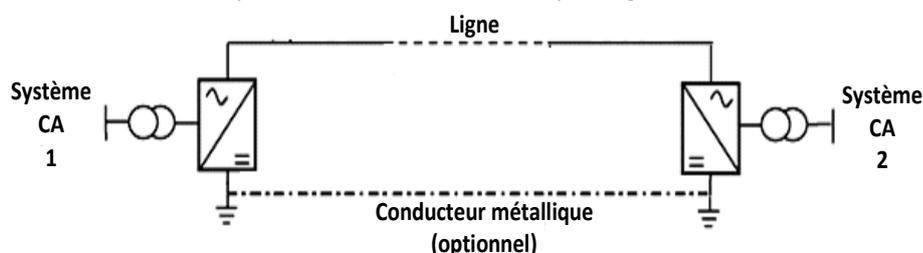


Figure 1.9 : Configuration monopolaire ^[BENASLA2011]

- La configuration bipolaire (figure 1.10), qui est la plus répandue dans les lignes CC. Elle est constituée de deux conducteurs, l'un porté au potentiel positif (« pôle positif ») et l'autre au potentiel négatif (« pôle négatif »). Les puissances transmissibles par un bipôle sont plus importantes qu'avec un monopôle. Si un des pôles est hors service, suite à l'apparition d'un défaut, l'autre pôle peut continuer à opérer en fournissant uniquement la moitié de la puissance habituelle, car chaque pôle ne transporte que la moitié de puissance.

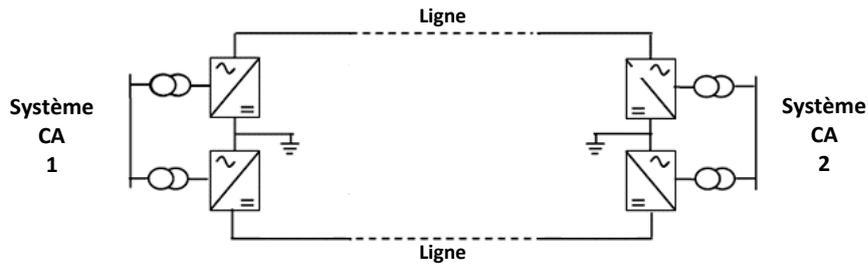


Figure 1.10 : Configuration bipolaire [BENASLA2011]

- La configuration multi-terminaux : elle sous-entend que la liaison comporte plus de deux stations (figure 1.11). Les terminaux peuvent être connectés en série, en parallèle ou en hybride (mixte des deux). Un réseau maillé permettrait de réduire le nombre de stations, et donc de réduire le coût et les pertes par rapport à des configurations point à point. En absence de disjoncteurs HTCC, toutes les stations se retrouveraient sans tension en cas de défaut ; ainsi, le développement de disjoncteurs CC permet de n'ouvrir que la ligne défectueuse, en maintenant toutes les autres lignes sous tension.

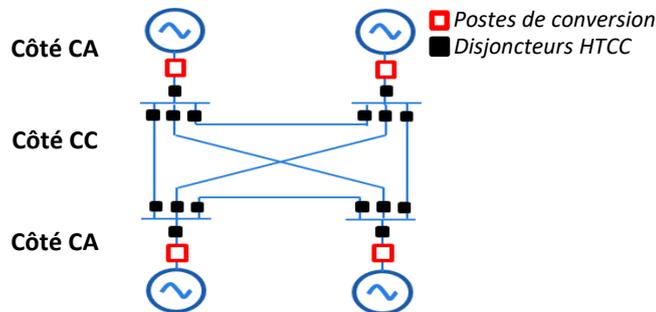


Figure 1.11 : Configuration multi-terminaux [Wikipedia2017]

Un avantage technique favorisant l'utilisation du courant continu au détriment du courant alternatif, pour le transport de l'électricité sur de longues distances, est la diminution des pertes. En effet, bien que les postes de conversion engendrent des pertes supplémentaires en HTCC, qui s'ajoutent aux pertes en ligne, elles sont compensées avec la distance (figure 1.12.a) car, en CC, la résistance des lignes est plus faible (absence d'effet de peau). L'effet corona aussi appelé « effet couronne », augmentant avec la fréquence, est également moins présent en courant continu (comparable au domaine des basses fréquences) qu'en courant alternatif, pour un diamètre de conducteur et une tension donnés.

Le choix d'une technologie face à l'autre pour le transport de l'électricité sur de longues distances fait intervenir aussi bien les considérations économiques que les considérations techniques et environnementales.

1.3.2 Considérations économiques et environnementales de la HTCC

Les lignes CC étant raccordées au réseau alternatif 50 Hz, elles nécessitent à leurs extrémités des équipements de conversion (convertisseurs alternatif-continu et continu-alternatif) qui demandent un investissement supplémentaire important par rapport aux lignes HTCA.

D'autre part, la technologie CC requiert souvent moins de conducteurs que la technologie CA : trois conducteurs pour les trois phases en alternatif (voir quatre avec un câble neutre ou cinq avec un câble de

mise à la terre) contre deux seulement pour une ligne à courant continu. Dès lors, la construction d'une ligne HTCC nécessite donc une moindre demande en cuivre et des pylônes de dimensions plus réduites (moins larges). Sur cet aspect-là, une ligne de transport HTCC coûterait moins cher qu'une ligne HTCA.

Il existe ainsi une distance seuil à partir de laquelle l'investissement sur les convertisseurs devient rentable face à la haute tension à courant alternatif [MEAH2007, KALAIR2016]. Cette distance seuil (« *break-even distance* ») est de l'ordre de 600 à 800 km pour les lignes aériennes et de 50 km pour les liaisons souterraines et sous-marines (figure 1.12.b).

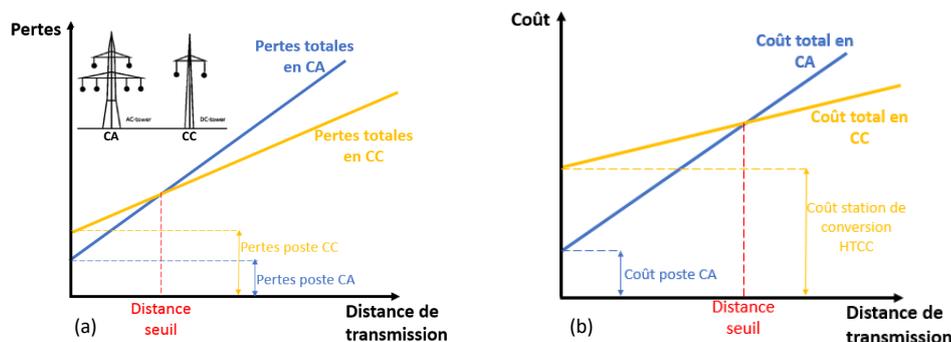


Figure 1.12 : (a) Comparaison des pertes entre les technologies CA et CC en fonction de la distance (b) Evolution du coût en fonction de la distance pour les technologies CA et CC

Comparée à la HTCA, la technologie HTCC est plus respectueuse de l'environnement, tout d'abord du fait qu'elle est liée au développement des sources d'énergie renouvelable. D'autre part, pour une même valeur de la puissance transmise, les pylônes en CC sont moins volumineux, nécessitant ainsi moins d'espace au sol (donc moins d'impact sur la flore) et un moindre impact sur le paysage visuel. En outre, la pollution par ozone des lignes de transport aériennes est minime, car les décharges par effet corona (qui entraînent la transformation du dioxygène (O_2) de l'air en ozone (O_3)) sont moins présentes en HTCC. Ainsi, les lignes HTCC produisent une concentration massique d'ozone d'environ 10 ppb (part per billion, « partie par milliard » \rightarrow 1 $\mu\text{g}/\text{kg}$), sachant que la concentration naturelle d'ozone dans l'air pur est ≥ 50 ppb et que les valeurs limites pour le risque chez les personnes est autour de 180-200 ppb [BEHAVESH2012, SCHMIDT1996].

1.4 Problématique de la conception des PSEM en HTCC et phénomènes associés

Aujourd'hui, la technologie des PSEM en CA est bien développée et son fonctionnement maîtrisé. A l'inverse, le comportement des isolants polymères sous fortes contraintes continues est aujourd'hui nettement moins maîtrisé. Ceci est dû, en particulier à des mécanismes de conduction différents. En effet, des charges électriques se développent sous fort champ continu en volume (charges d'espace) et en surface des isolateurs (accumulation de charges) et créent des modifications de la distribution du champ électrique. Certains constructeurs ont mis en service des installations conçues pour la technologie en courant alternatif, en les sur-dimensionnant pour une utilisation sous haute tension continue [MENDIK1999]. Volpov, dans son étude pour le dimensionnement d'un poste blindé adapté pour la HTCA et la HTCC [VOLPOV2004], est arrivé à la conclusion qu'un moyen intéressant de réduire les charges surfaciques est d'optimiser la géométrie des isolateurs en gardant les dimensions de base d'un PSEM en HTCA (figure 1.13). On observe une diminution du champ normal (E_n) dans la géométrie (b) par rapport à la géométrie (a).

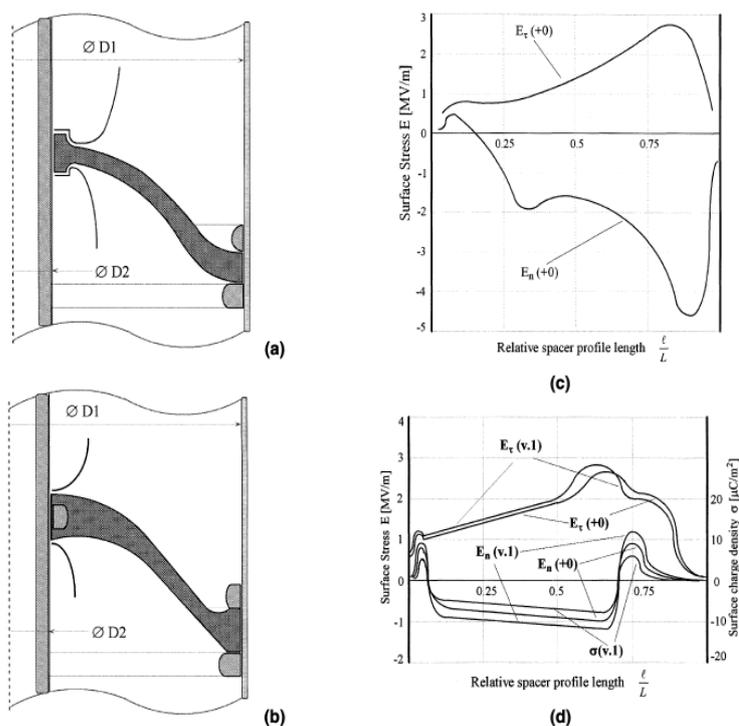


Figure 1.13 : Forme des cônes (a) utilisés pour le PSEM 1150 kV CA, (b) améliorés pour le PSEM 750 kV CC. Champ à la surface de l'isolateur calculé pour une excitation de 750 kV CC en utilisant : (c) la configuration (a) et (d) la configuration (b) [VOLPOV2004]

Un certain nombre d'études sur le comportement des isolateurs en HTCC a été publié à ce jour [VOLPOV2004, NITTA1991, MESSERER2002]. Ces travaux ont montré l'impact de la géométrie des isolateurs sur le phénomène d'accumulation des charges en surface, sur la distribution du champ et sur la tension de claquage.

1.4.1 Accumulation de charges en surface et en volume

L'accumulation de charges en surface des isolants solides est l'un des obstacles fondamentaux qu'il faut surmonter pour dimensionner les équipements en HTCC. Pour expliquer ce phénomène, les conceptions volumiques et surfaciques sont étudiées [NAKANISHI1983, FUJINAMI1989, NITTA1991], ainsi que le transport des charges dans le gaz et les décharges partielles. Ce phénomène d'accumulation des charges en surface a été étudié par Fujinami et al. [FUJINAMI1989], qui, en utilisant une sonde électrostatique, ont pu observer sur différents modèles d'isolateurs cylindriques en résine époxyde chargée d'alumine et de silice la répartition des charges après application d'une contrainte continue pour deux géométries d'électrodes, comme représentées en figure 1.14. Afin de prévenir ce phénomène d'accumulation de charges en surface qui constitue une des causes de la distorsion du champ, certaines études ont montré que revêtir de surface conductrice les isolateurs permettrait de réduire cette accumulation et donc d'améliorer la distribution du champ. D'après les observations faites par Messerer et al., un revêtement d'une résistivité comprise entre $10^{10} - 10^{15} \Omega$ permettrait d'améliorer d'environ 25% la distribution du champ en comparaison avec un isolateur non recouvert, sur des postes de 145 kV CC [MESSERER2000]. Par contre, Volpov [VOLPOV2004] a observé que le revêtement ne prévient pas l'accumulation de charge en surface mais augmente plutôt la mobilité des charges. De plus, l'aplanissement du champ surfacique conduit à une amplification du champ dans la zone de jonction triple (métal/gaz/époxy).

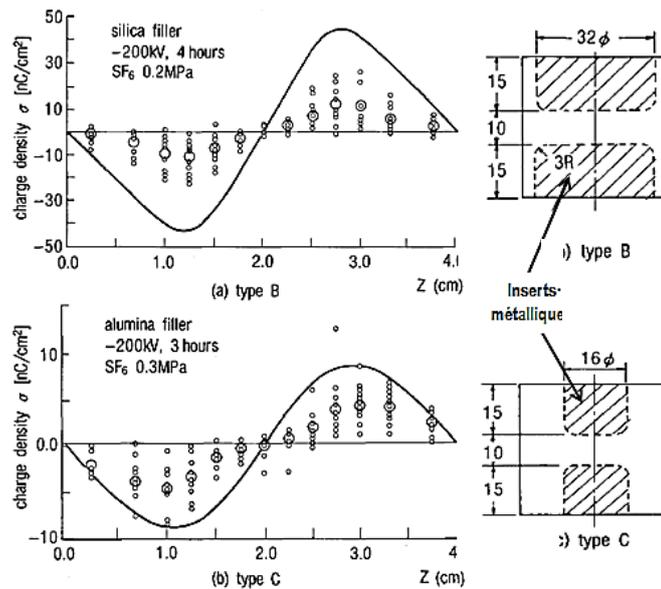


Figure 1.14 : Exemples de distribution de charges surfaciques mesurées sur des isolateurs cylindriques [FUJINAMI1989]

En plus de l'accumulation en surface des charges, les phénomènes d'injection et de piégeage des charges en volume sont non négligeables sous fort champ continu. Leur effet est à la fois la distorsion du champ volumique et l'affectation des phénomènes surfaciques. De nos jours, sous tension continue, seules des études sur des isolants à l'échelle de l'échantillon (souvent plans) ont été menées. Elles ont montré que, sous certaines contraintes électrothermiques, la charge peut être injectée et accumulée dans le volume de l'isolant solide et conduire à une distorsion localisée du champ [YAYAHOU12015]. Cette charge forme ce qu'on appelle communément la charge d'espace et est étudiée dans le cadre de cette thèse.

1.4.2 Calcul et distribution du champ

Les charges accumulées en surface ou encore celles injectées dans le volume de l'isolant peuvent modifier sensiblement la répartition du champ électrique interne et ainsi affecter ses propriétés diélectriques.

Messerer et al. [MESSERER2002], en tenant compte de la charge surfacique, ont effectué un calcul numérique du champ électrique à la surface de l'isolateur d'un PSEM sous HTCC. Ils considèrent dans leur simulation que la densité de charge surfacique atteint sa saturation suivant l'équation $\varepsilon_1 E_{1n} - \varepsilon_2 E_{2n} = \lambda_{sat}$, décrivant les conditions limites, où ε_1 est la constante diélectrique du gaz et ε_2 celle de l'isolateur. Le champ électrique dans l'isolant comprend deux composantes : une composante normale (renforcée par l'accumulation de la charge) et une composante tangentielle, responsable du claquage et de la relaxation des charges. L'accumulation de la charge en surface va réduire le champ E_{1n} du côté du gaz, pendant qu'elle augmentera le champ E_{2n} du côté de la surface de l'isolant. Ainsi, lorsque la composante normale du champ du côté du gaz est nulle, cela signifie que l'isolant est complètement chargé [SATO1987] et la ligne de champ va être modifiée (figure 1.15), mettant ainsi en évidence l'impact de la charge surfacique sur la direction des lignes de champ.

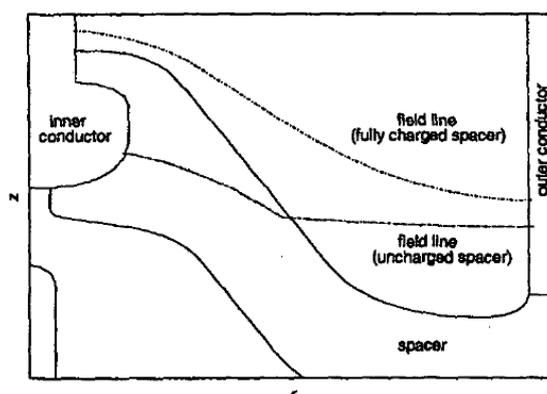


Figure 1.15 : Lignes de champ pour un cône chargé et non chargé [MESSERER2002]

Tout comme en surface, la charge d'espace présente dans le volume de l'isolant modifie aussi la répartition du champ en induisant localement des renforcements du champ électrique. Une illustration simplifiée a été faite par Laurent [LAURENT1999], en considérant un problème unidimensionnel selon la direction z pour un échantillon plan (figure 1.16). On constate qu'en présence d'homocharge (distribution de charges positives côté de l'anode et de charges négatives près de la cathode), le champ diminue aux interfaces et augmente dans le volume selon le principe de superposition (figure 1.16.c). A l'inverse, en cas d'hétérocharge (distributions de charges et électrodes adjacentes de signes contraires), on a une diminution du champ en volume et une augmentation du champ aux interfaces (figure 1.16.d).

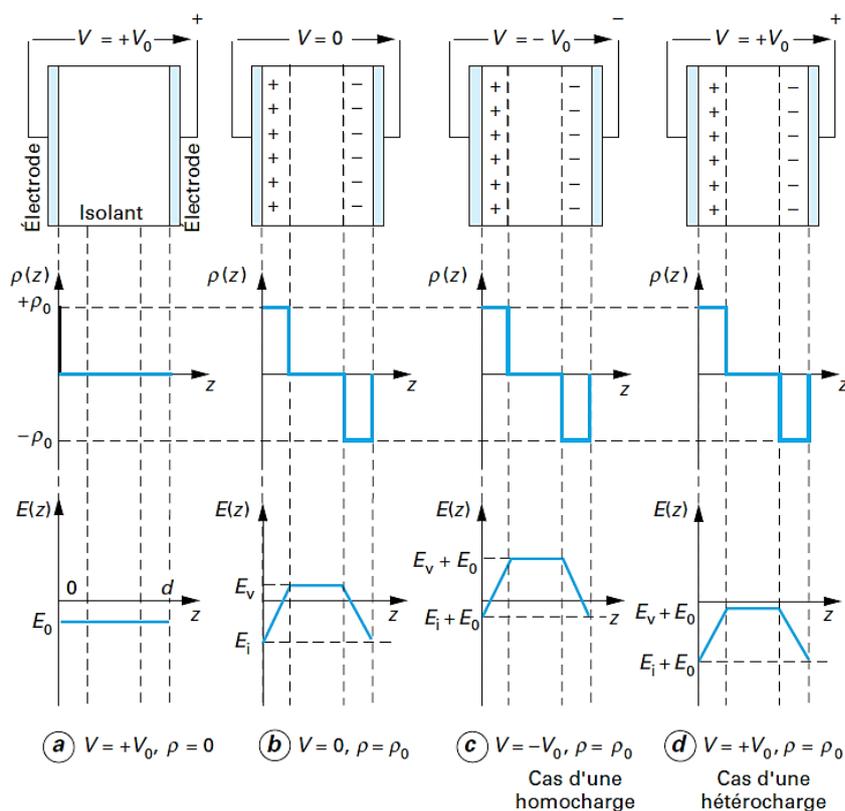


Figure 1.16 : Charge d'espace et champ électrique [LAURENT1999]

On conçoit ainsi que les charges internes et leur répartition spatiale peuvent perturber la distribution du champ et entraîner des sur-sollicitations localisées de l'isolant pouvant conduire à une diminution de sa durée de vie. En effet, la charge électrique accumulée en surface et en volume est un facteur lié à la tenue diélectrique et un marqueur potentiel de vieillissement [TOUREILLE1974].

1.5 Contexte de la thèse

Pour tous les avantages qu'elles offrent, et dont certains ont été présentés ci-avant, la tendance aujourd'hui est de développer des lignes HTCC pour le transport de l'énergie électrique sur de très longues distances. L'utilisation de la haute tension à courant continu faisant intervenir de nouveaux phénomènes jusque-là absents ou réduits en régime alternatif, il est nécessaire de connaître le comportement des équipements électriques lorsque ceux-ci sont soumis à de forts champs électriques continus. Tout cela dans le but de pouvoir les dimensionner et de leur assurer une durée de fonctionnement d'au moins 30 ans.

Quelques études ont mis en évidence des phénomènes d'injection et d'accumulation de charges dans la résine époxyde, vierge, chargée d'alumine ou bien de silice, lorsque cette dernière est soumise à des contraintes thermoélectriques [HE2015, YAHYAOUUI2015, GUILLERMIN2004]. Il a été ainsi montré, en géométrie plane, qu'à partir de valeurs de champ de l'ordre de 3 kV/mm, les électrons sont injectés à partir de la cathode (en aluminium) [HE2015]. Cette charge d'espace pouvant induire des fortes distorsions du champ électrique dans les isolateurs, notre travail de recherche se focalise essentiellement sur la caractérisation de l'injection et l'évolution de cette charge d'espace en fonction de différentes conditions environnementales, dans le cas de résines époxydes chargées en alumine, tels que le sont les isolateurs des PSEM HTCC.

Dans le cadre de ce travail de thèse, nous nous intéressons aux postes blindés pour la HTCC, dont le champ nominal atteint des valeurs comprises entre 4 et 6 kV/mm, et avec un champ électrique critique pouvant atteindre 10 kV/mm dans la matière isolante selon le type de contrainte appliquée (Lightning Impulse/Switching Impulse). Ces équipements fonctionnent à des températures pouvant atteindre 105°C au niveau du conducteur et 80°C au niveau de l'enveloppe. Tout cet environnement critique constitue ainsi la première problématique de la thèse.

L'autre critère limitant est lié au système d'isolation lui-même, à savoir sa géométrie et le matériau utilisé (composite à base de résine époxyde et d'alumine). Les isolateurs installés dans les postes électriques sont de forme conique et, lorsqu'un courant circule au niveau de l'âme conductrice, celle-ci s'échauffe, créant ainsi un gradient de température dans la matière isolante. Si en régime alternatif, la répartition capacitive du champ est peu sensible à ces gradients de température, il n'en est pas de même en régime continu, où la distribution du champ est résistive et fortement dépendante de la conductivité électrique de l'isolant, qui varie considérablement en fonction de la température et du champ. En outre, plusieurs travaux ont observé les effets de l'humidité sur les propriétés diélectriques du composite et sur l'apparition des phénomènes liés à la charge d'espace dans les résines époxydes [YAHYAOUUI2015, ZAVATTONI2014, DODD2010, KURNIANTO2007].

L'objectif de cette thèse est ainsi de développer une technique de caractérisation adaptée à la géométrie d'isolateurs de PSEM, afin d'y mesurer et observer les répartitions du champ électrique interne et de la charge d'espace. Afin d'atteindre ce but, un cahier des charges a été défini, dont les contraintes essentielles sont les suivantes :

- La technique à développer doit être non destructive (pas de modification de l'état électrique pendant la mesure) et doit être à résolution spatiale, afin de pouvoir suivre dans le temps et dans l'espace l'évolution de la charge d'espace et du champ électrique interne.
- La méthode doit être utilisable sur un matériau composite (en l'occurrence, de la résine époxyde chargée d'alumine) et sur des isolateurs de forme cylindrique (forme ici simplifiée pour l'étude).
- Elle doit être adaptée à des échantillons épais (plusieurs mm), pour être plus représentatifs des isolateurs réels.

- La méthode doit avoir une grande sensibilité, de l'ordre du dixième de kV/mm (pour le champ électrique interne) et du milli Coulomb par mètre cube (pour la densité de charge d'espace).
- Si possible, l'expérimentation (la mise sous contrainte électrique et thermique du matériau) doit être réalisée en présence de gaz isolant (SF₆) pour reproduire au mieux les conditions de fonctionnement réelles des isolateurs.

La démarche entreprise pour répondre à ce cahier des charges sera développée dans la suite de ce rapport, avec une présentation détaillée sur la mise en place du banc de test pour la mesure de la charge d'espace, suivie de l'étude sur l'accumulation de la charge d'espace en fonction de divers paramètres.

1.6 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les enjeux et les considérations qui ont été à la base de notre travail d'étude. Une description du poste électrique, élément essentiel du réseau électrique, a été établie, avec une précision particulière portée sur la technologie et le fonctionnement des postes électriques sous enveloppe métallique (PSEM). Ont également été présentés les avantages économiques, écologiques et techniques qui font de la haute tension à courant continu (HTCC) une technologie de choix face à la haute tension à courant alternatif (HTCA), pour le transport de l'électricité sur de longues distances.

Contrairement à la HTCA qui est une technologie mature, de nombreux travaux sont menés aujourd'hui dans le but de pouvoir étudier et comprendre le comportement des équipements électriques sous fort champ électrique continu. C'est dans cette démarche scientifique que s'inscrit ce travail portant sur les phénomènes de charges d'espace dans les isolateurs de PSEM pour la HTCC, qui constituent un paramètre essentiel à évaluer et à prendre en compte lors de la conception d'équipements HTCC.

Après avoir introduit la technologie de la HTCC et notre problématique, nous nous intéressons dans le chapitre suivant aux comportements des isolants solides lorsque ceux-ci sont soumis à des contraintes électriques continues.

CHAPITRE 2

Isolants solides sous champ continu et charges d'espace

2.1	Mécanismes de polarisation des diélectriques	22
2.1.1	Polarisation de déformation	23
2.1.2	Polarisation d'orientation	24
2.1.3	Polarisation interfaciale	25
2.1.4	Polarisation par charge d'espace	25
2.2	Réponse en fréquence d'un diélectrique : permittivité et pertes diélectriques	25
2.3	Charge électrique dans un isolant	27
2.3.1	Bandes d'énergie et niveaux de pièges	27
2.3.2	Définition de la charge d'espace	28
2.4	Transport des charges dans les isolants	29
2.4.1	Mécanismes d'injection de charges	29
2.4.2	Mécanismes de transport de charges	31
2.5	Mesure de la charge d'espace	33
2.5.1	Techniques sans résolution spatiale	34
2.5.2	Techniques à résolution spatiale	34
2.6	Quelques répartitions de charges d'espace dans les résines époxydes	38
2.6.1	Effet de l'amplitude du champ électrique	38
2.6.2	Effet de la durée d'application du champ électrique	39
2.6.3	Effet de la température et de la teneur en humidité	41
2.6.4	Effet du contact électrode/isolant	42
2.7	Conclusion	43

Dans ce deuxième chapitre, nous allons nous intéresser aux matériaux diélectriques solides, et notamment à leur comportement lorsque ceux-ci sont soumis à des contraintes électrothermiques, en particulier sous champs continus. L'intérêt de cette partie du mémoire est de poser les acquis qui nous serviront de base pour l'interprétation des différents résultats expérimentaux obtenus dans ce travail de thèse.

Dans un premier temps, les mécanismes de polarisation des diélectriques et quelques propriétés (essentiellement les pertes diélectriques et la permittivité) liées à la structure du matériau sont développés. Par la suite, la notion de charge d'espace, surtout présente sous fortes contraintes continues, est définie ainsi que les différents phénomènes d'injection et de transport liés à cette charge. Les différentes méthodes de détection de la charge d'espace sont aussi inventoriées. Dans la dernière partie de ce chapitre, nous faisons un état de l'art de quelques résultats disponibles dans la bibliographie sur la distribution de la charge d'espace et les mécanismes de conduction dans les résines époxydes contenant différentes charges minérales.

2.1 Mécanismes de polarisation des diélectriques

Les diélectriques sont des matériaux dont la propriété fondamentale est d'être polarisable par un champ électrique. Ce phénomène de polarisation dénote l'apparition ou l'orientation de dipôles électriques dans la direction du champ électrique externe. Il peut s'agir de dipôles formés par séparation localisée de charges positives et négatives ou, si les molécules présentent déjà un caractère dipolaire, elles peuvent s'orienter dans la direction du champ électrique.

La densité volumique de dipôles électriques, désignant l'état de polarisation du matériau, est quantifiée par le vecteur polarisation \vec{P} :

$$\vec{P} = \frac{d\vec{p}}{dv} \quad (2.1)$$

où $\vec{p} = q\vec{\Delta l}$ représente le moment dipolaire caractéristique d'un dipôle électrostatique, avec $\vec{\Delta l}$ le vecteur joignant les charges (+q) et (-q).

D'un point de vue macroscopique, la polarisation volumique \vec{P} est proportionnelle au champ électrique \vec{E} :

$$\vec{P} = (\varepsilon - \varepsilon_0)\vec{E} = \varepsilon_0 \chi \vec{E} \quad (2.2)$$

où $\varepsilon = \varepsilon_0 \varepsilon_r$ est la permittivité diélectrique du matériau, avec ε_r et ε_0 respectivement les permittivités relative du matériau et du vide et $\chi = \varepsilon_r - 1$ est la susceptibilité diélectrique du matériau.

En réalité, à l'intérieur d'un diélectrique soumis à un champ appliqué \vec{E} , règne à chaque point un champ local \vec{E}_l qui résulte à la fois de la contribution du champ appliqué et de la présence des dipôles dans le matériau. Ce champ local induit un moment dipolaire $\vec{p}_l = \alpha_p \vec{E}_l$ au niveau de chaque molécule, où α_p est appelé facteur de polarisation (ou polarisabilité) de la molécule. Ainsi, sur le plan microscopique, la polarisation est liée au champ électrique local dans le matériau par la relation :

$$\vec{P} = N \alpha_p \vec{E}_l \quad (2.3)$$

avec N le nombre de molécules par unité de volume.

Selon leur structure moléculaire, les matériaux diélectriques peuvent être classés en deux catégories :

- **Les diélectriques non polaires ou apolaires**, dont les barycentres des charges positives et négatives des molécules sont confondus en l'absence de champ électrique externe. Le moment dipolaire d'une telle molécule est donc nul (ex. le polyéthylène). En revanche, le déplacement des centres de gravité des charges positives et négatives de ce type de molécules dans des sens opposés, sous l'effet d'un champ externe, conduit à l'apparition de dipôles orientés dans le même sens, et donc à la polarisation du matériau. On parle alors de polarisation de déformation.
- **Les diélectriques polaires** possèdent des dipôles même en absence de champ appliqué, c'est-à-dire que leurs molécules ont en permanence un moment dipolaire ; autrement dit, elles ne possèdent pas de centre de symétrie. Comme exemples de tels matériaux, on peut citer le polyamide et le polychlorure de vinyle. En l'absence de champ externe, ces dipôles sont orientés de façon aléatoire, avec une polarisation macroscopique nulle. Sous l'action d'un champ électrique, ils s'orientent majoritairement dans la direction du champ, ce qui résulte en une polarisation non nulle. On parle alors de polarisation d'orientation.

Ces matériaux polaires et apolaires, sous l'action d'un champ externe, vont se polariser par des mécanismes différents et à des gammes de fréquences différentes. Chacun de ces mécanismes de polarisation est caractérisé par une polarisabilité.

2.1.1 Polarisation de déformation

2.1.1.1 Polarisation électronique

La polarisation électronique résulte d'un léger déplacement du nuage électronique des atomes par rapport au noyau (figure 2.1.a), sous l'action d'un champ électrique externe. Le temps de déplacement du nuage est très court, de l'ordre de 10^{-15} s. Dans ce cas, la relation (2.3) devient :

$$\vec{P}_e = N\alpha_{p_e} \vec{E}_l \quad (2.4)$$

où α_{p_e} désigne la polarisabilité électronique, dépendant du rayon r de l'atome ($\alpha_{p_e} = 4\pi\epsilon_0 r^3$). Cette polarisation quasi-instantanée apparaît dans tous les matériaux.

2.1.1.2 Polarisation ionique

Le déplacement relatif des ions (positifs et négatifs) sous l'action d'un champ est responsable de la polarisation ionique (figure 2.1.b). Ces déplacements d'ions se produisent dans un temps de l'ordre de 10^{-13} à 10^{-12} s. La relation (2.3) devient ici :

$$\vec{P}_i = N\alpha_{p_i} \vec{E}_l \quad (2.5)$$

où α_{p_i} représente la polarisabilité ionique. Ce phénomène est bien entendu caractéristique de substances contenant des molécules ioniques.

2.1.1.3 Polarisation atomique

Elle se manifeste lorsque, sous l'application d'un champ extérieur, il se crée un moment dipolaire entre deux atomes de polarité différente liés par une liaison covalente (figure 2.1.c) : on observe une modification de la distance entre les atomes. La polarisation atomique a une constante de temps du même ordre que la polarisation ionique.

2.1.2 Polarisation d'orientation

La polarisation d'orientation, encore appelée polarisation dipolaire ou de Debye, est un mécanisme propre aux diélectriques polaires. Tel que nous l'avons déjà précisé, elle consiste en l'orientation des dipôles permanents du matériau dans une direction privilégiée sous l'action d'un champ électrique externe (figure 2.1.d). Les dipôles ainsi orientés peuvent le rester longtemps après la suppression du champ électrique.

A l'image des autres types de polarisation, celle due à l'orientation dipolaire peut s'exprimer, pour le cas d'un diélectrique homogène, par la relation :

$$\vec{P}_d = N\alpha_{pd}\vec{E}_l \quad (2.6)$$

avec le facteur de polarisation $\alpha_{pd} = \frac{p^2}{3kT}$, où p est le moment dipolaire de la molécule, k est la constante de Boltzmann et T la température absolue (modèle de Langevin et Debye).

La polarisation d'orientation dépend ainsi de la température et se produit dans les matériaux gazeux, liquides et les corps amorphes ou semi-cristallins.

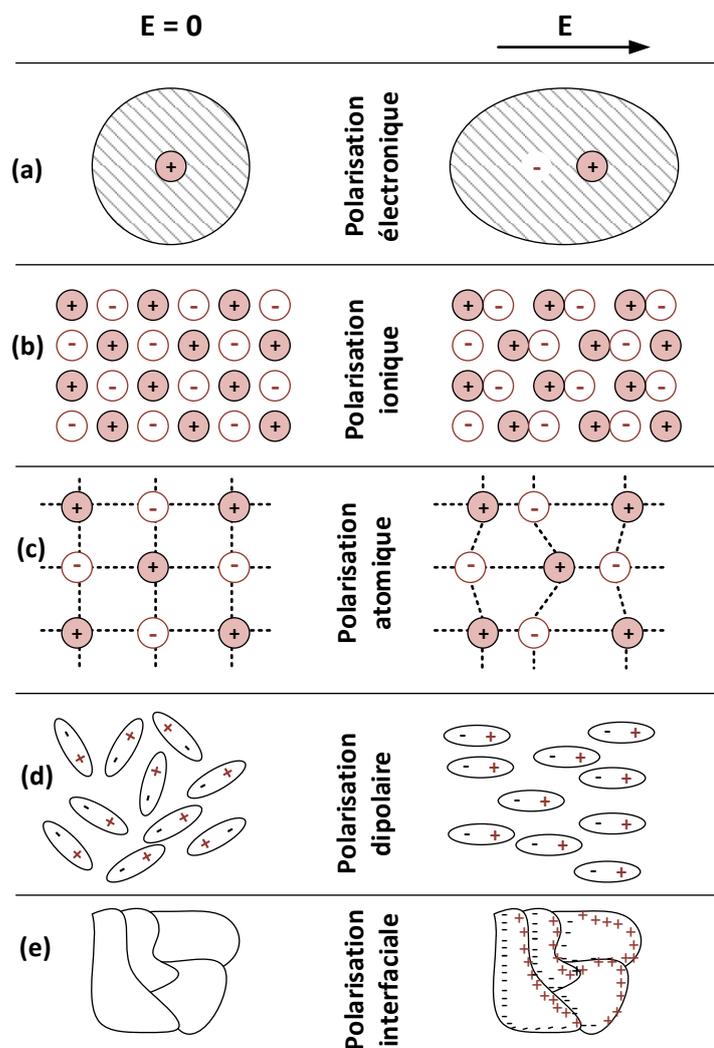


Figure 2.1 : Représentation schématique des mécanismes de polarisation [GALLAY]

2.1.3 Polarisation interfaciale

Elle apparaît dans les milieux diélectriques hétérogènes, tels que les matériaux composites, qui possèdent des zones de permittivités différentes. Sous l'action d'un champ électrique, les charges électriques vont s'accumuler aux interfaces séparant ces zones (figure 2.1.e). Ce phénomène nécessite en général des temps assez longs, dus aux faibles mobilités des charges dans les milieux isolants, et correspond donc à des fréquences basses (10^{-3} à 10^2 Hz).

2.1.4 Polarisation par charge d'espace

Elle intervient dans la même gamme de fréquence que la polarisation interfaciale. Ce mécanisme fait intervenir les charges libres. Considérons un isolant plan d'épaisseur d contenant en absence de champ appliqué, des charges libres uniformément distribuées, de telle sorte que l'échantillon soit en tout point neutre. Soumis à un champ continu appliqué et en absence d'injection, les porteurs libres vont migrer vers l'électrode de signe opposé constituant ainsi une hétérocharge. La neutralité globale du diélectrique reste conservée mais avec une polarisation moyenne définie par la relation suivante ^[Ross1953, Coelho1983] :

$$P_{CE} = \frac{1}{d} \int_0^d x \rho_c(x) dx \quad (2.7)$$

où $\rho_c(x)$ représente la densité volumique de charges dans l'échantillon à l'équilibre et à la profondeur x .

2.2 Réponse en fréquence d'un diélectrique : permittivité et pertes diélectriques

La permittivité et le facteur de pertes sont les grandeurs caractéristiques des diélectriques. Leur mesure fournit des informations pertinentes sur le matériau, se rapportant à son utilisation dans différentes gammes de fréquence, ainsi qu'à son comportement en présence d'eau et au suivi du matériau avant et après sa transition vitreuse.

Comme nous avons pu le voir précédemment (§ 2.1), la polarisation est due à des mécanismes de déformation de la répartition des charges électriques sous l'influence d'un champ électrique externe. Ces mécanismes de polarisation sont soumis à des phénomènes de relaxation et de résonance en fonction de la fréquence. Cette réponse en fréquence reliant la polarisation et le champ électrique, s'exprime par ^[MAGLIONE2010, BUREAU2016] :

$$P(\omega) = \varepsilon^*(\omega)E(\omega) \quad (2.8)$$

avec $\varepsilon^*(\omega)$ la permittivité diélectrique complexe donnée par $\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - j\varepsilon''(\omega)$, où ε' représente la permittivité relative et ε'' l'indice de pertes à une fréquence et à une température données. Le rapport $\varepsilon''/\varepsilon' = \tan\delta$ désigne le facteur de pertes, avec δ l'angle de pertes diélectriques. En effet, dans un diélectrique parfait, sous champ électrique alternatif appliqué, la tension et le courant sont déphasés d'un quart de cycle sans dissipation d'énergie, alors que dans un diélectrique réel (non parfait), la polarisation ne suit pas le champ de façon instantanée, créant ainsi un déphasage δ entre le champ électrique et la polarisation : c'est la relaxation. Cette relaxation diélectrique induit une perte d'énergie. Alors que le condensateur parfait sera représenté par une capacité, le schéma équivalent d'un condensateur réel pourra être représenté par une résistance en parallèle avec une capacité. Le diagramme de Fresnel d'un tel condensateur est donné dans la figure 2.2.

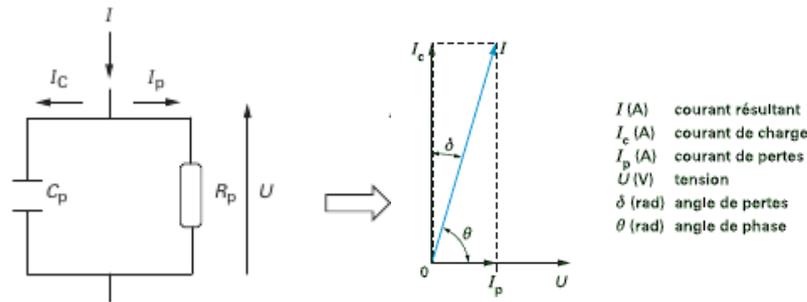


Figure 2.2 : Schéma électrique d'un condensateur contenant un diélectrique imparfait

On observe bien le retard de phase δ entre la tension U et le courant I ; ainsi, le courant mesuré n'est plus en quadrature de phase avec la tension. Le déphasage θ entre le courant et la tension devient alors inférieur à $\pi/2$: $\theta = \pi/2 - \delta$.

La figure 2.3 résume schématiquement les différents mécanismes de relaxation et de résonance (polarisation), responsables des variations de ε' et ε'' :

- Les phénomènes de résonance interviennent dans les domaines de fréquences supérieures à 10^{12} Hz et résultent du déplacement des charges dans l'isolant (ions et électrons) ;
- Les phénomènes de relaxation sont, quant à eux, généralement dus à l'oscillation de dipôles et surviennent dans les fréquences inférieures à 10^{10} Hz. Aux basses et très basses fréquences, il se produit des phénomènes de relaxation liés aux charges d'espace.

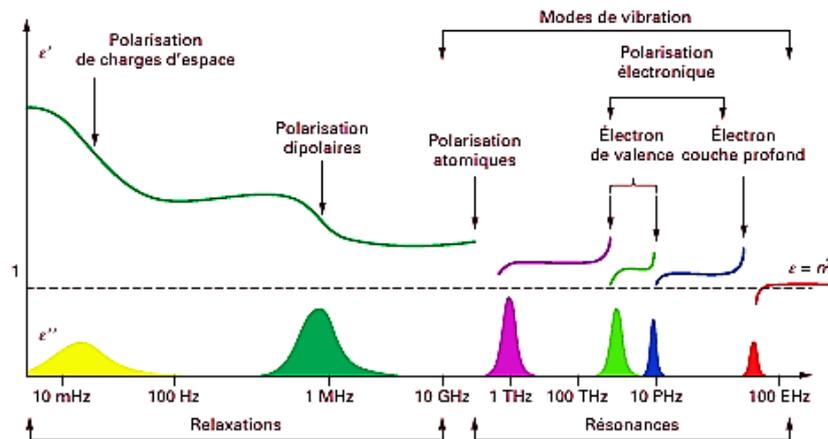


Figure 2.3 : Spectre diélectrique d'un isolant [KAHOULI2016]

On observe qu'à chaque fois qu'un mécanisme de relaxation entre en jeu, il est accompagné d'un pic de pertes et d'une variation de la permittivité relative, qui augmente avec la diminution de la fréquence.

On rappelle que la permittivité relative, aussi appelée constante diélectrique, correspondant à la partie réelle de la permittivité diélectrique complexe, est liée à la capacité d'un matériau à conserver les charges sous champ électrique appliqué et est traduite par la polarisation du matériau. Le facteur de pertes diélectriques, défini par la partie imaginaire de la permittivité diélectrique complexe, est relié à l'énergie dissipée dans le matériau lors de l'orientation de dipôles et lors du transport de charges non liées sous l'effet du champ externe.

2.3 Charge électrique dans un isolant

2.3.1 Bandes d'énergie et niveaux de pièges

Les natures conductrice, semi-conductrice ou isolante d'un matériau peuvent être définies à l'aide de la théorie des bandes d'énergie, qui postule que l'énergie des électrons dans un atome est quantifiée. En effet, il s'agit de 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 la conduction : 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 complètement 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). Ainsi :

- Dans le cas des conducteurs, le niveau de Fermi se situe dans la bande de conduction. 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, de l'ordre de 8 à 10 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.

Dans un isolant parfait, le courant de conduction est nul car comme nous l'avons expliqué précédemment, quasiment aucun électron ne peut passer de la bande de valence à la bande de conduction ; le diagramme d'énergie d'un tel matériau est donné dans la figure 2.4.a. Cependant, dans la réalité, les matériaux ne se comportent jamais comme des isolants parfaits à cause des états localisés (sites de piégeage) dans la bande interdite, dus à la présence d'impuretés et au désordre structural, qui, en fonction de leur énergie, se trouvent près de la bande de conduction ou de valence. Le diagramme d'énergie d'un isolant réel sera donc proche de la représentation donnée dans la figure 2.4.b.

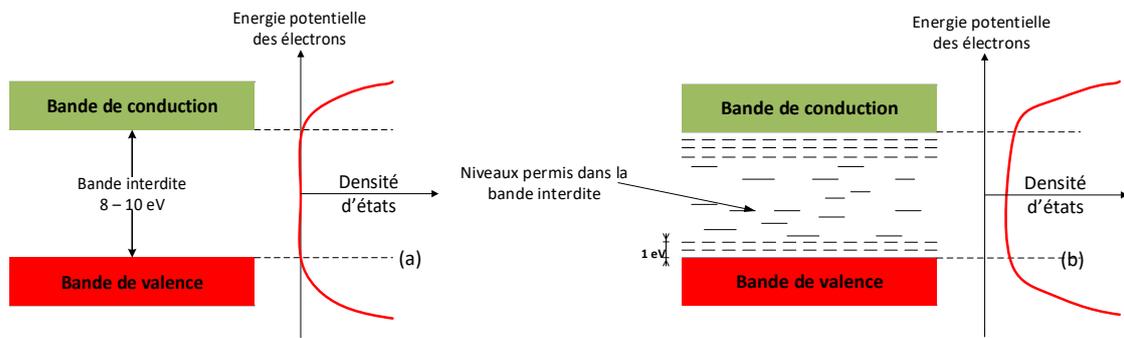


Figure 2.4 : Diagramme d'énergie d'un (a) isolant parfait, (b) isolant imparfait (isolant réel) [LAURENT1999]

Il existe deux grands groupes d'états électroniques localisés [LAURENT1999] :

- Les sites peu profonds : ils existent en forte densité et sont situés aux voisinages des bandes de conduction et de valence. Suffisamment proches les uns des autres, ils facilitent le passage des porteurs d'un site à un autre avec une faible énergie d'activation (quelques dixièmes d'eV) : on parle d'états localisés de conduction. Ces états sont principalement dus au désordre structural.
- Les sites profonds : en plus faible densité, ils sont localisés plus profondément dans la bande interdite. Ces états sont principalement liés à la présence d'impuretés ou des défauts importants dans le matériau (ex. liaisons cassées).

Ces niveaux d'énergie localisés favorisent les mécanismes de conduction par lesquels les charges se déplacent dans l'isolant sous l'action d'une contrainte électrique.

2.3.2 Définition de la charge d'espace

Lorsqu'un isolant est soumis à de fortes contraintes (champ électrique, température, irradiation, efforts mécaniques), il peut apparaître dans certaines régions du matériau un excès de charges électriques qu'on appelle charge d'espace. Ainsi, dans un diélectrique, toute zone comportant une charge électrique non compensée localement s'apparente à une charge d'espace [MATALLANA2001]. La notion de charge d'espace intègre ainsi l'ensemble des charges réelles, positives ou négatives, contenues dans un isolant (en volume et en surface) [LAURENT1999].

En fonction de leur origine, les charges d'espace peuvent être groupées en deux principales catégories :

- Lorsqu'elles sont initialement contenues ou générées à l'intérieur du matériau, on parle de charges intrinsèques.
- Les charges extrinsèques sont celles qui proviennent de l'extérieur, généralement par injection dans l'isolant au travers des électrodes. Elles peuvent aussi résulter du contact entre le diélectrique et un faisceau de particules chargées.

La génération de la charge d'espace se fait par différents mécanismes à partir de l'interface ou de façon interne :

- La génération dans le volume du diélectrique peut se faire, soit par électro-dissociation [COELHO1993] d'espèces neutres (figure 2.5.b), soit par ionisation [COELHO1993] des constituants du solide par interaction avec des rayonnements ionisants ou des particules énergétiques, soit par migration des porteurs ioniques (figure 2.5.c).
- La génération aux interfaces, par injection d'électrons à la cathode et de trous à l'anode (figure 2.5.d).

- Il est à noter qu'une polarisation non homogène produit, en termes de répartition du champ, un effet similaire à une accumulation de charges « libres » piégées : on parle alors de gradient de polarisation (figure 2.5.a).

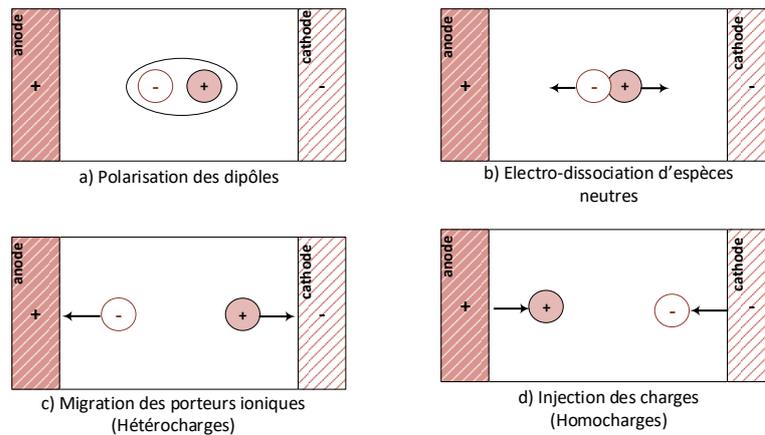


Figure 2.5 : Mécanismes de génération de la charge d'espace dans un isolant entre électrodes

Il a été observé que l'accumulation de la charge d'espace en volume et en surface baisse les performances de l'isolation, car le champ résiduel dû à la charge d'espace peut augmenter localement la contrainte électrique. Pour toutes ces raisons, depuis 30 ans, de nombreuses études sur la charge d'espace ont été effectuées. Dans les pages suivantes, nous allons traiter les différents phénomènes de transport liés à la charge d'espace et résumer les différentes méthodes développées pour détecter cette charge.

2.4 Transport des charges dans les isolants

2.4.1 Mécanismes d'injection de charges

Les phénomènes d'interface ou d'injection sont des mécanismes par lesquels les électrons du métal (électrode) peuvent franchir la barrière métal/isolant et se retrouver dans l'isolant. Ces mécanismes d'injection dépendent non seulement du champ appliqué, mais aussi du contact électrode/isolant (des natures de l'isolant et de l'électrode). En effet, lorsque deux matériaux ayant des niveaux de Fermi (E_F) différents sont mis en contact, il y a transfert de charges d'un matériau à l'autre afin d'aligner les niveaux de Fermi correspondant à un équilibre thermodynamique des électrons dans le système (figure 2.6.b). Ce flux de charges met en place des zones de charges d'espace positives d'un côté du contact et négatives de l'autre. Cette double couche crée un champ et un potentiel électrique entre le métal et le diélectrique, appelé potentiel de contact V_c .

Ce potentiel de contact joue un rôle important dans l'injection de charges : en effet, pour qu'un électron situé au-dessus de la bande de conduction d'un isolant passe dans le métal, il doit avoir une énergie au moins égale à la barrière de potentiel qV_c . Dans la même logique, pour qu'un électron situé au niveau de Fermi d'un métal puisse passer dans l'isolant, il faut qu'il ait une énergie supérieure ou égale à la hauteur de la barrière de potentiel qui vaut dans ce cas $\phi_m - \psi$, avec ψ l'affinité électronique (l'énergie nécessaire pour amener un électron du bas de la bande de conduction au niveau du vide) et ϕ_m le travail de sortie (l'énergie minimum pour amener un électron du niveau de Fermi d'un matériau au niveau du vide) du métal ^[KAO2004] (figure 2.6.c).

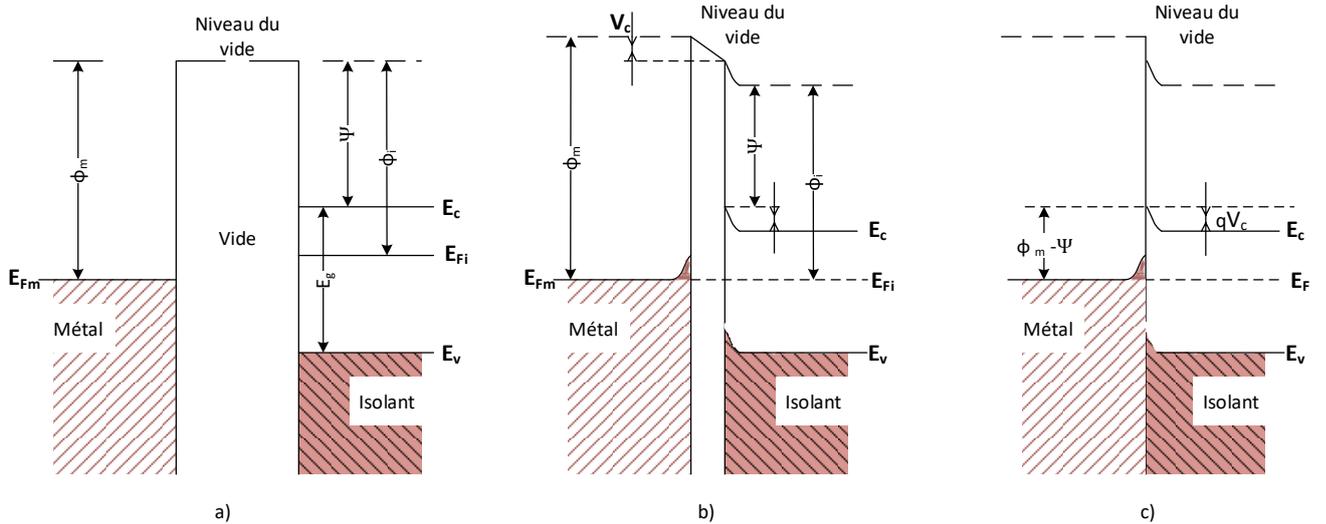


Figure 2.6 : Diagramme d'énergie d'un contact métal/isolant pour $\phi_m > \phi_i$:
 a) avant le contact b) pendant le contact c) après le contact [KAO2004]

Soit $\phi_0 = \phi_m - \psi$ la hauteur de la barrière de potentiel en absence de champ électrique. Lorsqu'un champ électrique externe est appliqué à l'isolant, une énergie supplémentaire en plus de l'énergie thermique est fournie aux charges injectées par l'électrode et cette énergie conduit à un abaissement de la hauteur de cette barrière de potentiel (figure 2.7). Les porteurs de charges venant du métal ont deux possibilités pour franchir cette barrière énergétique :

- Voie 1 : passage par-dessus la barrière de potentiel, appelé effet thermoélectronique ou effet Schottky (figure 2.7.1).
- Voies 2 et 3 : passage au travers de la barrière de potentiel, appelé effet tunnel ou effet Fowler-Nordheim, pur (figure 2.7.2) ou assisté thermiquement (figure 2.7.3).

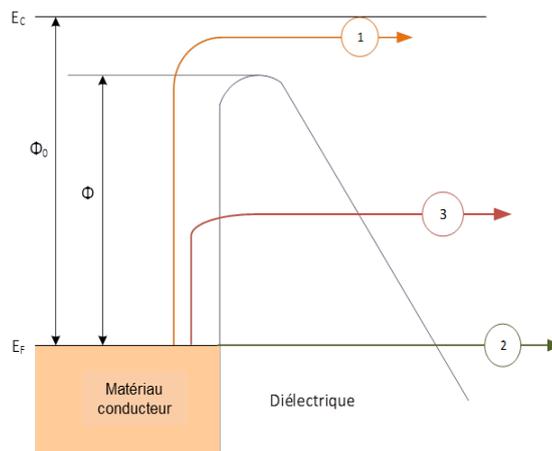


Figure 2.7 : Mécanismes d'injection 1- Effet Schottky, 2- Effet Tunnel et 3- Effet Tunnel assisté thermiquement

2.4.1.1 L'effet Schottky

L'injection des charges du métal vers l'isolant est rendue difficile par la barrière de potentiel créée à l'interface métal/isolant. Le phénomène par lequel la hauteur de cette barrière de potentiel est abaissée est appelé l'effet Schottky. Cet abaissement est le résultat de la combinaison à la fois du champ électrique appliqué et de la force image de l'électron dans le métal. Un calcul détaillé [KAO2004] montre que l'abaissement de la hauteur de la barrière est déterminé par :

$$\Delta\phi = \left(\frac{q^3}{4\pi\epsilon}\right)^{1/2} E^{1/2} = \beta_{sc} E^{1/2} \quad (2.9)$$

où $\beta_{sc} = \left(\frac{q^3}{4\pi\epsilon}\right)^{1/2}$ représente le coefficient de Schottky.

D'un point de vue expérimental, l'effet Schottky peut apparaître à partir de valeurs de champ appliqué supérieures à 10^6 V/m et est caractérisé par une évolution linéaire du logarithme du courant en fonction de la racine carré du champ électrique (tableau 2.1), avec une pente égale à β_{sc}/kT .

2.4.1.2 L'effet Fowler-Nordheim

Lorsque le champ électrique appliqué devient très important ($> 10^8$ V/m), la barrière de potentiel devient très fine, permettant ainsi à certains électrons (ceux dont la longueur d'onde est supérieure à l'épaisseur de la barrière) de passer à travers la barrière énergétique sans avoir l'énergie nécessaire pour la franchir : c'est l'effet tunnel ou l'effet de champ ^[FOTHERGILL2008, KAO2004]. Lorsque le passage s'effectue à un niveau d'énergie supérieur au niveau de Fermi, on parle de l'effet Fowler-Nordheim assisté thermiquement.

Sur le plan expérimental, les résultats donnant une relation linéaire entre $\frac{\ln J}{E^2}$ et $\frac{1}{E}$ peuvent être pris comme une indication de l'effet tunnel, sous réserve que les coefficients de surface d'émission et de renforcement local du champ soient pertinents (tableau 2.1).

2.4.2 Mécanismes de transport de charges

La conduction résulte du déplacement des porteurs initialement présents dans le matériau ou injectés par les mécanismes d'interfaces décrits précédemment dans le volume de l'isolant, sous l'action d'une contrainte électrique. La conductivité électrique dans les isolants peut ainsi être classifiée en trois catégories, en fonction de la nature des porteurs ^[KAO2004] :

- La conductivité intrinsèque : les porteurs de charges générés proviennent uniquement de la structure chimique du matériau.
- La conductivité extrinsèque : les porteurs de charges sont générés par les impuretés présentes dans le matériau, qui peuvent provenir de défauts de fabrication ou d'un acte volontaire de dopage du matériau.
- La conductivité contrôlée par injection : les porteurs de charges sont injectés dans le matériau par l'électrode métallique à travers l'interface métal/isolant.

En prenant en compte tous les différents processus de transport dans le matériau, l'expression de la conductivité totale est donnée par :

$$\sigma_T = q(\mu_n n + \mu_p p) + q(\mu_- n_- + \mu_+ n_+) = \sigma + \sigma_{ion} \quad (2.10)$$

où σ et σ_{ion} sont les conductivités électronique et ionique, avec n , p , n_- et n_+ respectivement les concentrations des électrons, des trous, des ions négatifs et des ions positifs ; μ_n , μ_p , μ_- et μ_+ sont les mobilités des électrons, des trous, des ions négatifs et des ions positifs.

Suivant la nature des charges transportées, on distingue ainsi trois types de conduction électrique : la conduction électronique, la conduction ionique et la conduction polaronique.

2.4.2.1 Conduction électronique

Cette conduction concerne les électrons, mais le même raisonnement reste applicable aux trous.

2.4.2.1.1 Courants limités par charge d'espace

Sous fort champ continu, le nombre d'électrons intrinsèques devient faible face à celui des électrons injectés aux électrodes ou libérés de pièges. Ces porteurs injectés détruisent localement la neutralité électrique, créant ainsi une zone de charge d'espace (homocharge) qui limitera le courant : c'est le mécanisme de courants limités par charge d'espace (ou SCLC pour Space Charge Limited Current en anglais).

En effet, au début de l'application du champ électrique, la charge d'espace injectée est faible à l'intérieur du matériau (négligeable devant les porteurs intrinsèques), et dans ce cas, le champ interne n'est pas modifié et la densité de courant résultant du mouvement de ces charges libres est régie par la loi d'Ohm. Ensuite, à partir d'une certaine valeur de la tension appliquée V_{tr} , la densité de charges injectées devient plus grande que celle déjà présente dans le volume du diélectrique, et on obtient un courant limité par la charge d'espace [FOURNIE1986, TOUREILLE1974, MOTT1940, COELHO1993]. Lorsque tous les pièges ont capté un porteur, on observe une brusque augmentation du courant désignée par « Trap-Filled Limit » ou TFL, et associée à un potentiel V_{tfl} . Au-delà de cette transition, le courant suit à nouveau une loi de limitation par charge d'espace, mais sans piège.

D'un point de vue expérimental, le mécanisme de conduction limitée par charge d'espace est caractérisé par une évolution linéaire de pente supérieure à 1 du logarithme du courant en fonction du logarithme du champ électrique (tableau 2.1).

2.4.2.1.2 Le mécanisme de Poole-Frenkel

Ce mécanisme est aussi appelé effet Schottky interne [KAO2004], car le champ électrique a sur les pièges une action similaire à celle de l'effet Schottky. Sous l'effet du champ électrique, la barrière de potentiel s'abaisse, permettant aux porteurs piégés dans l'isolant de la franchir et de se retrouver soit dans un autre état localisé (effet Poole), soit dans la bande de conduction (effet Poole-Frenkel). Dans ce dernier cas, l'abaissement de la barrière de potentiel est donné par :

$$\Delta E_{PF} = \left(\frac{q^3 E}{\pi \epsilon} \right)^{1/2} = \beta_{PF} E^{1/2} \quad (2.11)$$

où $\beta_{PF} = \left(\frac{q^3}{\pi \epsilon} \right)^{1/2}$ désigne le coefficient de Poole-Frenkel et vaut le double de la constante de Schottky (équation 2.9).

En pratique, un mécanisme de Poole-Frenkel majoritaire se traduit par une relation linéaire entre le logarithme du rapport courant sur champ et la racine carrée du champ électrique, avec une pente correspondant donc à β_{PF}/kT (tableau 2.1).

2.4.2.1.3 Conduction par sauts (« hopping »)

Le mécanisme de « hopping » se produit lorsqu'un électron se dépiège en sautant d'un site localisé, et va se piéger à nouveau sur un état voisin non occupé. Ce mécanisme s'effectue donc dans la bande interdite au voisinage du niveau de Fermi par le passage des électrons entre états localisés [GUILLERMIN2004, HILL1971].

Si une représentation du courant en fonction de $\sinh\left(\frac{e\lambda E}{2kT}\right)$ donne une droite, le mécanisme dominant est la conduction par sauts (tableau 2.1).

2.4.2.2 Conduction ionique

Le transport des ions se différencie de celui des électrons par deux principaux facteurs :

- La taille importante des ions et leur effet stérique peuvent expliquer que les mobilités ioniques soient inférieures de plusieurs ordres de grandeurs aux mobilités électroniques ;
- Le transport d'ions résulte en un transport de matière.

Le principe du mécanisme de transport ionique est le même que celui de la conduction électronique par sauts ; la densité de courant aura donc la même expression ^[KAO2004, SEGUI2000]. A champ faible, le terme $\sinh\left(\frac{e\lambda E}{2kT}\right)$ est approximativement égal à $\frac{e\lambda E}{2kT}$, et le courant est alors proportionnel au champ E et présente ainsi un comportement ohmique (tableau 2.1).

2.4.2.3 Conduction polaronique

Lorsqu'un électron se déplace dans un milieu polaire, il entraîne avec lui un champ de polarisation ; l'ensemble constitué de l'électron et de la polarisation l'accompagnant forme une quasi-particule appelée polaron. Ce type de conduction s'observe surtout dans les matériaux présentant une structure ordonnée comme les cristaux.

Tableau 2.1 : Récapitulatif des principaux mécanismes de conduction électrique

Mécanismes de conduction	Equations caractéristiques
Mécanismes d'injection (contrôlés par l'interface)	
Effet Schottky	$J_{SC} = AT^2 \exp\left(-\frac{\phi_0 - \beta_{sc} E^{1/2}}{kT}\right)$
Effet Fowler-Nordheim	$J_{FN} = \frac{q^3 E^2}{8\pi h \phi_0} \exp\left[-\frac{8\pi\sqrt{2m}\phi_0^{3/2}}{3hqE}\right]$
Mécanismes de transport (contrôlés par le volume)	
Courants limités par charge d'espace	En considérant un seul niveau de pièges, Si $V < V_{tr}$ alors $J_{SCL} = \sigma E = qn_0\mu \frac{V}{d}$ Si $V_{tr} < V < V_{tfl}$ alors $J_{SCL} = \frac{9}{8}\varepsilon\mu\theta \frac{V^2}{d^3}$ Si $V_{tfl} < V$ alors $J_{SCL} = \frac{9}{8}\varepsilon\mu \frac{V^2}{d^3}$ θ représente le rapport entre les porteurs libres et les porteurs piégés
Poole-Frenkel	$J_{PF} = \sigma_0 \exp\left(-\frac{E_T - \beta_{PF} E^{1/2}}{kT}\right) E$
« Hopping »	$J_{hopping} = J_0 \times \exp\left(-\frac{E_a}{kT}\right) \times 2\sinh\left(\frac{e\lambda E}{2kT}\right)$
Conduction ionique	En champ faible, $J = J_0 \frac{e\lambda E}{2kT} \exp\left(-\frac{E_a}{kT}\right)$ En champ fort, $J = J_0 \exp\left[-\left(\frac{E_a - e\lambda E}{kT}\right)\right]$
<i>Voir la liste des symboles pour la définition des variables (page xiii)</i>	

2.5 Mesure de la charge d'espace

De nombreuses techniques de mesure et de localisation de la charge d'espace ont été développées par la communauté scientifique et peuvent être classées en deux catégories : les méthodes dites « à résolution spatiale » et les méthodes dites « sans résolution spatiale ». Nous nous engageons dans ce paragraphe d'en faire le recueil.

2.5.1 Techniques sans résolution spatiale

Ce sont des techniques « macroscopiques », permettant d'accéder à des informations relatives à la charge d'espace, sans conduire à la détermination de la distribution de cette charge dans le volume.

Deux méthodes principales rentrent dans cette catégorie :

- La méthode des courants thermo stimulés ou méthode des courants de décharge thermo stimulés (CDTS). Ce procédé consiste comme son nom l'indique, à mesurer sur un échantillon préalablement conditionné sous champ électrique et à une température donnée, le courant de décharge et/ou de dépolarisation, lorsque celui-ci est court-circuité et stimulé thermiquement (avec une augmentation linéaire de la température, par exemple de 1 à 2°C par minute) ^[REBOUL2006]. Le déroulement de cette méthode est décrit dans la figure 2.8. A partir du spectre de courant obtenu, il est possible de déterminer : les énergies d'activation des phénomènes de dépiégeage et/ou de dépolarisation, le temps de relaxation des charges, la concentration des dipôles et une fraction de la charge piégée. Cette technique est moins adaptée pour la caractérisation de la charge d'espace et donc des charges piégées dans le volume du matériau, du fait que les charges injectées au voisinage de la surface vont se recombiner rapidement avec leurs charges d'influence sur l'électrode, et ce sans donner de courant dans le circuit de mesure.
- La mesure du potentiel de surface : cette méthode consiste à suivre en fonction du temps le déclin du potentiel de surface et/ou sa répartition sur la surface d'un échantillon préalablement chargé ^[REMADNIA2007, MOLINIE2000, MARTINEZ2010]. La mesure du potentiel de surface fournit des informations sur le mode d'écoulement (surfacique et / ou volumique) des charges déposées et sur la mobilité de ces charges ^[LUTZ2009]. En fonction de la loi de variation du potentiel mesuré, on peut tirer des conclusions sur les mécanismes (neutralisation par le gaz, injection, conduction surfacique, ...) que subissent les charges déposées à la surface du matériau ^[KINDERSBERGER2008, CRISCI1998, KACHI2014]. L'analyse des résultats est souvent délicate en raison de la similitude des réponses induites par des mécanismes différents.

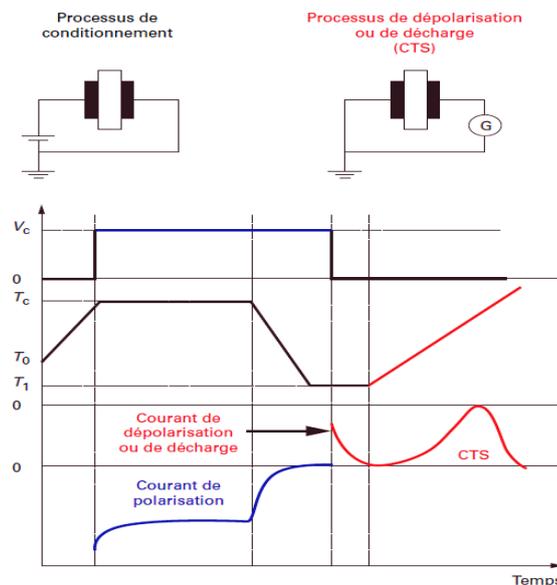


Figure 2.8 : Déroulement d'une expérience de CDTS ^[MARTINEZ2010]

2.5.2 Techniques à résolution spatiale

Ce sont des techniques « microscopiques », qui permettent d'accéder à la répartition des charges et du champ électrique dans le volume de l'isolant. Ces méthodes sont aussi dites non destructives car elles

n'altèrent pas l'état physique et électrique du matériau pendant la mesure, permettant ainsi d'effectuer une étude sur l'évolution de la charge dans le temps en fonction de différents paramètres.

Ces techniques sont essentiellement des méthodes à stimulus. Leur principe consiste à appliquer une excitation non-homogène en temps et en espace qui fait varier les charges d'influence présentes sur les électrodes, créant ainsi dans un circuit externe un signal électrique (courant ou tension), image de la répartition du champ électrique interne et de la charge d'espace dans l'échantillon.

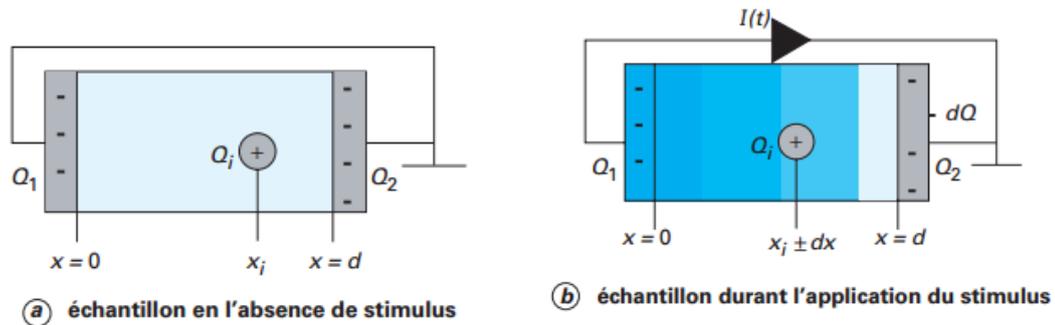


Figure 2.9 : Principe des méthodes à stimulus (cas d'un échantillon en court-circuit) [TOUREILLE2009]

Ces techniques peuvent être classifiées en trois catégories [HOLÉ2003] :

- Les méthodes de pression (ou acoustiques), qui utilisent la propagation d'ondes de pression ;
- Les méthodes utilisant la contrainte électrique ;
- Les méthodes thermiques qui utilisent la diffusion de la chaleur dans le matériau.

2.5.2.1 Méthodes acoustiques

Ces méthodes utilisent une onde élastique pour quantifier les charges piégées dans le matériau. L'onde élastique transmise à l'isolant déplace successivement les plans de charge présents dans le matériau et ce mouvement induit une réponse électrique qui est mesurable à partir des électrodes. Ces méthodes sont dites « rapides » car la durée du signal n'excède pas la dizaine de microsecondes. Elles ont une sensibilité de l'ordre de 10 mC/m^3 et une résolution spatiale de quelques micromètres [MARTINEZ2010]. Dans le cas d'un échantillon en court-circuit, l'équation reliant le signal de courant mesuré au champ électrique interne a pour expression [MARTINEZ2007] :

$$I(t) = \gamma C G(\varepsilon) \int_0^d E(x) \frac{\partial P(x, t)}{\partial t} dx \quad (2.12)$$

avec γ la compressibilité du matériau, C la capacité électrique de l'échantillon avant compression, $G(\varepsilon)$ le facteur lié à la variation de la permittivité du matériau avec la pression, $E(x)$ la répartition du champ électrique interne et $\partial P(x, t)/\partial t$ la loi de répartition de la pression avec le temps à la profondeur x .

Différentes méthodes de pression existent suivant le moyen utilisé pour générer l'onde de pression :

- Méthode LIPP (Laser Induced Pressure Pulse) ou méthode de l'impulsion de pression : cette technique, initialement décrite par Laurenceau et al. en 1977 [LAURENCEAU1977], utilise une perturbation mécanique, à savoir la propagation d'une onde de pression induite par impulsion laser (d'une durée inférieure à 10 ns), pour caractériser le déplacement des charges à l'intérieur du matériau. En effet, ce déplacement apparait pour rétablir l'équilibre perturbé par l'onde de pression. Le courant mesuré est caractéristique de la quantité de charges déplacées, de leur signe et de leur position. Elle est adaptée pour les échantillons plans et cylindriques d'épaisseur variant entre $10 \mu\text{m}$ et 30 mm . Dans

le cas d'échantillons minces (atténuation de l'onde de pression négligeable), on peut obtenir un courant directement proportionnel à la densité de charge, permettant une lecture directe de la répartition des charges dans le matériau, sans traitement mathématique. Cependant, la prise en compte des problèmes liés à la réflexion de l'onde de pression rend la dé-convolution des signaux nécessaire et souvent complexe.

- Méthode PIPS ou PIPP (Piezoelectrically Induced Pressure Step ou Piezoelectrically Induced Pressure Pulse) : cette méthode est très proche de la méthode LIPP présentée ci-dessus et détaillée par Lewiner [LAURENCEAU1977]. La différence entre ces deux méthodes est le moyen de génération de l'onde de pression qui, dans ce cas-ci, est réalisée via un transducteur piézoélectrique excité par une impulsion de tension [MAEDA1991, TANAKA1992].

2.5.2.2 Méthodes utilisant la contrainte électrique : Méthode de l'impulsion électroacoustique (PEA pour Pulsed Electro-Acoustic)

Elle a été imaginée au Japon par Maeno et. al [MAENO1988] dans les années 1985. Le principe de cette technique consiste en l'application d'impulsions électriques, via un générateur d'impulsion, à un échantillon positionné entre deux électrodes et soumis à une tension continue ou alternative. Le principe de cette méthode est décrit ci-dessous dans la figure 2.10.

L'application de l'impulsion électrique crée une contrainte électrique qui va générer un déplacement transitoire des charges d'espace autour de leur position d'abscisse, par effet Coulombien [GALLOT-LAVALLEE2004]. Ceci va créer des ondes de pression acoustiques issues de chaque zone chargée, dont la forme est supposée similaire à celle de l'impulsion électrique. Ces ondes acoustiques se propagent dans l'échantillon et sont ensuite récupérées par le dispositif piézoélectrique, qui va transformer le signal acoustique en signal électrique. Ces signaux contiennent des informations sur la position des charges dans le volume du diélectrique, ainsi que sur leur quantité. Cette technique est aujourd'hui très répandue et applicable sur des échantillons de forme plane ou cylindrique, d'épaisseur généralement supérieure à 100 μm .

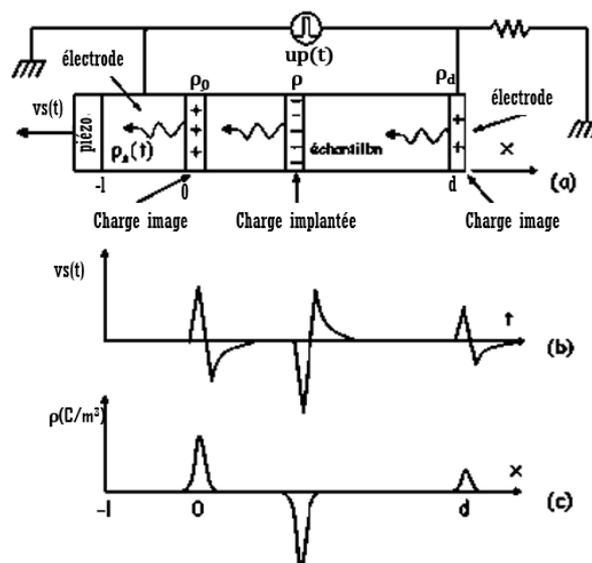


Figure 2.10 : Principe de la méthode PEA (a) Sous l'effet d'un champ pulsé, les régions chargées donnent lieu à des ondes acoustiques. (b) Le capteur piézoélectrique délivre une tension $v_s(t)$. (c) Répartition spatiale de l'image et des charges internes après traitement du signal [GALLOT-LAVALLEE2005]

2.5.2.3 Méthodes thermiques

Développées depuis les années 1980, ces techniques consistent à appliquer une variation de température sur l'une des faces de l'échantillon. La diffusion du flux thermique crée une dilatation ou une contraction non-uniforme du matériau et une variation locale de sa permittivité. Ces variations vont entraîner une modification des charges d'influence, qui va induire une réponse électrique dans le circuit externe de mesure. Contrairement aux méthodes de pression, les méthodes thermiques sont généralement qualifiées de « lentes » car la durée du signal mesuré est, mis à part quelques exceptions notables, souvent supérieure à la seconde. Ces méthodes thermiques ont des sensibilités de l'ordre du milli Coulomb par mètre cube et des résolutions pouvant atteindre $1 \mu\text{m}$ ^[MARTINEZ2010]. Les équations reliant le signal mesuré au champ sont analogues à celles des méthodes acoustiques ^[MARTINEZ2007] :

$$I(t) = \pm \frac{S}{d} \int_0^d E(x) \alpha(x, t) \frac{\partial \Delta T(x, t)}{\partial t} dx \quad (2.13)$$

avec S la surface de l'échantillon, $\alpha(x, t)$ la fonction de variation de l'épaisseur et de la permittivité du matériau avec la température, $E(x)$ la répartition du champ électrique interne et $\partial \Delta T(x, t) / \partial t$ la loi de variation de la température avec le temps, à l'abscisse x .

En fonction de la méthode utilisée, plusieurs techniques ont été développées pour produire l'« onde de température ». On distingue :

- La méthode TPM (Thermal Pulse Method) ^[COELHO1993, NORAS2013, DEREGGI1982] : le stimulus thermique provient d'un échauffement provoqué par un faisceau laser qui crée une impulsion de chaleur sur une des faces de l'échantillon. Cette technique convient à l'étude des échantillons fins ($< 100 \mu\text{m}$), à cause de l'écrasement de l'impulsion de chaleur dans les échantillons épais.
- La méthode LIMM (Laser Intensity Modulation Method) : proposée par Lang et Das-Gupta ^[LANG1986], consiste à mesurer un courant pyroélectrique qui résulte de l'échauffement d'une face de l'échantillon. Le stimulus thermique dans ce cas est généré par un faisceau laser modulé en intensité, à fréquence variant entre 200 et 2500 Hz. Cette technique convient à des échantillons minces ($< 100 \mu\text{m}$).
- Les méthodes FLIMM (Focused Laser Intensity Modulation Method) et FLAMM (Focused Laser Acoustic Modulation Method) ^[FRANCESCHI1997, BERQUEZ2016] : basées sur la méthode LIMM, elles consistent à irradier la surface d'un échantillon à l'aide d'un faisceau laser modulé en intensité et focalisé, afin de créer un gradient thermique non uniforme à l'intérieur de l'échantillon.
- La méthode TSM (Thermal Step Method), ou en français MOT (Méthode de l'Onde Thermique) ^[TOUREILLE1991] : créée par Tourelle et développée au sein du groupe Energie et Matériaux (GEM) de l'Institut d'Electronique et des Systèmes (IES) de l'université de Montpellier, consiste à mesurer un courant de thermodilatation d'un échantillon mis en court-circuit, après application d'un échelon de température sur l'une de ses faces. Cette méthode est compatible avec des échantillons plans et cylindriques d'épaisseur pouvant atteindre 25 mm. Une autre version de cette technique utilisant une excitation thermique sinusoïdale a été développée : il s'agit de la méthode de l'onde thermique alternative (MOTA) ^[REBOUL2000], applicable sur des échantillons minces ($\sim 100 \mu\text{m}$).

Une synthèse des techniques de mesure à résolution spatiale est donnée dans le tableau 2.2.

Tableau 2.2 : Tableau récapitulatif des différentes méthodes à stimulus

Méthodes	Méthodes thermiques			Méthodes acoustiques		PEA	
	TPM	LIMM	FLIMM/FLAMM	TSM	LIPP		PIPP/PIPS
Nature de la perturbation et mode de génération	Diffusion de la chaleur Impulsion laser	Diffusion de la chaleur Faisceau laser modulé en amplitude à différentes fréquences		Diffusion de la chaleur Échelon de température par l'intermédiaire d'un radiateur	Propagation d'une onde de pression Impulsion laser	Propagation d'une onde de pression Impulsion de champ électrique appliquée sur un transducteur piézoélectrique	Champ électrique Impulsion de tension appliquée aux électrodes
Réponse	Signal électrique (courant ou tension)						Onde acoustique convertie par un capteur piézoélectrique
Temps de la mesure	1 μ s – 1 s (court)	1 min – 100 min (long)		100 ms – 100 min (moyen à long)	1 μ s – 10 μ s (court)		
Résolution spatiale	< 1 μ m (bonne en surface et moins bonne dans le volume)	< 10 μ m (bonne en surface et moins bonne dans le volume)		< 100 nm (dans le domaine de la microélectronique)	10 à 100 μ m avant déconvolution 5 à 10 μ m après déconvolution (bonne en volume et moins bonne près des électrodes)		
Sensibilité	1 à 10 mC/m ³				10 mC/m ³		
Echantillons	Films minces (< 100 μ m)			Echantillons minces et épais : Films, plaques et câbles (100 nm – 25 mm)	Echantillons minces et épais : Films, plaques et câbles (10 μ m – 30 mm)	Echantillons minces et épais : Films, plaques et câbles (100 μ m – 30 mm)	

2.6 Quelques répartitions de charges d'espace dans les résines époxydes

Dans la bibliographie, on retrouve un certain nombre de travaux portant sur la mesure de la charge d'espace dans les isolants en résine époxyde soumis à des champs électriques continus, en utilisant diverses méthodes de mesure. Ce paragraphe recueille quelques résultats obtenus sur la nature des charges accumulées, sur les phénomènes de transport observés et sur les valeurs de champs électriques critiques. Ces résultats présentés ci-après ont été obtenus sur des résines époxydes à base de DGEBA, à l'exception de l'une où cette base est mélangée à un diluant actif, l'IOGE (Iso-Octyl Glycidyl Ether) ^[GRISERI2000].

La majorité des études que nous avons pu recenser font état de travaux réalisés par des méthodes thermiques (MOT) et acoustiques (PEA et LIPP) sur des échantillons de forme plane. Que ce soit des résines avec ou sans charges minérales, ces travaux montrent que le développement de la charge d'espace dans le volume dépend notamment de la contrainte électrique appliquée (amplitude et durée d'application), de la nature des électrodes, de la température et de la teneur en humidité.

2.6.1 Effet de l'amplitude du champ électrique

Les études réalisées à ce jour indiquent que la densité de charge injectée et stockée dans l'isolant augmente sensiblement avec la contrainte électrique appliquée ^[GRISERI2000, GUILLERMIN2004], en particulier à partir de certains seuils.

Dans son étude sur des plaques isolantes de résine époxyde chargée d'alumine et d'épaisseur 1 mm, Yahyaoui a pu démontrer, grâce à la méthode de l'onde thermique (MOT), qu'après un conditionnement sous 12 kV/mm à 25°C pendant 24 h, des homocharges se forment au niveau de la cathode [YAHYAOUUI2015]. Elle explique cette présence de charges comme une conséquence des phénomènes d'injection, de conduction et de piégeage. Gallot-Lavallée a aussi observé des homocharges positives et négatives sur des échantillons d'épaisseur 0,5 mm de résine pure et chargée de silice, lorsque ceux-ci sont soumis respectivement à 20 kV et à -10 kV [GALLOT-LAVALLEE2004]. Il a noté que l'injection de charges commence à être présente sous faible champ (4 kV/mm), mais devient plus marquée à partir de 10 kV/mm.

Miao He [HE2015] a observé sur des résines pures, une injection d'électrons dès 3 kV/mm, et des charges positives injectées à partir de 30 kV/mm. Cette asymétrie peut être due à la nature différente des électrodes : cathode en aluminium et anode en silicium. D'autres travaux sur des échantillons de résines époxydes pures, effectués par Griseri à l'aide de la PEA [GRISERI2000] sous un conditionnement à 10 kV/mm et par Guillermin à l'aide de la LIPP [GUILLERMIN2004], dévoilent également une formation d'homocharges. Guillermin a observé que ces homocharges commencent à apparaître dans le volume du matériau à partir d'une faible valeur de champ de 2 kV/mm, avec une densité qui augmente avec la contrainte électrique appliquée : $\pm 0,4 C/m^3$ à 2 kV/mm, $\pm 2 C/m^3$ à 10 kV/mm et $\pm 9 C/m^3$ à 30 kV/mm.

Il a été constaté que, lorsqu'on applique sur des échantillons de résine époxyde (chargée ou non), des champs électriques continus de l'ordre de quelques kV/mm pendant une courte durée, des homocharges peuvent apparaître. Dans la plupart des études, ces homocharges sont concentrées au voisinage des électrodes, sauf dans les observations faites par Guillermin où elles s'étendent dans tout le volume de l'échantillon (figure 2.11). Ce phénomène a été observé lors des conditionnements en dessous de la température de transition vitreuse du matériau. Pour des températures plus élevées, d'autres phénomènes peuvent apparaître (cf. § 2.6.3).

Une conséquence de ces homocharges est l'augmentation du champ électrique résiduel dans le volume du matériau. Ce renforcement peut atteindre 20%, voire 50% du champ appliqué selon Guillermin. Yahyaoui quant à elle, a montré que, à certaines températures, le champ interne résiduel pouvait atteindre jusqu'à 75% du champ appliqué.

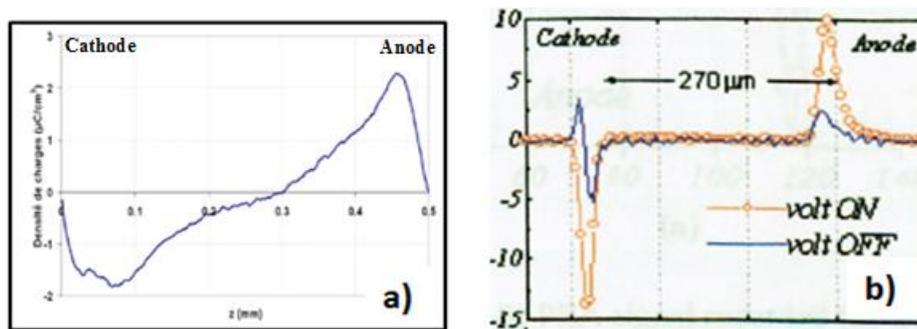


Figure 2.11 : Profils de charges d'espace (homocharges) dans la résine époxyde pure après un conditionnement sous 10 kV/mm obtenus par a) Guillermin après 2h30 de mise sous contrainte [GUILLERMIN2004] et par b) Griseri après 1h de mise sous contrainte [GRISERI2000]

2.6.2 Effet de la durée d'application du champ électrique

Lorsque la contrainte électrique est appliquée sur une longue durée (jusqu'à 3 semaines), les travaux de Griseri sur les résines époxydes pures ont mis en évidence une formation d'hétérocharges, dont elle explique la présence par le déplacement des charges précédemment injectées vers l'électrode de signe opposé (figure 2.12). Quant à Gallot-Lavallée, avec des mesures effectuées à température ambiante (24°C), il a

obtenu des résultats différents sur des résines chargées de silice. Dans ses travaux, il a conclu que la durée de mise sous contrainte seule ne contribuait pas à l'apparition d'hétérocharges ; les profils de charge d'espace obtenus après 1 h et après 25 jours de mise sous contrainte sont sensiblement identiques (avec formation d'homocharges uniquement) [GALLOT-LAVALLEE2004]. En ce qui concerne les résines époxydes chargées d'alumine, les homocharges formées à la cathode après 1 jour de conditionnement sous 12 kV/mm disparaissent au bout de 3 jours d'application de la contrainte, pour réapparaître après 7 jours de conditionnement [YAHYAOUUI2015]. Yahyaoui explique ces observations par un processus de piégeage et de dépiégeage avec des constantes de temps de l'ordre de la dizaine d'heures.

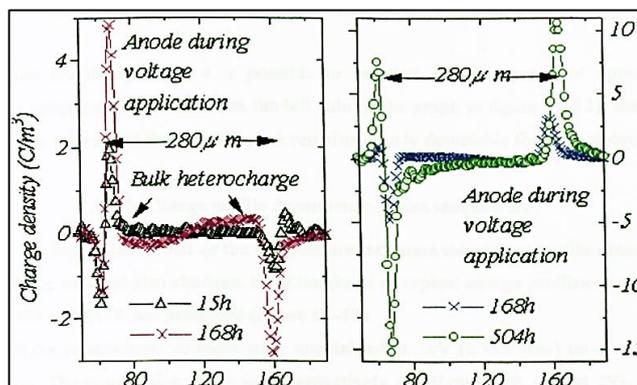


Figure 2.12 : Densité de charges dans un film de 280 μm de résine époxyde après 15 h, 1 semaine et 3 semaines de mise sous contrainte électrique (7 kV/mm) à 20°C [GRISERIZ000]

Dans son étude sur le vieillissement pendant 12 mois des résines époxydes chargées d'alumine, Yahyaoui a montré que l'évolution du champ interne dépend des conditions de vieillissement (champ appliqué et température). Il ressort de ses travaux que les conditions les plus défavorables pour l'isolant, en termes d'accumulation de charges, sont pour une application de 12 kV/mm sous 105°C. L'étude a ainsi montré une augmentation sensible du champ dans les premières semaines (jusqu'à 130 jours), puis une tendance à la stabilisation, voire à la diminution du champ résiduel qui augmente de nouveau vers la fin de la durée d'application de la contrainte (figure 2.13.a). On remarque que le champ résiduel peut atteindre la valeur de 9 kV/mm pour une application de 12 kV/mm, soit 75% du champ appliqué. A 85°C, cette évolution du champ interne est sensiblement différente (figure 2.13.b). Quelle que soit la valeur du champ appliqué, les champs résiduels restent faibles comparés à ceux enregistrés sous 105°C, avec un maximum du champ interne de 5 kV/mm enregistré pour un vieillissement sous 12 kV/mm. Cette évolution semble donc montrer qu'à 85°C, les contraintes appliquées sont moins favorables à l'accumulation de la charge d'espace (jusqu'à 300 jours).

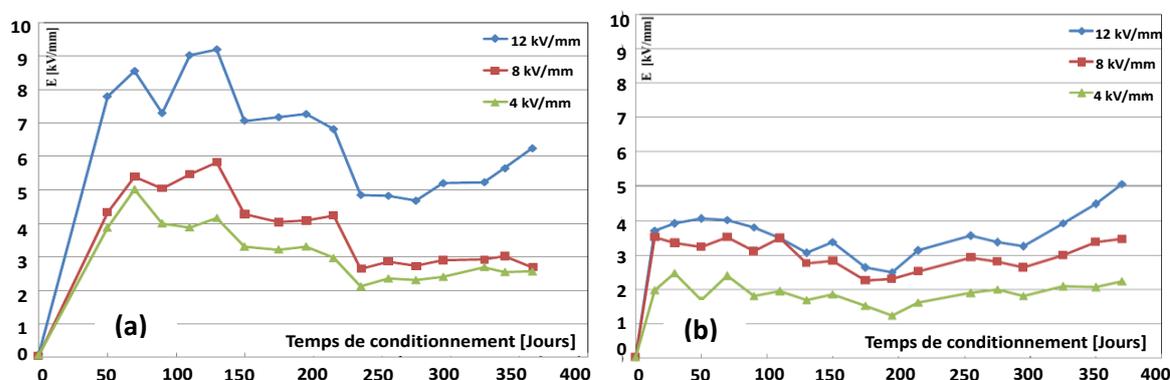


Figure 2.13 : Evolutions des valeurs approchées du champ résiduel lors des vieillissements à a) 105°C et b) 85°C [YAHYAOUUI2015]

2.6.3 Effet de la température et de la teneur en humidité

Plusieurs travaux permettent d'analyser le comportement des résines époxydes du point de vue de la charge d'espace en fonction de la température, généralement en considérant des domaines de températures en dessous et au-dessus de la température de transition vitreuse. Il apparaît que ce paramètre a une influence non négligeable sur l'apparition et la formation de la charge d'espace dans le matériau isolant.

Gallot-Lavallée, en conditionnant un échantillon de résine pure au-dessus de la température de transition vitreuse (72°C), a observé une apparition d'homocharges dans les premiers instants de l'application de la contrainte (20 kV appliquée sur des disques de 0,5 mm d'épaisseur), qui laisse progressivement place à des hétérocharges au bout d'une demi-heure d'application de la contrainte. Il explique ce phénomène par une probable migration des homocharges négatives vers l'anode [GALLOT-LAVALLÉE2004]. D'après les observations faites par Guillermin à 80°C , les seules charges présentes dans la résine pure sous faible champ (2 kV/mm) sont des charges négatives ; c'est à partir de 5 kV/mm appliqué qu'il remarque une formation d'hétérocharges positives proche de la cathode et qu'il explique par la présence d'eau dans le matériau (dissociation de la molécule d'eau et des groupements acides sous l'effet du champ électrique). En effet, après un traitement thermique sous vide ($80^{\circ}\text{C}/10^{-2}$ mbar pendant 3 jours), les hétérocharges positives précédemment détectées ne sont plus observées et sont remplacées par des homocharges négatives et après 24 h conservé dans l'air ambiant, les hétérocharges positives sont de nouveau observables mais à des quantités plus faibles qu'avant le traitement thermique (figure 2.14). Le traitement a donc pour effet d'ôter des espèces qui ont tendance à se dissocier lors de la mise sous champ et température.

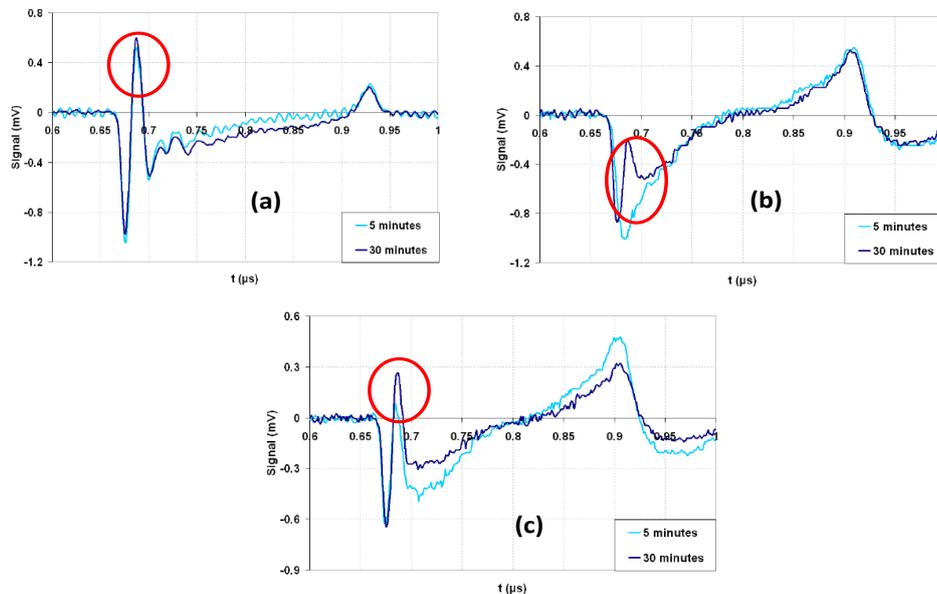


Figure 2.14 : Mesures après 5 et 30 min sous 10 kV/mm à 80°C (a) sur résine pure après fabrication (b) sur résine pure directement après traitement thermique (c) sur résine pure traitée après 24 h à atmosphère ambiante [GUILLERMIN2004]

Kikuchi a étudié l'accumulation de la charge d'espace dans la résine époxyde après différents traitements thermiques [KIKUCHI2014]. Il est arrivé à la conclusion que la teneur en eau du matériau affecte considérablement l'accumulation d'hétérocharges positives. En effet, il a observé une accumulation de charges dans les échantillons non traités thermiquement et ceux recuit dans l'air (3 h / 120°C) mais également dans une atmosphère humide (1 h / 80°C / 80% HR), alors que cette accumulation est absente dans l'échantillon traité dans l'huile (1 h / 80°C / silicone) contenant le moins d'eau (figure 2.15). Le claquage est uniquement apparu sur l'échantillon traité sous atmosphère humide et ayant la teneur en eau la plus élevée.

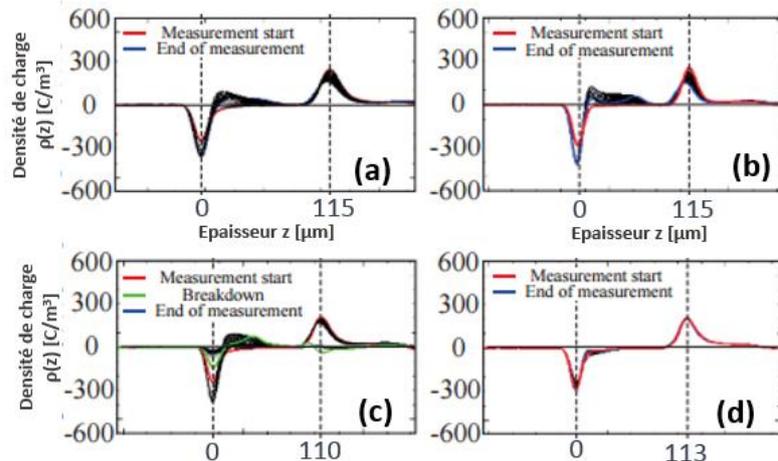


Figure 2.15 : Profil de la charge d'espace après 2 h sous 100 kV/mm à 80°C (a) résine non traitée (b) résine recuit dans l'air (c) résine recuit en atmosphère humide (d) résine recuit dans l'huile [KIKUCHI2014]

Dans la résine chargée d'alumine, Yahyaoui a elle aussi observé un phénomène migratoire pour les charges injectées à la cathode, lorsque celle-ci est placée dans un environnement chauffé à 105°C ; ces charges n'atteignent cependant pas l'électrode opposée, mais une zone dans le volume proche de la cathode. Du point de vue de la répartition du champ résiduel, elle a obtenu, sous faible champ (3 kV/mm) après une semaine de conditionnement, des champs résiduels de l'ordre du kV/mm à 60°C et 85°C et des champs résiduels inférieurs à 1 kV/mm lors des conditionnements à 25°C et 105°C. Par contre, sous fort champ continu (12 kV/mm), à l'exception du champ interne obtenu à 85°C qui avoisine les 4 kV/mm, il subsiste aux alentours de 1 kV/mm pour toutes les autres températures, comme l'illustre la figure 2.16 pour une température de 25°C.

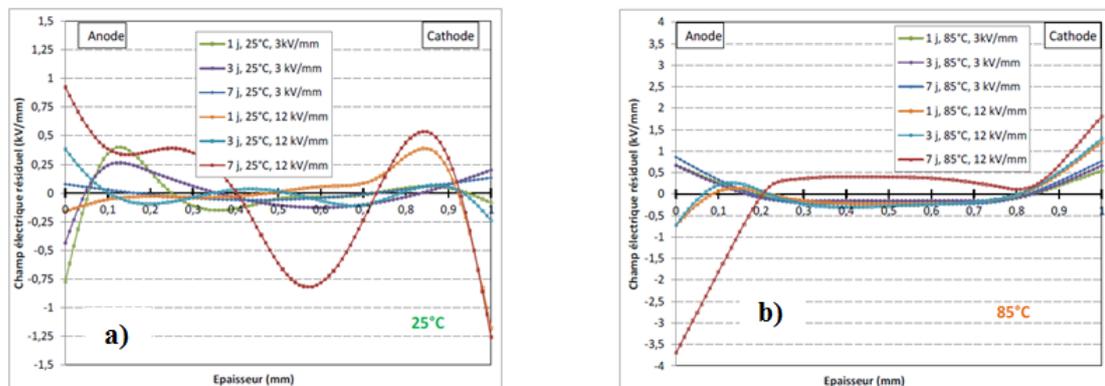


Figure 2.16 : Distributions de champs électriques résiduels mesurés durant le conditionnement à a) 25°C b) 85°C [YAHYAOUUI2015]

2.6.4 Effet du contact électrode/isolant

Gallot-Lavallée et Miao He et al. [HE2015, GALLOT-LAVALLEE2004] ont mis en évidence dans leurs études l'influence de la nature des électrodes sur l'injection des charges dans les résines époxydes. Miao He a ainsi trouvé que le champ seuil pour l'injection des charges avec une électrode en or est plus élevé qu'avec une électrode en aluminium : on passe ainsi d'une densité d'homocharges négatives de 15 C/m³ avec une électrode en aluminium à une densité de 6 C/m³ pour une résine recouverte d'or (figure 2.17). C'est le même constat qu'a fait Gallot-Lavallée sur des échantillons avec des électrodes en or. La caractéristique physique expliquant ce résultat est le travail de sortie des matériaux : celui de l'or est supérieur à celui de l'aluminium. Ainsi, pour diminuer le taux d'injection de charges dans un matériau isolant soumis à un champ électrique continu, il faut privilégier des électrodes avec un travail de sortie le plus élevé possible.

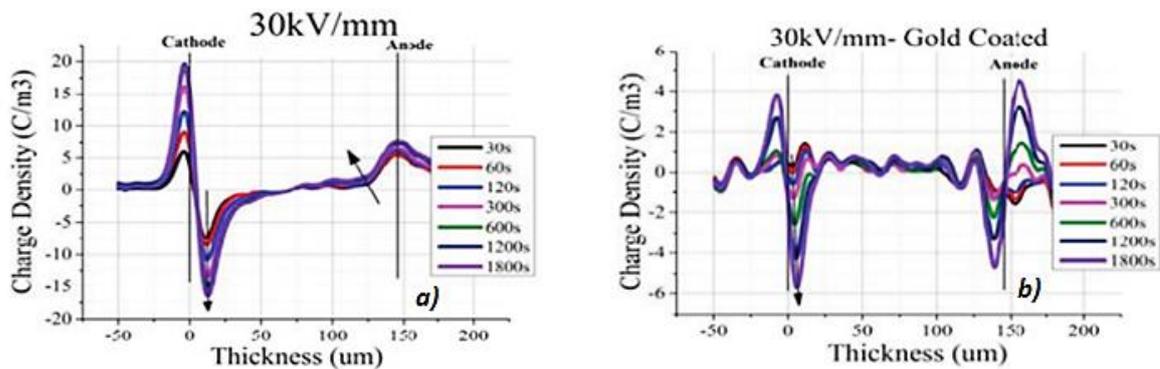


Figure 2.17 : Densité de charges d'espace à 30 kV/mm sur a) échantillon non recouvert et b) échantillon recouvert d'or [HE2015]

2.7 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons passé en revue quelques concepts fondamentaux dans le choix et l'utilisation des diélectriques sous fortes contraintes continues.

Nous avons présenté deux des propriétés caractéristiques d'un matériau isolant : le facteur de pertes diélectriques, lié à l'énergie dissipée par le matériau lorsqu'il est soumis à un champ électrique externe, et la permittivité relative, liée à l'aptitude du matériau à se polariser sous l'application d'un champ. Les différents mécanismes de polarisation y sont aussi détaillés.

La notion de charge d'espace, les phénomènes liés à cette charge (injection, transport, piégeage) et les différentes techniques développées pour détecter et localiser cette charge sont également présentés. La méthode de l'onde thermique (MOT), qui sera utilisée au cours de cette étude, sera détaillée dans le chapitre suivant.

Pour finir, une étude bibliographique a été faite sur le comportement de la charge d'espace dans les résines époxydes pour la HTCC. Il a été mis en avant l'influence de plusieurs paramètres (le champ électrique, la température, la durée d'application, la nature des électrodes et la teneur en eau) sur l'accumulation de la charge d'espace dans les résines. Dans le cadre de ce travail, nous nous focaliserons principalement sur l'impact de la température et du champ électrique sur la charge d'espace dans la résine époxyde chargée d'alumine. Afin d'éviter l'impact de l'humidité, les échantillons seront au préalable conditionnés suivant un traitement particulier (présenté dans le chapitre 5).

Après avoir posé les bases dans cette partie du mémoire pour l'interprétation des résultats expérimentaux, le chapitre suivant aura pour rôle de présenter les différents outils utilisés durant l'étude.

CHAPITRE 3

Matériau, échantillons et méthodes

3.1	Matériau.....	46
3.1.1	Formulation du composite	46
3.1.2	Mise en œuvre du composite	47
3.1.3	Propriétés du composite	48
3.2	Conception et réalisation des échantillons	49
3.2.1	Géométrie des échantillons.....	49
3.2.2	Réalisation des échantillons	53
3.3	Méthodes de caractérisation.....	54
3.3.1	Tomographie à rayons X.....	54
3.3.2	Décharges Partielles	56
3.3.3	Spectroscopie diélectrique	58
3.3.4	Mesures de la charge d'espace - Méthode de l'Onde Thermique.....	59
3.4	Conclusions.....	63

ainsi de constituer un réseau de masse moléculaire plus élevée que les polymères de départ (pré-polymères), et qui présente des propriétés physico-chimiques adaptées aux applications envisagées [DELMAS2011]. La réaction de réticulation se fait entre la résine époxyde et le durcisseur. Comme toutes les réactions de polymérisation, elle se déroule en trois phases : l'initiation, la propagation et la terminaison [POLYMERIC2017, YAHYAOU2015].

- L'initiation : c'est la réaction entre l'anhydride du durcisseur et un groupe hydroxyle (OH) de la résine. L'« anneau phtalique » s'ouvre et les deux carbones se relient entre eux par un atome d'oxygène. La rupture de la liaison C-O entraîne la formation d'un mono ester qui pourra réagir avec les molécules d'époxyde.
- La propagation : c'est la réaction du groupe OH de l'anneau phtalique avec un groupe époxydique d'une autre molécule pour donner un autre hydroxyle. Ce dernier peut réagir avec une nouvelle molécule d'anhydride ; il reste le deuxième groupe époxydique, susceptible lui aussi de réagir avec un autre acide carboxylique. Il y a alors formation d'un réseau tridimensionnel. Cette réaction se propage ainsi jusqu'à la phase de terminaison.
- La terminaison : cette dernière phase intervient après un certain temps, lorsque la réaction est suffisamment avancée et que les chaînes moléculaires deviennent très peu mobiles et le nombre de sites réactionnels diminue. Au cours de cette étape, les molécules de résine réagissent entre elles : c'est l'homopolymérisation. Le groupe époxydique d'une molécule va réagir avec le groupe hydroxyle d'une autre molécule sous l'effet catalytique du durcisseur.

Une étape de post-cuisson est souvent réalisée afin d'optimiser le processus de réticulation.

3.1.1.2 La charge minérale : l'alumine

Dans les applications industrielles, la résine est souvent utilisée sous forme de composite, c'est-à-dire mélangée à une charge minérale. Cette charge contribue à baisser le prix de revient des pièces en résine époxyde, mais également à améliorer certaines de ses propriétés mécaniques et thermiques [IMBOUNGOU2006, BARDONNET1992].

La charge minérale utilisée pour notre application est l'alumine (Al_2O_3). L'utilisation de l'alumine, en plus d'améliorer les tenues mécanique et thermique du composite, sert à maintenir la stabilité de la résistivité surfacique du matériau en présence d'acide fluorhydrique (HF) (produit de décomposition du SF_6). Cela s'explique par le fait que ce dernier ne réagit pas avec l'alumine, contrairement à la silice où la résistivité surfacique peut chuter considérablement.

En général, la charge minérale est utilisée à des proportions importantes, de l'ordre de 60 à 66% de la masse totale du composite [BARDONNET1992]. Dans notre application, la charge d'alumine représente 66% en masse du composite. Les particules peuvent atteindre des diamètres pouvant aller jusqu'à 30 μm avec une valeur moyenne de 6 μm [YAHYAOU2015].

3.1.2 Mise en œuvre du composite

De façon générale, la préparation du composite se fait à température élevée et dans un environnement sous vide. Dans le cadre de notre travail, la procédure adoptée pour la réalisation des échantillons est fondée sur le principe de base décrit ci-dessous.

Il est possible de décomposer le processus de préparation du composite à base de résine époxyde en deux étapes principales : le mélange et la cuisson. Lors de la première étape (le mélange), le durcisseur est tout d'abord rajouté à la résine, puis la charge minérale préalablement séchée est incorporée au mélange

résine/durcisseur. Toute cette étape se fait à haute température et sous vide afin de dégazer la matière et éliminer les éventuelles bulles présentes dans le mélange. La durée du mélange peut varier entre quelques dizaines de minutes et quelques heures. Une fois le mélange terminé, l'ensemble est injecté dans un moule et chauffé pour durcir le composite : c'est la phase de cuisson, durant laquelle se produit le phénomène de réticulation. Après cette phase de durcissement, s'ensuit une post-cuisson à très haute température afin d'assurer une réticulation plus complète de la résine et d'optimiser les propriétés mécaniques du matériau.

3.1.3 Propriétés du composite

Quelques propriétés physico-chimiques, mécaniques et diélectriques du composite étudié sont présentées ci-après.

3.1.3.1 Propriétés physico-chimiques et mécaniques

Une des propriétés principales des polymères est la température de transition vitreuse (T_g), qui marque le passage du matériau d'un état caoutchouteux (au-dessus de la T_g) à un état vitreux (en dessous de la T_g). Pour notre mélange résine époxyde/durcisseur, la température de transition vitreuse est comprise entre 110°C et 125°C, et il a été observé que cette valeur est très peu influencée par l'ajout d'une charge minérale [BARDONNET1992]. Des mesures de calorimétrie différentielle (DSC) ont été effectuées sur le composite dans le cadre des travaux de Yahyaoui [YAHYAOU12015] et sont présentées sur la figure 3.2. Le processus de post cuisson du matériau permet de faire passer sa température de transition vitreuse de 107°C à 112°C, avec le début du phénomène de transition observé à partir de 106°C. La tenue mécanique du matériau est donc conservée jusqu'à 105°C.

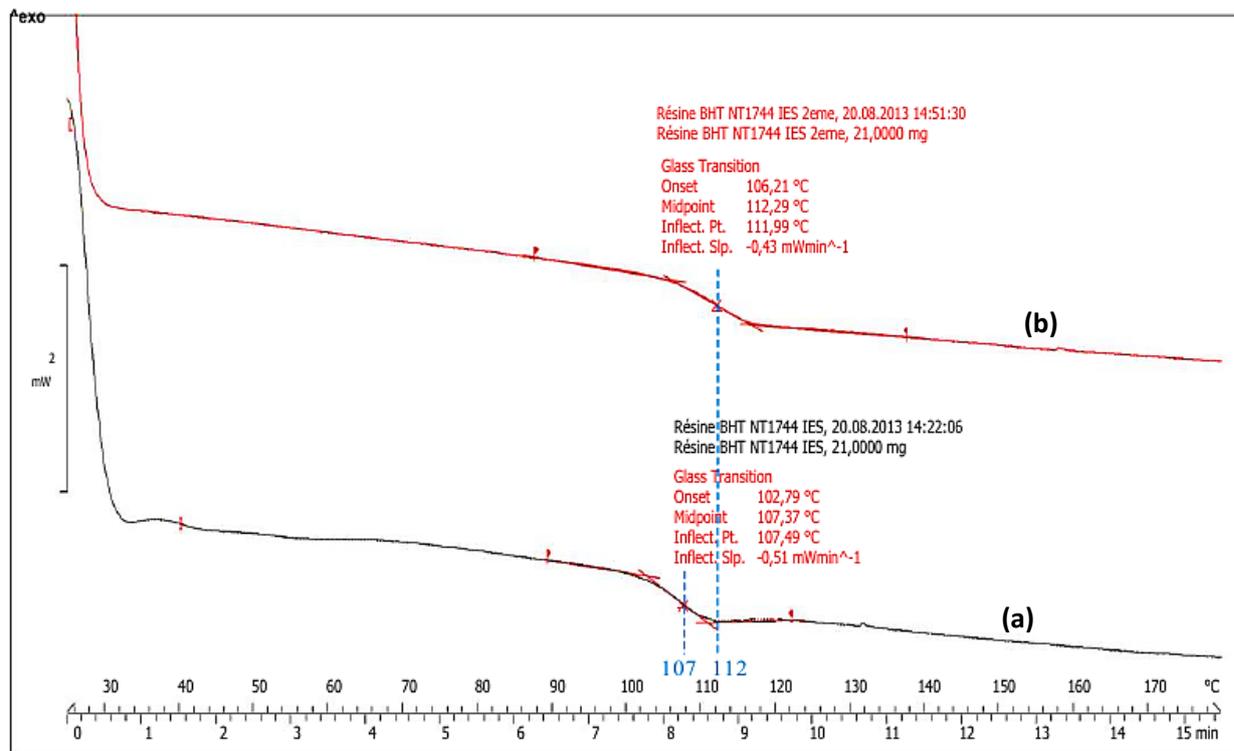


Figure 3.2 : Thermogrammes réalisés sur des composants de résine époxyde chargée d'alumine
(a) avant et (b) après post-cuisson à 140°C pendant 6 h [YAHYAOU12015]

La résine époxyde non chargée a une conductivité thermique assez faible, d'environ 0,2 W/m.K. Grâce à l'alumine, cette conductivité augmente et se situe autour de 1,06 W/m.K. D'autres propriétés du composite sont reportées dans le tableau 3.1.

Tableau 3.1 : Ordres de grandeurs de quelques propriétés mécaniques et physico-chimiques [YAHYAOUUI2015]

Propriétés	Valeurs
Température de transition vitreuse	$\geq 105^{\circ}\text{C}$
Coefficient de dilatation thermique linéaire (20°C – 85°C)	$33,1 \cdot 10^{-6} \text{ K}^{-1}$
Conductivité thermique	$1,06 \text{ W/m.K}$
Résistance à la traction	$\geq 60 \text{ MPa}$
Résistance à la flexion	$\geq 90 \text{ MPa}$
Module d'élasticité ou module de Young	$> 10000 \text{ MPa}$

3.1.3.2 Propriétés électriques

Les ordres de grandeur des caractéristiques telles que la rigidité diélectrique, la permittivité diélectrique et le facteur de pertes diélectriques sont essentiellement fournis à 50 Hz et à température ambiante par les fabricants :

- Avec des mesures effectuées selon la norme CEI 243 sur des plaques de 3 mm d'épaisseur, les valeurs de rigidité diélectrique obtenues sont supérieures à 17 kV/mm [YAHYAOUUI2015] ;
- Selon la norme CEI 250, la valeur approchée de la permittivité diélectrique obtenue vaut 5 et celle du facteur de pertes est de 0,0136 [YAHYAOUUI2015].

Yayhaoui, dans ses travaux, a caractérisé le composite pour les domaines du courant continu [YAHYAOUUI2015]. En basse fréquence (0,1 Hz), elle a ainsi mesuré à température ambiante une valeur de permittivité relative de l'ordre de 6,5 et un facteur de pertes diélectriques autour de 0,03. Ses essais de claquage sur des échantillons plans de 0,7 mm d'épaisseur sous tension continue, ont révélé des valeurs de rigidité diélectrique supérieures à la centaine de kV/mm, pour des températures comprises entre 25°C et 85°C.

3.2 Conception et réalisation des échantillons

3.2.1 Géométrie des échantillons

Les échantillons utilisés pour notre étude comportent une épaisseur d'isolant placée entre deux armatures conductrices (électrodes). Ces électrodes jouent un double rôle, elles servent à la fois à la bonne application de la contrainte électrique (tension continue) au niveau du composite, mais également pour la mesure de la charge d'espace. Cette dernière consiste, comme nous le verrons plus loin, à mesurer un signal électrique de faible amplitude, soit un courant de l'ordre de quelques dizaines de picoAmpères allant à quelques nanoAmpères. Deux critères principaux ont guidé les réflexions sur la conception des échantillons utilisés dans le cadre de ce travail de recherche. Il s'agit d'une part de la configuration et du fonctionnement réels de l'isolateur dans un PSEM, et d'autre part de l'adaptation à la méthode de mesure mise en place, à savoir la méthode de l'onde thermique.

- Dans le cas idéal d'absence de charges d'espace et de gradient de température dans l'épaisseur d'isolant, la répartition du champ va dépendre uniquement de la géométrie du condensateur. Ainsi, en géométrie plane, le champ est uniforme dans toute l'épaisseur de l'isolant ($E = V/d$), alors qu'il va décroître avec le diamètre en géométrie cylindrique ($E = V/r \ln(r_e/r_i)$). En plus de dépendre de la géométrie, cette répartition du champ dans l'épaisseur va varier en fonction de la contrainte appliquée. Contrairement à la HTCA où la répartition du champ électrique repose principalement sur une répartition capacitive (ϵ_r varie peu avec la température et le champ), sous HTCC, cette répartition est résistive et donc fortement dépendante de la température et du champ, comme le

montre la figure 3.3. Un changement de la répartition du champ peut se produire (avec un champ maximal observé au niveau du diamètre extérieur) si un fort gradient de température est présent dans l'isolant.

En effet, la conductivité électrique varie exponentiellement avec la température et le champ selon des lois du type ^[XU2007, BLYTHE2005] :

$$\sigma(E, T) \simeq A \exp\left(-\frac{\varphi q}{kT}\right) \frac{\sinh(B|E|)}{|E|} \quad (3.1)$$

où A et B sont des constantes et φ l'énergie d'activation thermique, ou encore ^[EOLL1975] :

$$\sigma(E, T) \simeq \sigma_0 \exp(\alpha T + \beta E) \quad (3.2)$$

où α et β sont des constantes déterminées empiriquement et σ_0 est la conductivité à température ambiante. Cette dernière expression est par ailleurs souvent employée dans l'industrie.

Dans le but de se rapprocher au plus possible du comportement électrique des isolateurs réels, il a été ainsi décidé de conserver cette forme cylindrique pour les échantillons test (figure 1.3).

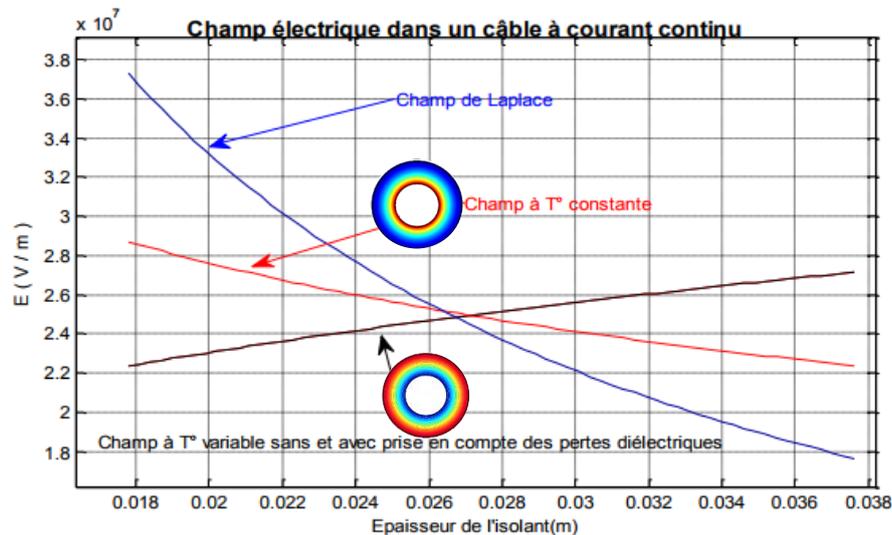


Figure 3.3 : Répartition du champ électrique sous contraintes continues : à température constante et sous gradient thermique en l'absence de charge d'espace injectée ^[YAHYAOUUI2012]

- La sensibilité de la méthode de l'onde thermique (MOT), technique de détection de la charge d'espace choisie pour notre étude, conditionne également le dimensionnement de nos échantillons. Cette sensibilité est notamment liée à la capacité électrique de l'échantillon : en effet, le courant MOT est directement proportionnel à la capacité de l'échantillon (Equation 3.3) et, pour obtenir des amplitudes de courant mesurables ($> 10 \text{ pA}$), il est nécessaire de s'assurer une limite basse de la capacité de l'échantillon autour de la dizaine de pF . Pour notre étude, afin de se fixer une marge de sécurité, le choix de la longueur et de l'épaisseur utile de la partie isolante a été fait dans le but d'obtenir une capacité autour de 50 pF :

$$C = 2\pi\epsilon_0\epsilon_r \frac{l}{\ln\left(\frac{r_e}{r_i}\right)} = 2\pi\epsilon_0\epsilon_r \frac{l}{\ln\left(1 + \frac{e}{r_i}\right)} \quad (3.3)$$

avec l la longueur de la partie utile d'isolant, r_e et r_i respectivement les rayons externe et interne de l'isolant, e l'épaisseur de l'isolant et ϵ_r la permittivité relative du composite, que nous supposons égale à 6 ^[YAHYAOUUI2015].

L'idéal aurait été de réaliser cette étude directement sur des isolateurs réels de postes HTCC, mais ces derniers présentent des dimensions telles que les valeurs de capacité électrique sont très faibles ($C \sim 5 \text{ pF}$), en limite de sensibilité pour la méthode de l'onde thermique. Nous avons donc opté pour la conception et la réalisation d'échantillons spécifiques afin de reproduire au mieux le comportement de l'isolant au voisinage de l'âme conductrice, endroit où la contrainte électrique est appliquée et censée être la plus élevée, du moins au début de la mise en service.

Le premier raisonnement adopté pour augmenter la capacité de l'échantillon a été de réduire l'épaisseur d'isolant entre 1 mm et 3 mm, tout en conservant le même rayon interne (30 mm) et la même longueur des isolateurs (20 mm). Cela a permis d'obtenir des capacités comprises entre 70 pF et 200 pF. En se basant ensuite sur l'utilisation généralement faite de la méthode de l'onde thermique en géométrie cylindrique (cas du câble de transport d'énergie) ^[SANTANA1994, SABIR1991, MARTINEZ2010], nous avons imaginé générer l'onde de température à partir du rayon interne de l'isolant, notamment en utilisant une électrode interne creuse dans laquelle il serait possible de faire circuler un liquide caloporteur permettant la génération d'un stimulus de température.

Un premier dimensionnement du banc de mesure, à partir de ces données, impose un débit de liquide très élevé et donc un volume de liquide requis très important. Dans le but de réduire ces deux quantités, la solution envisagée a été de réduire le diamètre intérieur de l'échantillon tout en augmentant la longueur utile de l'isolant, afin de garder une capacité supérieure à 50 pF.

En tenant compte de la faisabilité et des techniques de moulage disponibles sur le site de SuperGrid Institute, les dimensions finales fixées pour les échantillons tests ont été les suivantes, en ce qui concerne la partie utile d'isolant : 40 mm de longueur entre électrodes, 3 mm d'épaisseur entre électrodes et 17 mm de rayon interne. La capacité électrique de l'échantillon dans sa forme finale est ainsi de l'ordre de 80 pF.

Par ailleurs, dans le cadre de l'utilisation de la MOT, l'onde thermique qui arrive à l'isolant est affectée par l'interface électrode/isolant qu'elle doit traverser : elle peut être plus ou moins atténuée en fonction de l'inertie thermique de l'électrode qu'elle doit franchir. Dans le souci de réduire au mieux cet impact, l'électrode en contact avec le stimulus thermique doit avoir une épaisseur la plus fine possible. Dans notre étude, étant donné que nous nous intéressons à ce qui se passe au voisinage de l'âme conductrice, l'échelon thermique sera donc appliqué sur l'électrode interne afin d'avoir la meilleure résolution sur cette zone. C'est donc sur cette électrode que l'épaisseur de métal est la plus contraignante : ainsi, les épaisseurs des électrodes interne et externe ont respectivement été fixées à 2 mm et 5 mm.

Dans la configuration des échantillons envisagée, il subsiste encore la problématique du renforcement du champ électrique aux extrémités des électrodes (les effets de bord), qui doit être le plus faible possible afin d'assurer sur toute la longueur de l'échantillon une répartition uniforme du champ lors de l'application de la contrainte électrique. Dans ce but, des électrodes de garde ont été rajoutées de part et d'autre de l'électrode externe et une optimisation des échantillons a été faite grâce à des calculs de champ par simulation, sur trois différentes géométries, en faisant varier la longueur de l'électrode interne (voir figures 3.4 et 3.5).

Tableau 3.2: Les trois géométries d'échantillons testées

	Electrode interne	Electrode externe	Electrodes de garde	Epaisseur
Configuration 1	55 mm	40 mm	10 mm	3 mm
Configuration 2	62 mm	40 mm	10 mm	3 mm
Configuration 3	66 mm	40 mm	10 mm	3 mm

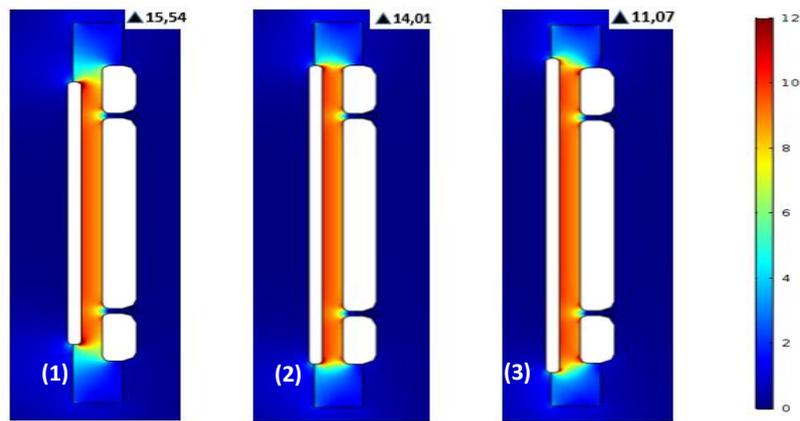


Figure 3.4 : Répartition du champ dans l'échantillon pour 28 kV CC appliquée sur l'électrode interne pour les 3 configurations d'échantillons

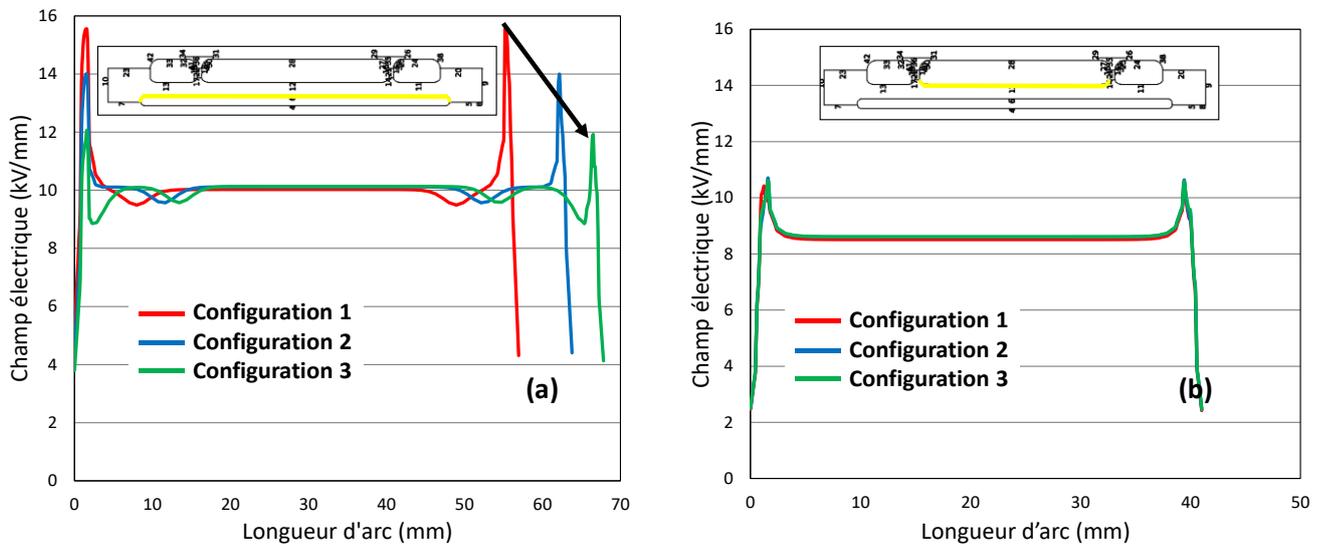


Figure 3.5 : Répartitions du champ le long de a) l'électrode interne et b) l'électrode externe pour les 3 configurations d'échantillons

De ces simulations, il ressort que la configuration qui présente le moins d'effets de bord est celle avec la longueur de l'électrode interne plus grande que la longueur de l'électrode externe rajoutée à celles des électrodes de garde (configuration 3).

Nous avons donc finalement opté pour les dimensions suivantes au niveau de l'échantillon test : une électrode externe de 40 mm (longueur utile pour les mesures de courant MOT), une électrode interne rallongée à 66 mm et des électrodes de garde de 10 mm. La configuration finale de l'échantillon est représentée dans la figure 3.6.

Les 50 mm de composite rajoutés aux deux extrémités des électrodes jouent un double rôle : ils permettent d'éviter un contournement électrique (claquage dans l'air) pendant l'application de la tension entre les électrodes interne et externe, mais servent également pour la connexion de l'échantillon au circuit hydraulique du banc de mesure MOT (voir Chapitre 4). Pour des raisons de praticité lors du démoulage des échantillons, une forme conique a été donnée au moule de part et d'autre de l'électrode interne, tout en conservant le cylindre droit dans la longueur des électrodes (partie utile).

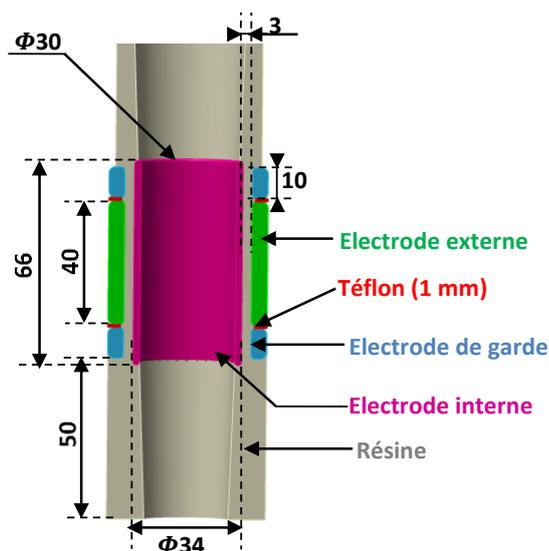


Figure 3.6 : Configuration finale des échantillons

3.2.2 Réalisation des échantillons

Afin de se rapprocher le plus possible des conditions réelles d'exploitation, les électrodes ont été réalisées en aluminium (même matériau que l'âme conductrice dans les postes blindés). En effet, les propriétés d'injection et d'accumulation de charges étant fortement dépendantes de la nature des matériaux au niveau de l'interface métal/isolant ^[KAO2004], il est nécessaire de réaliser les échantillons avec le même type de matériaux que l'isolateur réel. Toujours dans le souci de se rapprocher des conditions réelles de fonctionnement des isolateurs, la surface de l'électrode interne, où sera appliquée la contrainte électrique dans le cadre de nos essais, a été traitée par sablage afin de reproduire au mieux le contact électrode/isolant dans les PSEM. La surface de l'électrode interne en contact avec l'isolant est donc rugueuse, de rugosité moyenne arithmétique $R_a = 15 \mu m$ et celle de l'électrode externe (électrode de masse) est gardée lisse ($R_a = 1,1 \mu m$).

Suivant la géométrie de nos échantillons, un moule a été conçu. Il est constitué de deux demi coques cylindriques et d'une tige centrale (figure 3.7). Toutes les pièces sont réalisées en aluminium. Les deux coques et la tige centrale sont vissées sur une plaque servant de base. Des emplacements pour les électrodes sont prévus sur les différentes pièces.

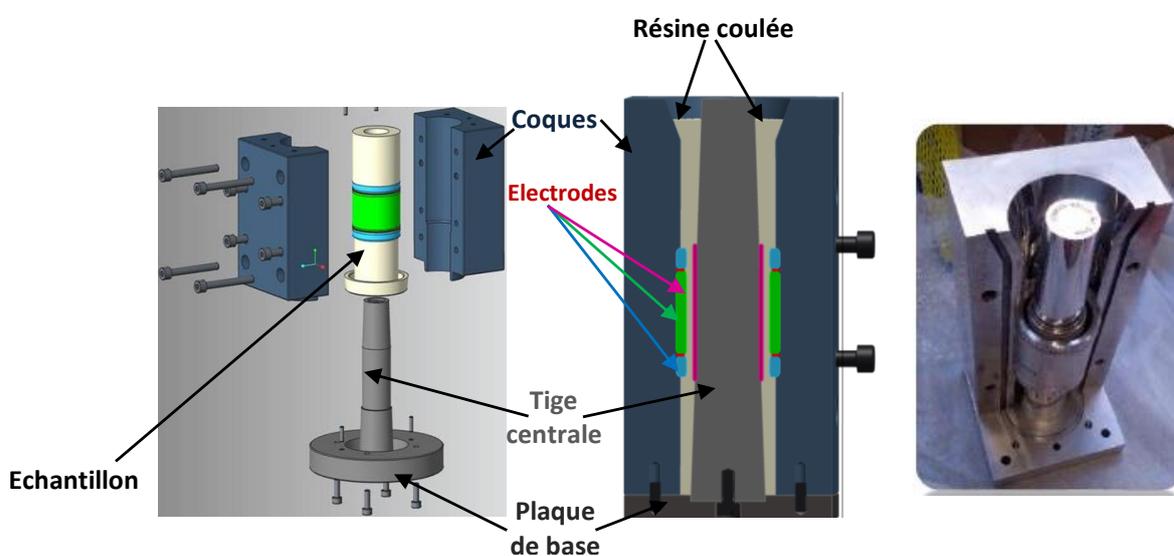


Figure 3.7 : Coupe et photographie du moule pour la réalisation des échantillons

Une fois le mélange résine époxyde/alumine réalisé suivant un protocole bien défini, la mixture est coulée dans le moule et l'ensemble est chauffé pour durcir le mélange. Une fois tout l'ensemble revenu à température ambiante, l'échantillon est démoulé et usiné aux dimensions (longueur de résine de part et d'autre des électrodes) définies précédemment. Une image de l'échantillon est donnée dans la figure 3.8.



Figure 3.8 : Echantillon après démoulage et usinage

3.3 Méthodes de caractérisation

En plus de la méthode de l'onde thermique mise en place et utilisée pour observer les charges d'espace dans les échantillons de résine époxyde chargée d'alumine, d'autres techniques ont été utilisées pour caractériser le matériau, essentiellement dans la phase préliminaire, dans le but de connaître ses propriétés dans son état initial. Les principes de ces techniques sont exposés ci-après.

3.3.1 Tomographie à rayons X

La tomographie à rayons X est une technique non destructive de reconstruction 3D d'un objet [THIERY2013, WILS2011, ZHANG2012, PEYRIN1996]. Elle permet de caractériser la microstructure de matériaux denses et poreux. Son principe consiste à retrouver le volume 3D de l'objet à partir d'une série de projections 2D. L'architecture générale d'un tomographe à rayons X est composée de deux grands ensembles principaux : un système d'acquisition des données et un système de reconstruction de l'image.

Le système d'acquisition a pour rôle d'effectuer la saisie des mesures indispensables à la reconstruction. Il se compose de trois éléments essentiels : une source pour la génération du rayonnement X, une platine de rotation sur laquelle repose l'objet à étudier et un détecteur de rayons X qui reçoit les différentes images numériques de l'objet (figure 3.9).

En tomographie « classique », les sources de rayonnement sont constituées d'un tube à rayons X alimenté par un générateur haute tension. La haute différence de potentiel accélère le faisceau d'électrons émis par la cathode du tube à rayons X, qui va percuter la cible anodique. Il se produit dès lors une émission de rayons X, soit par le phénomène de freinage des électrons (l'électron est freiné par le champ électromagnétique du noyau de la cible), soit par le phénomène de collision d'électrons (l'électron entre en collision avec les électrons d'un atome de la cible). En fonction de la direction du faisceau, on distingue deux types de tomographie : la tomographie à rayons X à faisceau parallèle et la tomographie à rayons X à faisceau conique. C'est cette dernière technologie qui a été utilisée pour notre étude.

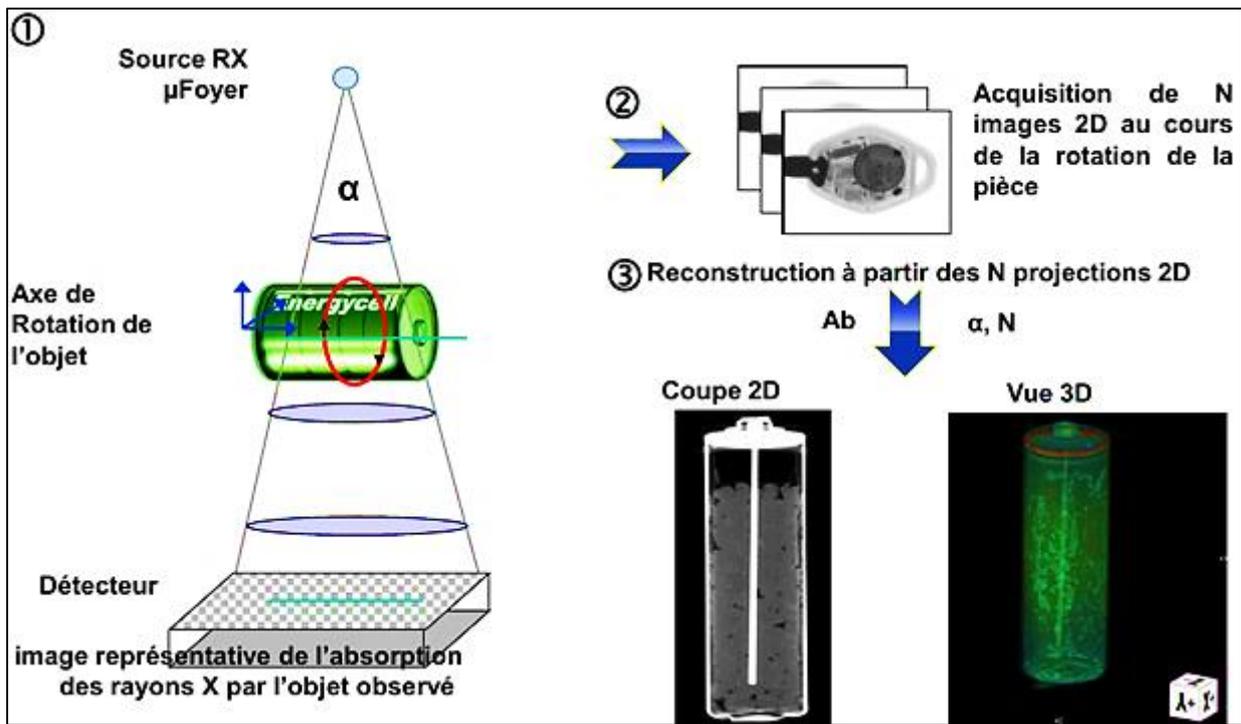


Figure 3.9 : Principe de la tomographie à rayons X. (1) Echantillon mis en rotation et acquisition d'images tous les $0,3^\circ$ à 1° . (2) Volume reconstruit à partir de ces images. (3) Visualisation en 3D et en coupe [POUPARD2016]

Les rayons X générés entrent par la suite en contact avec l'objet et interagissent avec la matière par trois principaux mécanismes : l'effet photoélectrique, l'effet de diffusion Compton et l'effet de diffusion de Rayleigh. Du fait de ces interactions, le rayonnement incident est absorbé et diminué en fonction de la nature du matériau et de son épaisseur : ce phénomène est appelé atténuation, caractérisée par un coefficient d'atténuation linéique (ou massique). Si N_0 est le nombre de photons incidents, le nombre de photon N_x transmis après traversée d'un objet d'épaisseur x peut s'écrire (d'après la loi de Beer) :

$$N_x(E) = N_0(E)e^{-\vartheta x} \quad (3.4)$$

avec ϑ le coefficient d'atténuation linéique et E l'énergie des photons.

La relation 3.4 peut faire intervenir explicitement la densité volumique du matériau, si elle est mise sous la forme $N_x = N_0 e^{-\frac{\vartheta}{\rho_c} \rho_c x}$, où $\frac{\vartheta}{\rho_c}$ représente le coefficient d'atténuation massique. Pour l'aluminium, par exemple, ce coefficient vaut $1,62 \cdot 10^{-1} \text{ cm}^2/\text{g}$ pour une énergie de 100 keV et $1,03 \cdot 10^{-1} \text{ cm}^2/\text{g}$ pour une énergie de 300 keV .

Les rayonnements X transmis arrivent enfin au niveau des détecteurs placés derrière l'objet analysé. Ces détecteurs sont équipés de capteurs numériques qui convertissent les photons reçus en images 2D. L'échantillon étant mis en rotation, le détecteur numérique va enregistrer des centaines d'images 2D sous différents angles. Grâce à un algorithme mathématique, l'objet est reconstruit en 3 dimensions à partir de ces données. Il est par la suite possible de visualiser l'image d'une section quelconque de l'objet.

Cette technologie est utilisée dans plusieurs domaines médicaux et industriels. Dans notre étude, elle a été utilisée pour la recherche de défauts dans les échantillons. En effet, grâce à la visualisation des coupes transversales selon tout plan, avec transparence ou couleur selon les parties, il est possible de connaître les caractéristiques de la structure interne de l'échantillon, telles que les dimensions, la forme, la position d'éléments les uns par rapport aux autres mais également de localiser des hétérogénéités et des défauts. Parmi les défauts détectés, on peut citer :

- Les fissures ;
- Les délaminations ;
- Les porosités ;
- Les inclusions ;
- Les défauts d'assemblage (défauts de contact, mauvais positionnement d'une pièce, ...) ;
- Les défauts de collage,

Ne possédant pas au sein du laboratoire IES et de SuperGrid Institute les moyens nécessaires pour effectuer cette étude, elle a été réalisée en externe par la société INSIDIX.

3.3.2 Décharges partielles

Lorsqu'un matériau isolant est soumis à une tension alternative, la répartition instantanée du champ n'est pas homogène du fait que l'ensemble de l'isolant constitue généralement un milieu hétérogène. Ainsi, dans les zones du diélectrique de permittivité plus faible, le champ électrique est plus élevé que dans le reste du diélectrique. Si la tension dépasse la limite de rigidité diélectrique pour ces zones, un claquage localisé peut avoir lieu. Ces zones sont le plus souvent des inclusions gazeuses.

On peut donc définir les décharges partielles (en abrégé DP), comme des décharges électriques qui apparaissent dans les diélectriques présentant des défauts (cavités, décollements, ...) dès qu'un champ suffisant est appliqué (par exemple, 3 kV/mm pour l'air à pression atmosphérique). Ces décharges sont dites partielles car elles ne court-circuitent pas l'ensemble de l'isolation mais elles provoquent néanmoins des dégradations locales du matériau pouvant conduire dans le temps au claquage de l'isolant complet ^[VU2011]. Suivant leur localisation, Kreuger a divisé les DP en quatre groupes : les décharges internes, les décharges de surface, les décharges couronne et les décharges en arborescence ^[KREUGER1990, KREUGER1993]. Dans notre étude, nous nous intéressons essentiellement aux décharges internes se produisant dans les éventuelles cavités, fissures et délaminations présentes dans les échantillons après fabrication. Le comportement des décharges internes peut être représenté par un circuit équivalent de trois condensateurs donné dans la figure 3.10.

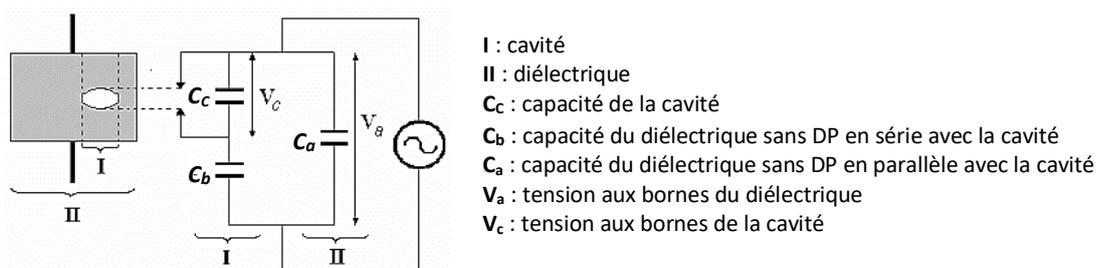


Figure 3.10 : Modèle électrique classique d'un diélectrique avec une cavité interne ^[KÖNIG1993, VU2011]

L'application d'une tension alternative V_a aux bornes du diélectrique fait apparaître une tension V_c dans la cavité. Lorsque cette dernière dépasse une certaine valeur critique, il y a apparition d'une décharge partielle. S'ensuivent alors une chute de la tension V_c et la disparition de la DP. La tension aux bornes de la cavité augmente à nouveau pour s'effondrer lorsque la valeur critique est à nouveau atteinte, produisant ainsi une nouvelle décharge. Ce phénomène perdure sur l'alternance positive jusqu'à ce que la tension V_a n'augmente plus au-delà du seuil d'apparition de la DP. Ce processus se produit également durant l'alternance négative. Pour que les DP mesurées soient caractérisées comme des DP dans l'isolation, elles doivent être généralement comprises entre 20° et 90°, puis entre 200° et 270° (figure 3.11). La tension à partir de laquelle ces DP sont observables est appelée Tension d'Apparition des Décharges Partielles ou TADP.

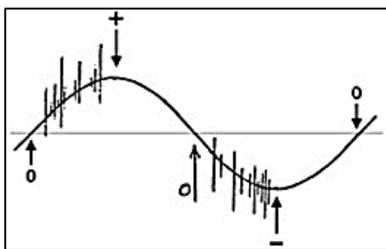


Figure 3.11 : Décharge partielle (DP) dans une cavité [EPFL2017]

Une des grandeurs permettant de caractériser le phénomène de décharges partielles est la charge apparente. En effet, lorsqu'une DP survient dans le matériau, une quantité de charge appelée charge transférée (charge réelle) se produit dans la cavité. Cette charge est un bon indicateur pour évaluer les DP, mais il n'existe aucune technique permettant de mesurer directement cette valeur. Par contre, la charge qui se déplace aux bornes de l'échantillon peut être mesurée : il s'agit de la charge apparente. La charge apparente, fonction de la charge réelle, est donnée par la relation :

$$q_{\text{apparente}} = \frac{C_b}{C_b + C_c} q_{\text{transférée}} \quad (3.5)$$

Le dispositif de mesure des DP utilisé dans la présente étude est représenté par la figure 3.12. Le transformateur HT délivre la tension alternative. Le circuit de détection des DP comporte une impédance de mesure Z en série avec un condensateur de couplage C_k et le tout est en parallèle avec l'échantillon testé.

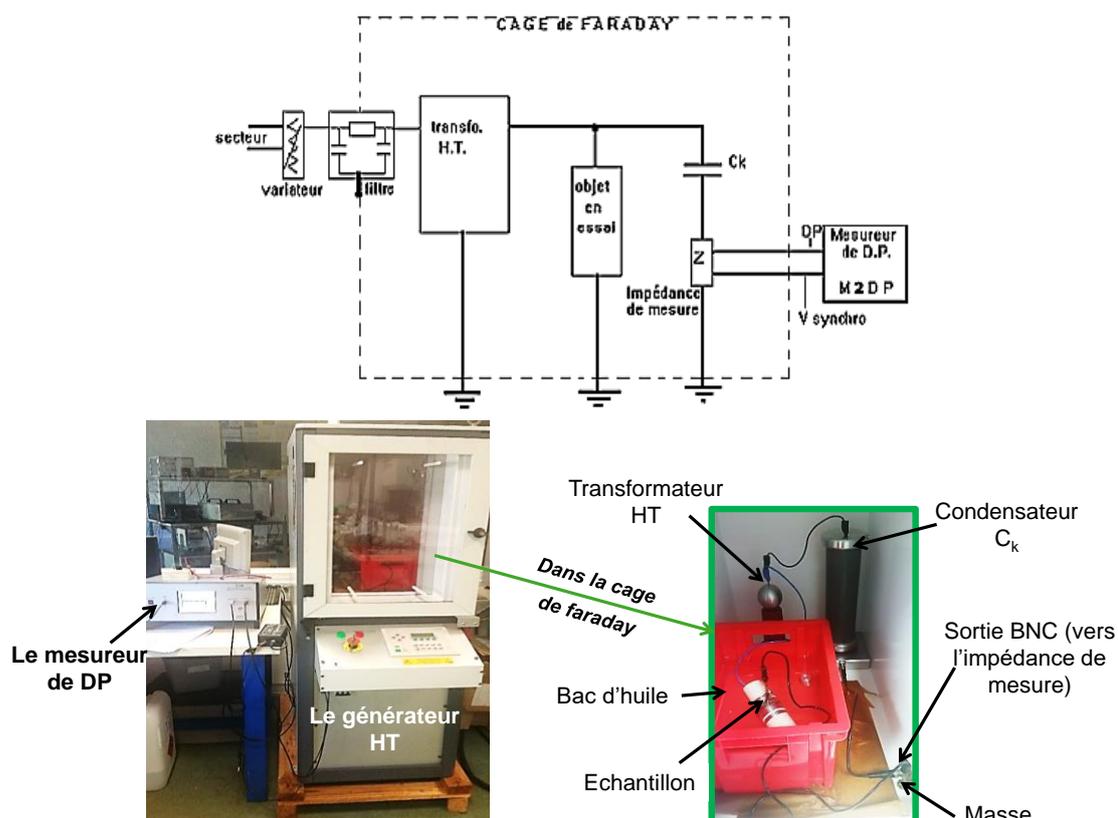


Figure 3.12 : Dispositif pour la mesure des DP avec échantillon relié à la terre

A l'application de la tension, lorsqu'une DP se produit dans l'objet à tester, un courant transitoire de quelques nanosecondes correspondant à la charge apparente, circule dans la boucle $Z - C_k - \text{échantillon}$. Cette impulsion est ensuite mesurée et observée à l'aide de l'appareil de mesure (le M2DP fourni par la société SES2i). La capacité de couplage associée à l'impédance de mesure apparaît comme de très faible

impédance à haute fréquence, permettant ainsi de transmettre la totalité des impulsions électriques liées à la décharge partielle.

La cage de Faraday permet de mettre à l'abri l'ensemble de l'installation des perturbations radioélectriques d'origine extérieure. L'échantillon est plongé dans une huile isolante pour éviter des décharges dans l'air et s'assurer que les DP mesurées sont uniquement dues aux décharges internes dans l'échantillon.

3.3.3 Spectroscopie diélectrique

La spectroscopie diélectrique est une technique à champ électrique variable permettant de mesurer, en fonction de la fréquence, les propriétés diélectriques des matériaux isolants. Dans notre travail, elle est utilisée pour déterminer la permittivité et le facteur de pertes du composite dans son état initial, mais également pour étudier l'influence de la teneur en eau du matériau isolant sur ces deux paramètres. Des mesures couvrant la gamme de fréquences comprises entre le mHz et le MHz peuvent être réalisées principalement par :

- Détermination de la capacité grâce à un montage à pont semblable au pont de Wheatstone, consistant à faire varier des résistances et des capacités pour obtenir un système équilibré ^[HIPPEL1961] ;
- Mesure du module et de la phase du courant lorsque l'échantillon est soumis à une tension d'amplitude et de fréquence connues (mesure de l'impédance complexe de l'échantillon). C'est cette technique que nous avons utilisée dans notre étude.

Le principe de la spectroscopie diélectrique (figure 3.13) consiste à appliquer aux bornes d'un échantillon une tension sinusoïdale de pulsation $\omega = 2\pi f$ et de faible amplitude U , $u(t) = U\sqrt{2} \sin(\omega t)$ (U^* en notation complexe). L'application de cette tension va entraîner un mouvement des dipôles présents dans le matériau, ce qui va induire un courant $i(t) = I\sqrt{2} \sin(\omega t + \varphi)$ (I^* en notation complexe), où φ est le déphasage du courant par rapport à la tension. L'impédance complexe est ainsi définie par le rapport entre ces deux grandeurs :

$$Z^*(\omega) = \frac{U^*(\omega)}{I^*(\omega)} \quad (3.6)$$

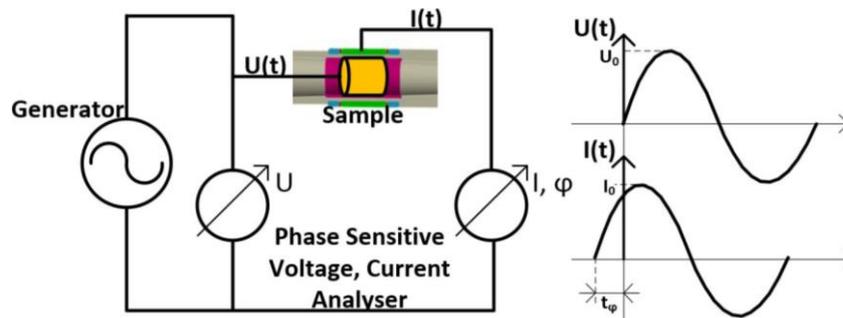


Figure 3.13 : Principe de la mesure en spectroscopie diélectrique

Soit $C^*(\omega)$ la capacité complexe de l'échantillon ; l'impédance complexe est ainsi donnée par la relation :

$$Z^*(\omega) = \frac{1}{j\omega C^*(\omega)} \quad (3.7)$$

La permittivité complexe et le facteur de pertes diélectriques sont déterminés par :

$$\varepsilon^*(\omega) = \varepsilon'(\omega) - j\varepsilon''(\omega) = \frac{1}{j\omega Z^*(\omega)C_0} = \frac{C^*(\omega)}{C_0} \quad (3.8)$$

$$\tan \delta = \frac{\varepsilon''(\omega)}{\varepsilon'(\omega)} \quad (3.9)$$

avec, en géométrie cylindrique, $C_0 = 2\pi\varepsilon_0 \frac{l}{\ln(\frac{r_e}{r_i})}$, où l , r_e et r_i sont respectivement la longueur, le rayon externe et interne de l'échantillon, dont les valeurs ont été définies précédemment (§ 3.2).

On détermine ainsi la permittivité et le facteur de pertes du matériau pour différentes valeurs de la fréquence et on obtient le spectre diélectrique de l'échantillon.

Dans notre étude, ces propriétés ont été mesurées grâce à un analyseur d'impédance Solartron 1260 couplé à une interface diélectrique Solartron 1296, dans une plage de fréquences allant de 0,01 Hz à 100 kHz et sous une tension alternative de 2 V efficace. Le banc de spectroscopie diélectrique est représenté dans la figure 3.14.



Figure 3.14 : Banc de spectroscopie diélectrique utilisé pour l'étude

3.3.4 Mesures de la charge d'espace - Méthode de l'Onde Thermique

3.3.4.1 Principe de mesure en court-circuit

La méthode de l'onde thermique (MOT) [TOUREILLE1987, TOUREILLE1990] consiste à mesurer un courant capacitif après l'application d'un échelon de température positif ou négatif sur l'une des faces d'un échantillon (figure 3.15). Ce courant est généré dans un circuit externe suite à la variation des charges d'influence présentes aux électrodes.

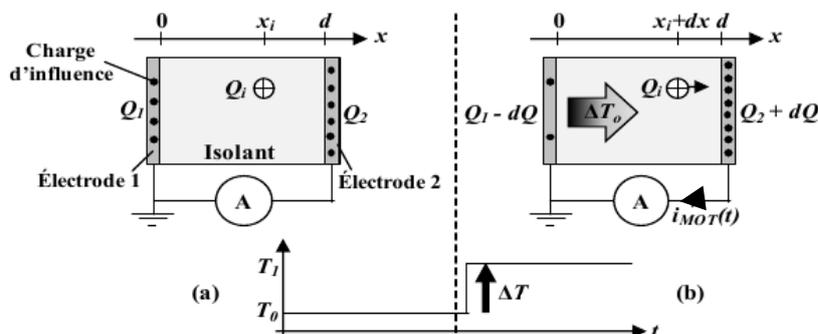


Figure 3.15 : Principe de la méthode de l'onde thermique : (a) échantillon en équilibre à T_0 et (b) application de l'échelon thermique ΔT [BAUDON2013]

En effet, l'application de l'excitation thermique va entraîner une diffusion du flux thermique dans le volume de l'isolant. Cette diffusion va conduire à une dilatation ou une contraction non-uniforme du matériau (modifiant ainsi légèrement la position de la charge d'espace par rapport aux électrodes) et à une variation locale de sa permittivité, ce qui va créer une redistribution des charges d'influence au niveau des électrodes. Cette méthode permet d'établir, à partir du courant mesuré, la distribution de la charge d'espace dans l'épaisseur de l'isolant. Elle présente l'avantage d'être adaptée aux échantillons à la fois minces et épais, tant en configuration plane qu'en géométrie cylindrique.

Considérons une plaque isolante d'épaisseur d et de surface S , munie d'électrodes connectées en court-circuit à la température T_0 . La plaque est supposée de longueur infinie ($d \ll \sqrt{S}$) et le matériau homogène, c'est-à-dire que le champ électrique y est considéré constant dans un plan parallèle aux électrodes. Soit une charge Q_i présente dans l'échantillon à la profondeur x_i . Ce plan chargé induit des charges d'influence Q_1 et Q_2 sur les électrodes, car le système échantillon/électrode/fil est en équilibre électrostatique (figure 3.15.a). Les expressions de ces charges d'influence sont obtenues à l'aide de :

- La condition de court-circuit :

$$\int_0^d E(x) dx = 0 \quad (3.10)$$

- La loi de la conservation de la charge électrique :

$$Q_1 + Q_2 + Q_i = 0 \quad (3.11)$$

- La conservation du déplacement électrique aux interfaces électrode/diélectrique :

$$\text{div}_s(\varepsilon \vec{E}) = Q/S \quad (3.12)$$

D'où les expressions ci-après des charges d'influence :

$$Q_1 = -\frac{d-x_i}{d} Q_i \quad (3.13)$$

$$Q_2 = -\frac{x_i}{d} Q_i \quad (3.14)$$

En appliquant un échelon de température ΔT sur l'une des faces de l'échantillon, le front thermique $\Delta T(x, t) = T(x, t) - T_0$ va diffuser dans l'échantillon et générer des variations locales de permittivité et d'abscisses (dilatation ou contraction) qui s'écrivent (au premier ordre) :

$$\varepsilon = \varepsilon_{T_0} (1 + \alpha_\varepsilon \Delta T) \quad (3.15)$$

$$dx = dx_0 (1 + \alpha_d \Delta T) \quad (3.16)$$

où α_ε et α_d sont respectivement le coefficient de variation de la permittivité et le coefficient de dilatation :

$$\alpha_\varepsilon = \frac{1}{\varepsilon} \frac{d\varepsilon}{dT} \quad \alpha_d = \frac{1}{x} \frac{dx}{dT}$$

En effet, la température a un double impact dans l'échantillon : d'une part, elle entraîne une dilatation ou une contraction du matériau, qui rend les abscisses dépendantes de la température, et d'autre part, la permittivité est dépendante de la température locale.

Ces variations d'abscisses et de permittivité avec la température vont entraîner des modifications des charges d'influence (figure 3.15.b), qui s'expriment par :

$$Q_1(t) = -Q_i \frac{\int_{x_i}^d \frac{dx}{\varepsilon(x,t)}}{\int_0^d \frac{dx}{\varepsilon(x,t)}} \quad (3.17)$$

$$Q_2(t) = -Q_i \frac{\int_0^{x_i} \frac{dx}{\varepsilon(x,t)}}{\int_0^d \frac{dx}{\varepsilon(x,t)}} \quad (3.18)$$

En posant $\alpha = \alpha_d - \alpha_\varepsilon = -\frac{1}{C} \frac{dC}{dT}$ et avec les relations décrites précédemment, on obtient l'expression de $Q_2(t)$ [CERNOMORCENCO2008] :

$$Q_2(t) = -Q_i \frac{x_i}{d} \left[1 + \frac{\alpha}{x_i} \int_0^{x_i} \Delta T(x,t) dx - \frac{\alpha}{d} \int_0^d \Delta T(x,t) dx \right] \quad (3.19)$$

Le courant mesuré dans le circuit externe, appelé courant d'onde thermique (ou courant MOT), est dû à la variation des charges d'influence :

$$I_{MOT}(t) = -\frac{dQ_2(t)}{dt} \quad (3.20)$$

En généralisant la charge Q_i à une densité volumique de charge ρ , le terme Q_i peut être remplacé par l'expression $Q_i = S \int_0^d \rho_c(x) dx$, avec $\rho_c(x) = \varepsilon \frac{dE(x)}{dx}$ la densité volumique de charge à l'abscisse x dans une couche plane d'épaisseur dx .

Par intégration sur toute l'épaisseur de l'échantillon isolant, le courant total dans le circuit s'exprime par [CERNOMORCENCO2008] :

$$I_{MOT}(t) = -\alpha C \int_0^d E(x) \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} dx \quad (3.21)$$

où C est la capacité électrique de l'échantillon avant l'excitation thermique.

Le courant d'onde thermique peut être mesuré à l'aide d'un amplificateur de courant. Son amplitude dépend de la quantité et de la distribution de charge stockée dans l'échantillon, mais aussi des paramètres physiques du matériau. En pratique, la valeur du courant varie de quelques picoAmpères à quelques microAmpères (dans le cas de capacités élevée comme celles des câbles avec des longueurs importantes).

Connaissant à chaque instant la valeur du courant et de la distribution spatiale de la température, les valeurs de la charge et sa répartition peuvent être déterminées par traitement mathématique [CHERIFI1992, NOTINGHER2001, NOTINGHER2009]

Du point de vue expérimental, l'échelon thermique est créé soit par la circulation d'un liquide froid (ou chaud) dans un radiateur sur lequel est posé l'échantillon à tester (figure 3.16), soit par la génération d'un courant dans une des électrodes (cas des câbles chauffés par effet Joule).

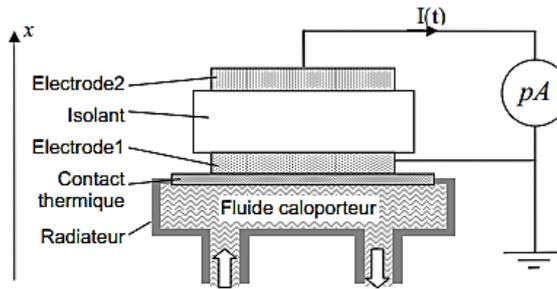


Figure 3.16 : Dispositif expérimental de la MOT en géométrie plane [MARTINEZ2010]

3.3.4.2 Mesure sous champ électrique appliqué continu

Pour les mesures sous haute tension continue, le dispositif de base de la MOT présente deux principaux inconvénients : l'amplificateur de courant ne doit pas être en contact avec la source haute tension et le courant d'onde thermique est susceptible d'être masqué par les courants de conduction et de polarisation pouvant survenir pendant l'application de la tension. Une solution à ces problèmes est l'utilisation d'un échantillon de « compensation », de mêmes dimensions et donc de même valeur de capacité que l'échantillon à tester, placé en opposition par rapport à ce dernier [MARTINEZ2010].

Le dispositif de mesure est alors constitué de l'échantillon de compensation, dont un côté est connecté à l'amplificateur de courant et l'autre à l'échantillon de mesure par l'intermédiaire d'une électrode, créant ainsi un double condensateur, en série avec l'échantillon de mesure placé sur le diffuseur thermique. Le potentiel est appliqué sur l'électrode centrale et l'échelon de température sur l'autre côté de l'échantillon à tester.

La mesure sous champ appliqué est alors réalisée en deux étapes :

- La phase de conditionnement : le potentiel est appliqué sur l'électrode centrale et l'amplificateur de courant est court-circuité (fig. 3.17.a). Ainsi, les deux échantillons forment un système de deux condensateurs identiques placés en parallèle.
- La phase de mesure : la source de tension est déconnectée. Le courant d'onde thermique est obtenu en excitant thermiquement, via le diffuseur thermique, l'échantillon à étudier (fig. 3.17.b).

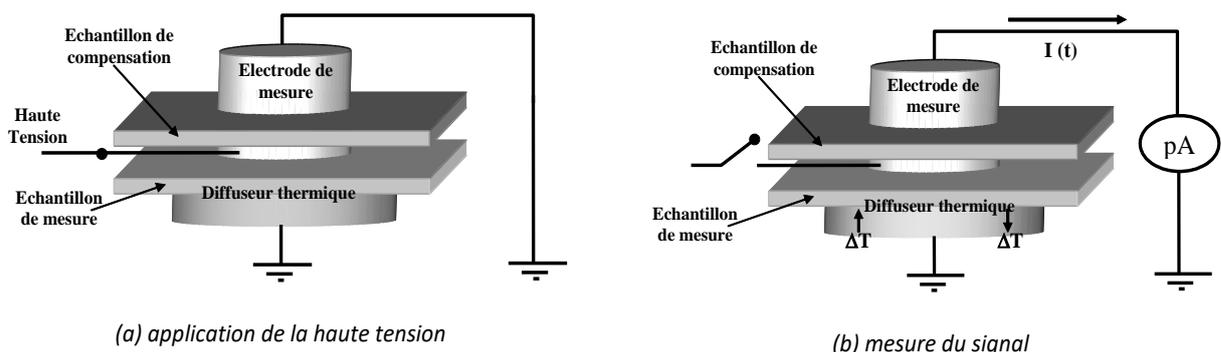


Figure 3.17 : Méthode de l'onde thermique sous champ appliqué [TOUREILLE2009]

Le courant mesuré dans le circuit externe est donné par la relation [MARTINEZ2010] :

$$I_{MOT}(t) = -\alpha C_2 \int_0^d E(x) \frac{\partial \Delta T(x, t)}{\partial t} dx \quad (3.22)$$

avec C_2 la capacité de 2 condensateurs identiques en série vue par l'amplificateur de courant : $C_2 = C/2$.

En supposant un échantillon de mesure vierge (sans charge d'espace), auquel on applique un faible champ, le champ électrique dans l'échantillon peut être considéré comme constant : $E = V/d$. Dans ce cas, le signal mesuré devient proportionnel à la tension appliquée V et peut être utilisé comme courant d'étalonnage pour le traitement mathématique du signal mesuré :

$$I_{MOT}(t) = -\alpha C_2 \frac{V}{d} \int_0^d \frac{\partial \Delta T(x, t)}{\partial t} dx \quad (3.23)$$

Si l'échantillon contient déjà des charges d'espace responsables d'un champ interne résiduel $E_r(x)$, et si un champ électrique externe est appliqué au matériau ($E_e = V/d$ ne modifiant pas la distribution de la charge d'espace), le champ total dans l'échantillon devient $E(x) = E_r(x) + E_e$. L'équation (3.23) peut alors être écrite sous la forme :

$$\begin{aligned} I_{MOT}(t) &= -\alpha C_2 \int_0^d [E_r(x) + E_e] \frac{\partial \Delta T(x, t)}{\partial t} dx \\ &= I_0(t) - \alpha C_2 \frac{V}{d} \int_0^d \frac{\partial \Delta T(x, t)}{\partial t} dx \\ &= I_0(t) + I_f(t) \end{aligned} \quad (3.24)$$

où $I_0(t)$ est le courant dû à la charge d'espace résiduelle et $I_f(t)$ le courant dû au champ électrique externe appliqué.

Le principe de mesure décrit ci-avant sur des échantillons de type plaques peut également être appliqué aux dispositifs cylindriques ^[AGNEL2001]. Cela fera l'objet d'une section du Chapitre 4.

Il est à noter que, si elle est utilisée dans une gamme de température proche de la température ambiante, cette technique présente l'avantage d'être non destructive, car elle ne modifie pas la structure du matériau et n'engendre pas de processus de décharge ou de dépolarisation (et donc ne modifie pas l'état électrique de l'échantillon pendant la mesure). Ceci permet de suivre l'évolution de la charge d'espace en fonction de différents paramètres (contrainte électrique, durée de mise sous contrainte, contrainte thermique, ...).

3.4 Conclusions

Dans ce chapitre, nous avons passé en revue la composition du matériau étudié et quelques-unes de ses propriétés diélectriques et physico-chimiques. Il s'agit d'un composite contenant une partie organique, la résine époxyde, et une partie minérale qui est l'alumine. Une des propriétés importantes de la résine est sa température de transition vitreuse, qui dans notre cas est de 115°C. Les études qui seront menées par la suite permettront d'analyser, en dessous et au voisinage de cette température, le comportement de l'isolant du point de vue de l'accumulation de la charge d'espace. Pour cela, parmi les différentes méthodes à stimulus permettant de mesurer la charge d'espace, c'est la méthode de l'onde thermique qui a été sélectionnée en raison de ces caractéristiques (sensibilité, épaisseurs analysables, géométrie possible des échantillons étudiés, test non-destructif,...). Le principe de base, appliqué aux géométries planes, a été décrit en détail dans cette partie du mémoire.

S'en est suivi la phase de conception et de réalisation d'échantillons selon des exigences imposées par les conditions de fonctionnement des isolateurs réels (échantillons de géométrie cylindrique). Dans le but d'observer la charge d'espace dans cette configuration, un banc de mesure suivant le principe de la MOT a été développé spécifiquement et sera présenté en détail dans le chapitre suivant, ainsi que les équations de base de la MOT en configuration cylindrique.

En plus de la technique mise en place pour mesurer la charge d'espace et le champ électrique interne, d'autres techniques de caractérisation ont été présentées dans ce chapitre. Pour l'observation d'éventuels défauts internes dans les échantillons, la tomographie à rayons X et la mesure des décharges partielles ont été décrites. La spectroscopie diélectrique a également été présentée ; elle sera utile, lors de la phase d'études préliminaires pour mesurer la permittivité et le facteur de pertes en fonction de la fréquence dans les échantillons utilisés pour l'étude.

CHAPITRE 4

Conception et réalisation d'un dispositif de mesure de charges d'espace

4.1	Aspects théoriques de la MOT en coordonnées cylindriques	66
4.1.1	Répartition de la température dans un isolant en géométrie cylindrique	67
4.1.2	Etablissement de l'expression du courant d'onde thermique en coordonnées cylindriques	69
4.1.3	MOT sous champ électrique continu appliqué – Etalonnage	72
4.2	Définition de l'architecture du dispositif expérimental : principe de la mesure.....	74
4.3	Conception et réalisation de la partie hydraulique	75
4.3.1	Dimensionnement du banc.....	75
4.3.2	Configuration finale et réalisation du circuit hydraulique.....	77
4.3.3	Circuit pneumatique.....	79
4.3.4	Conception et réalisation du système de connexion de l'échantillon	81
4.3.5	Cycles de fonctionnement du banc de mesure.....	84
4.4	Conception et réalisation de la partie mesure (acquisition et commande).....	86
4.5	Validation expérimentale du banc.....	88
4.6	Optimisation du dispositif expérimental.....	89
4.6.1	Amélioration du rapport signal/bruit (SNR)	89
4.6.2	Vérification de la reproductibilité des conditions de mesure – Mise en place de capteurs	92
4.7	Conclusions.....	95

Ce chapitre est principalement dédié à la mise en place du dispositif de mesure conçu pour la détection de la charge d'espace dans les isolants en résine époxyde chargée en alumine pour une application dans les PSEM HTCC. Au vu des exigences imposées par le cahier des charges (technique à résolution spatiale, test non destructif, méthode utilisable sur matériaux composites de forme cylindrique, sensibilité élevée, ...), le choix du principe de mesure s'est porté sur celui de la méthode de l'onde thermique (MOT) [MARTINEZ2010, CHERIFI1992]. Le banc de test à développer doit être dimensionné pour des configurations d'échantillons cylindriques, avec une application du stimulus thermique par le centre de l'échantillon.

La rédaction de ce chapitre est organisée comme suit : tout d'abord, la mise en équation détaillée de la méthode de l'onde thermique en coordonnées cylindriques, suivie de la présentation du principe d'architecture retenu pour le banc de mesure. Dans un troisième temps, une présentation détaillée allant de la conception à la réalisation du dispositif de mesure complet est faite. Elle est accompagnée de la description des différentes étapes de fonctionnement du banc final. A la fin du chapitre, sont présentés les tests effectués pour valider le bon fonctionnement du banc de mesure, les différentes améliorations apportées sur le dispositif final, ainsi que les conditions de mesure retenues pour les études de charge d'espace qui feront l'objet du dernier chapitre du mémoire.

4.1 Aspects théoriques de la MOT en coordonnées cylindriques

Historiquement, la méthode de l'onde thermique a été appliquée pour la première fois sur des échantillons plans (type plaque). Toutefois, comme nous l'avons déjà mentionné dans le mémoire, la configuration géométrique de l'isolant a un impact sur son comportement lorsqu'il est soumis à une excitation électrothermique. C'est ainsi que nous nous intéressons spécialement à l'application de la MOT en coordonnées cylindriques. Sa mise en équation a été détaillée par Sabir pour une application sur les câbles de transport d'énergie, avec un stimulus thermique appliqué sur la face externe du câble [SABIR1991]. Les équations sont réécrites pour une application de l'échelon thermique par le centre.

Considérons un échantillon isolant cylindrique de longueur l , de rayon interne r_i et de rayon externe r_e . Sur les faces interne et externe sont montées deux électrodes métalliques mises en court-circuit au travers d'un appareil de mesure de très faible impédance, comme le montre la figure 4.1.

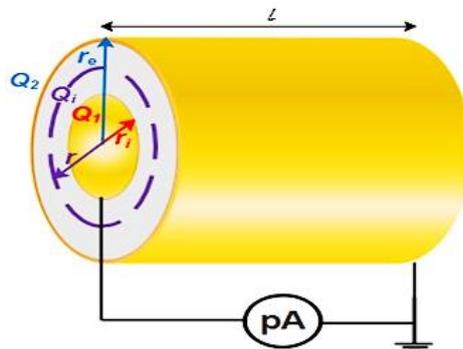


Figure 4.1 : Principe de la méthode de l'onde thermique en configuration cylindrique

Soit Q_i une charge située dans le cylindre de longueur l et de rayon r . Q_1 et Q_2 sont les charges images induites par influence totale respectivement sur les électrodes interne et externe. L'excitation thermique est appliquée sur la face interne du cylindre. L'établissement de l'expression finale du courant MOT est développé ci-après.

4.1.1 Répartition de la température dans un isolant en géométrie cylindrique

Supposons qu'avant application de l'échelon thermique, tout le système isolant est à la température constante T_0 . Soit R_e et R_i deux rayons équivalents qui tiennent compte des épaisseurs des électrodes et des contacts entre la source de chaleur et l'échantillon ($R_e > r_e$ et $R_i < r_i$). A l'instant t_0 , la température du cylindre de rayon R_i devient T_1 et celle du cylindre de rayon R_e est maintenue à T_0 .

Dans le cas général, l'équation de la chaleur est donnée par :

$$\frac{\partial T}{\partial t} = \frac{1}{w} \nabla^2 T \quad (4.1)$$

avec $w = 1/D$, où $D = \gamma/\rho \cdot c$ est la diffusivité thermique de l'isolant : γ , c et ρ désignent respectivement la conductivité thermique, la chaleur massique et la masse volumique du matériau isolant.

Si on considère que la température n'est fonction que de r , l'expression devient en coordonnées cylindriques :

$$\frac{\partial T(r, t)}{\partial t} = \frac{1}{w} \left(\frac{\partial^2 T(r, t)}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T(r, t)}{\partial r} \right) \quad (4.2)$$

Sous les conditions suivantes :
$$\begin{cases} T(R_e, t) = T_0 \quad \forall t \\ T(R_i, t) = T_1 \quad \forall t \geq 0 \\ T(r, 0) = T_0 \end{cases}$$

En faisant le changement de fonction suivant $\Delta T(r, t) = T(r, t) - T_0$, l'équation (4.2) devient :

$$\frac{\partial^2 \Delta T(r, t)}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial \Delta T(r, t)}{\partial r} = w \frac{\partial \Delta T(r, t)}{\partial t} \quad (4.3)$$

Avec les conditions suivantes :
$$\begin{cases} \Delta T(R_e, t) = 0 \quad \forall t \\ \Delta T(R_i, t) = \Delta T_0 \quad \forall t \geq 0 \\ \Delta T(r, 0) = 0 \end{cases}$$

On va chercher la solution $\Delta T(r, t)$ sous la forme $G(r) + H(r, t)$. En la remplaçant dans l'équation (4.3), on obtient :

$$\frac{d^2 G(r)}{dr^2} + \frac{1}{r} \frac{dG(r)}{dr} = 0 \quad (4.4)$$

$$\frac{\partial^2 H(r, t)}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial H(r, t)}{\partial r} = w \frac{\partial H(r, t)}{\partial t} \quad (4.5)$$

Et les conditions relatives à ces équations sont :
$$\forall t \begin{cases} H(R_i, t) = H(R_e, t) = 0 \\ H(r, 0) = -G(r) \\ G(R_e) = 0 \\ G(R_i) = \Delta T_0 \end{cases}$$

- Résolution de l'équation (4.4)

Posons $F(r) = dG(r)/dr$, la résolution de l'équation (4.4) devient celle d'une équation différentielle du premier ordre :

$$\frac{dF(r)}{dr} + \frac{1}{r}F(r) = 0 \Rightarrow \frac{dF(r)}{F(r)} = -\frac{dr}{r}$$

$$\Rightarrow F(r) = Ae^{-\ln r} = \frac{A}{r} \quad (4.6)$$

avec A une constante.

De cette expression de $F(r)$, on déduit celle de $G(r)$: $G(r) = \int F(r)dr = A \cdot \ln r + B$

$$\text{Or : } \begin{cases} G(R_i) = A \cdot \ln R_i + B = \Delta T_0 \\ G(R_e) = A \cdot \ln R_e + B = 0 \end{cases} \Rightarrow \begin{cases} A = \frac{\Delta T_0}{\ln\left(\frac{R_i}{R_e}\right)} \\ B = -\frac{\Delta T_0}{\ln\left(\frac{R_i}{R_e}\right)} \ln R_e \end{cases}$$

Ainsi, $G(r)$ est définie par l'expression finale ci-après :

$$G(r) = \frac{\Delta T_0}{\ln\left(\frac{R_i}{R_e}\right)} \ln\left(\frac{r}{R_e}\right) \quad (4.7)$$

- Résolution de l'équation (4.5)

La résolution de cette équation est détaillée par Sabir ^[SABIR1991]. Sa solution est :

$$H(r, t) = \sum_{n=1}^{\infty} [a_n \cdot j_0(\lambda_n r) + b_n \cdot y_0(\lambda_n r)] \cdot \exp\left(-\frac{\lambda_n^2 \cdot t}{W}\right) \quad (4.8)$$

où j_0 et y_0 sont respectivement les fonctions de Bessel de première et de seconde espèce d'ordre 0, avec a_n et b_n des constantes à déterminer.

A partir des deux conditions $H(R_i, t) = H(R_e, t) = 0$, on tire les deux équations suivantes :

$$a_n \cdot j_0(\lambda_n \cdot R_e) + b_n \cdot y_0(\lambda_n R_e) = 0 \quad (4.9)$$

$$a_n \cdot j_0(\lambda_n R_i) + b_n \cdot y_0(\lambda_n R_i) = 0 \quad (4.10)$$

Ces équations conduisent à l'équation unique ci-dessous :

$$y_0(\lambda_n R_e) \cdot j_0(\lambda_n R_i) - y_0(\lambda_n R_i) \cdot j_0(\lambda_n R_e) = 0 \quad (4.11)$$

L'équation (4.11) permet de déterminer les valeurs de λ_n .

$H(r, t)$ peut ainsi s'écrire sous la forme :

$$H(r, t) = \sum_{n=1}^{\infty} A_n \cdot U_0(\lambda_n r) \cdot \exp\left(-\frac{\lambda_n^2 \cdot t}{W}\right) \quad (4.12)$$

avec $U_0(\lambda_n r) = y_0(\lambda_n R_e) \cdot j_0(\lambda_n r) - y_0(\lambda_n r) \cdot j_0(\lambda_n R_e)$.

De la condition $H(r, 0) = -G(r)$, l'expression de A_n est déterminée : $A_n = -\frac{\int_{R_i}^{R_e} r \cdot G(r) \cdot U_0(\lambda_n r) \cdot dr}{\int_{R_i}^{R_e} r \cdot [U_0(\lambda_n r)]^2 \cdot dr}$.

- Expression de la variation de température $\Delta T(r, t)$

La variation de la température dans l'isolant est donc décrite par l'équation suivante :

$$\Delta T(r, t) = \frac{\Delta T_0}{\ln\left(\frac{R_i}{R_e}\right)} \ln\left(\frac{r}{R_e}\right) + \sum_{n=1}^{\infty} A_n \cdot U_0(\lambda_n \cdot r) \cdot \exp\left(-\frac{\lambda_n^2 \cdot t}{W}\right) \quad (4.13)$$

Si on considère une seule source de chaleur (appliquée sur l'intérieur du cylindre isolant) et la diffusion de la température sur un plan semi infini, la dérivée de la variation de la température à tout instant peut être donnée par la relation ^[SANTANA1994, NOTINGHER2009] :

$$\frac{\partial \Delta T(r, t)}{\partial t} = \Delta T_0 \frac{r}{R_i} \frac{(r - R_i)}{t} \sqrt{\frac{W}{4\pi t}} \exp\left(-\frac{W(r - R_i)^2}{4t}\right) \quad (4.14)$$

Dans la réalité, le passage de l'onde thermique à travers les interfaces liquide/électrode et électrode/isolant entraîne un étalement de la température qui doit être pris en compte. Pour simplifier les calculs, la notion d'« épaisseur équivalente » est introduite : on considère que l'épaisseur totale des différentes interfaces x_i de diffusivité thermique D_i est équivalente à une épaisseur x_0 de l'isolant de diffusivité thermique D_0 . On suppose donc que l'échelon thermique parfait est appliqué virtuellement à $R = R_i - x_0$ (figure 4.2). L'équation (4.14) devient :

$$\frac{\partial \Delta T(r, t)}{\partial t} = \Delta T_0 \frac{r}{R} \frac{(r - R)}{t} \sqrt{\frac{W}{4\pi t}} \exp\left(-\frac{W(r - R)^2}{4t}\right) \quad (4.15)$$

En posant $x = r - R$, l'équation (4.15) devient :

$$\frac{\partial \Delta T(x, t)}{\partial t} = \Delta T_0 \frac{x}{t} \frac{(x + R)}{R} \sqrt{\frac{W}{4\pi t}} \exp\left(-\frac{Wx^2}{4t}\right)$$

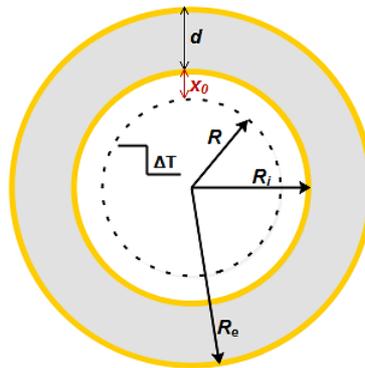


Figure 4.2 : Epaisseur équivalente pour la MOT en géométrie cylindrique avec application du stimulus thermique par l'intérieur

4.1.2 Etablissement de l'expression du courant d'onde thermique en coordonnées cylindriques

4.1.2.1 Expression des conditions électriques du système

On suppose que les points situés sur le cylindre de rayon r et de longueur l (figure 4.1) sont tous dans le même état électrique : cela implique que la densité de charges piégées sur ce cylindre est constante.

Soit Q_i cette charge, la condition d'influence totale impose la relation ci-après :

$$Q_i + Q_1 + Q_2 = 0 \quad (4.16)$$

avec Q_1 et Q_2 respectivement les charges images induites sur les électrodes interne et externe.

En définissant la variable u comprise entre r_i et r_e , la condition des électrodes en court-circuit implique une circulation du champ $E(r)$ nulle dans l'intervalle $[r_i, r_e]$:

$$\int_{r_i}^{r_e} E(u) du = 0 \quad (4.17)$$

L'application du théorème de Gauss permet d'écrire les expressions du champ $E(u)$ suivantes :

- Pour $r_i < u < r$,

$$E(u) = \frac{Q_1}{2\pi u l \varepsilon} = -\frac{Q_i + Q_2}{2\pi u l \varepsilon} \quad (4.18)$$

- Pour $r < u < r_e$,

$$E(u) = \frac{Q_1 + Q_i}{2\pi u l \varepsilon} = -\frac{Q_2}{2\pi u l \varepsilon} \quad (4.19)$$

A partir des expressions (4.17), (4.18) et (4.19), on retrouve :

$$Q_2 = -Q_i \frac{\int_{r_i}^r \frac{du}{u \varepsilon}}{\int_{r_i}^{r_e} \frac{du}{u \varepsilon}} \quad (4.20)$$

A cette dernière équation, va s'appliquer l'influence de la température qui est détaillée ci-après.

4.1.2.2 Effet de la température

La diffusion du flux thermique dans l'échantillon provoque des variations non homogènes de la température locale qui ont un double effet sur l'échantillon : d'une part elles créent une contraction ou une dilatation non uniforme du matériau dans la direction radiale et, d'autre part elles sont à l'origine d'une variation locale de la permittivité. On définit les coefficients α_r et α_ε comme étant respectivement les coefficients de dilation et de variation de permittivité :

$$\alpha_r = \frac{1}{r} \cdot \frac{\partial r}{\partial \Delta T} \text{ et } \alpha_\varepsilon = \frac{1}{\varepsilon} \cdot \frac{\partial \varepsilon}{\partial \Delta T}$$

ΔT étant la fonction de variation de la température définie précédemment par l'équation (4.13).

Après dilation ou contraction du matériau, le déplacement radial élémentaire du devient :

$$du \cdot (1 + \alpha_r \cdot \Delta T(u, t))$$

Le déplacement radial u s'écrit alors :

$$u + \int_{R_i}^u \alpha_r \cdot \Delta T(v, t) dv \quad (4.21)$$

De même, la permittivité ε s'écrit :

$$\varepsilon \cdot (1 + \alpha_\varepsilon \cdot \Delta T(u, t)) \quad (4.22)$$

A partir de l'expression de « du » et des équations (4.21) et (4.22), la quantité $du/u\varepsilon$, en appliquant le développement au premier ordre de $(1 + \xi)^n$ [$(1 + \xi)^n = 1 + n\xi$, avec $\xi \ll 1$], devient :

$$\frac{du}{u\varepsilon} \cdot (1 + \alpha \cdot \Delta T(u, t)) - \frac{1}{u} \cdot \int_{R_i}^u \alpha \cdot \Delta T(v, t) \cdot dv \quad (4.23)$$

avec $\alpha = \alpha_r - \alpha_\varepsilon$

Soit $\overline{\Delta T}(u, t)$ la valeur moyenne de $\Delta T(u, t)$ dans les régions comprises entre u et R_i . Cette quantité est définie par :

$$\overline{\Delta T}(u, t) = \frac{1}{u - R_i} \int_{R_i}^u \Delta T(v, t) dv \quad (4.24)$$

L'équation (4.24) peut alors s'exprimer sous la forme :

$$\frac{du}{u\varepsilon} \cdot (1 + \alpha \cdot \Delta T(u, t)) - \frac{u - R_i}{u} \cdot \alpha \cdot \overline{\Delta T}(u, t) \quad (4.25)$$

$\overline{\Delta T}(u, t) < \Delta T(u, t)$ et $\frac{u - R_i}{u} < 1$ implique $\frac{u - R_i}{u} \cdot \overline{\Delta T}(u, t) \ll \Delta T(u, t)$

L'expression (4.25) se simplifie et devient :

$$\frac{du}{u\varepsilon} \cdot (1 + \alpha \cdot \Delta T(u, t)) \quad (4.26)$$

En remplaçant $du/u\varepsilon$ dans l'équation (4.20) par sa nouvelle expression définie ci-avant (4.26), et en appliquant une intégration et un développement du premier ordre, on obtient :

$$Q_2 = -Q_i \cdot \frac{\ln\left(\frac{r}{r_i}\right)}{\ln\left(\frac{r_e}{r_i}\right)} \cdot \left[1 + \frac{\alpha}{\ln\left(\frac{r}{r_i}\right)} \int_{r_i}^r \Delta T(u, t) \cdot \frac{du}{u} - \frac{\alpha}{\ln\left(\frac{r_e}{r_i}\right)} \int_{r_i}^{r_e} \Delta T(u, t) \cdot \frac{du}{u} \right] \quad (4.27)$$

4.1.2.3 Expression du courant MOT

Dans le cas d'une distribution de charges de densité $\rho(r)$, le courant sera la somme des contributions des charges Q_i . Or $dQ_i = \rho(r)dv$ et $dv = 2\pi r l dr \Rightarrow Q_i = \int_{r_i}^{r_e} 2\pi r l \rho(r) dr$. Le courant s'établissant dans le circuit externe correspond à la variation de la charge Q_2 , $I(t) = -dQ_2/dt$. D'où :

$$I(t) = \int_{r_i}^{r_e} r \rho(r) f(r, t) dr \quad (4.28)$$

avec $f(r, t) = \frac{C_0}{\varepsilon} \alpha \cdot \left[\int_{r_i}^r \frac{\partial \Delta T(u, t)}{\partial t} \cdot \frac{du}{u} - \frac{\ln\left(\frac{r}{r_i}\right)}{\ln\left(\frac{r_e}{r_i}\right)} \cdot \int_{r_i}^{r_e} \frac{\partial \Delta T(u, t)}{\partial t} \cdot \frac{du}{u} \right]$ et $C_0 = \frac{2\pi l \varepsilon}{\ln\left(\frac{r_e}{r_i}\right)}$ la capacité électrique de l'échantillon (à la température initiale T_0).

D'après l'équation de Poisson, $\text{div}(\vec{E}) = \frac{1}{r} \frac{d}{dr} (rE(r)) = \frac{\rho}{\varepsilon} \Rightarrow r\rho(r) = \varepsilon \frac{d}{dr} (rE(r))$. En remplaçant $r\rho(r)$ par son expression dans l'équation (4.28), on obtient :

$$I(t) = \varepsilon \int_{r_i}^{r_e} \frac{d}{dr} (rE(r)) f(r, t) dr \quad (4.29)$$

On notera que $\forall t, f(r_i, t) = f(r_e, t) = 0$, et ainsi une intégration par partie peut être appliquée à l'expression de $I(t)$:

$$I(t) = \varepsilon [rE(r)f(r, t)]_{r_i}^{r_e} - \varepsilon \int_{r_i}^{r_e} rE(r) \frac{\partial f(r, t)}{\partial r} dr$$

comme $f(r_i, t) = f(r_e, t) = 0$, alors :

$$I(t) = -\varepsilon \int_{r_i}^{r_e} rE(r) \frac{\partial f(r, t)}{\partial r} dr \quad (4.30)$$

En posant, $r \frac{\partial f(r, t)}{\partial r} = \frac{C_0}{\varepsilon} \alpha \left[\frac{\partial \Delta T(r, t)}{\partial t} + Y(t) \right]$, avec $Y(t) = \frac{1}{r_i \ln\left(\frac{r_e}{r_i}\right)} \int_{r_i}^{r_e} \frac{\partial \Delta T(u, t)}{\partial t} \cdot \frac{du}{u}$ une fonction indépendante de r , l'expression de $I(t)$ s'écrit :

$$I(t) = -\alpha C_0 \int_{r_i}^{r_e} E(r) \left[\frac{\partial \Delta T(r, t)}{\partial t} + Y(t) \right] dr \quad (4.31)$$

La condition de court-circuit impose une circulation du champ électrique $\int_{r_i}^{r_e} E(r) dr$ nulle :

$$\int_{r_i}^{r_e} E(r) Y(t) dr = Y(t) \int_{r_i}^{r_e} E(r) dr = 0$$

D'où l'expression finale du courant MOT dans le circuit externe de mesure donnée par :

$$I(t) = -\alpha C_0 \int_{r_i}^{r_e} E(r) \frac{\partial \Delta T(r, t)}{\partial t} dr \quad (4.32)$$

En introduisant l'« épaisseur équivalente » x_0 , les limites de l'intégrale (r_i et r_e) peuvent être remplacées par $r_i - x_0$ et $r_e - x_0$:

$$I(t) = -\alpha C_0 \int_{r_i - x_0}^{r_e - x_0} E(r) \frac{\partial \Delta T(r, t)}{\partial t} dr \quad (4.33)$$

4.1.3 MOT sous champ électrique continu appliqué - Etalonnage

Comme dans le cas des échantillons plans (§ 3.3.4.2), la mesure sous champ électrique continu appliqué nécessite deux échantillons identiques (de même capacité électrique). Dans un premier temps, un faible champ électrique est appliqué sur les électrodes externes des deux échantillons et l'amplificateur de courant est placé en court-circuit (figure 4.3.a). Dans la deuxième étape, la source de tension est déconnectée et, après vérification de la stabilité du potentiel appliqué sur les électrodes externes, le stimulus thermique est appliqué à l'intérieur de l'échantillon de mesure et la mesure de courant MOT est réalisée sur l'électrode interne de l'échantillon de compensation (figure 4.3.b). L'appareil de mesure voit donc une capacité équivalente à deux condensateurs identiques en série, $C_2 = C_0/2$ où C_0 est la capacité de chaque échantillon (avant excitation thermique).

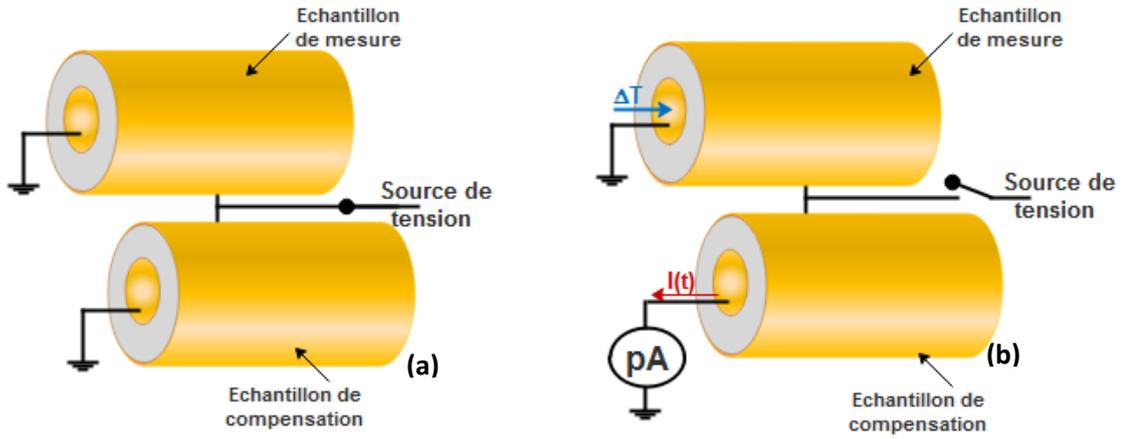


Figure 4.3 : MOT sous champ continu appliqué en coordonnées cylindriques :
 (a) application du champ (b) application du stimulus thermique et mesure MOT

L'expression du courant d'onde thermique, en absence de charge d'espace, est alors donnée par :

$$I(t) = -\alpha C_2 \frac{V}{\ln\left(\frac{r_e}{r_i}\right)} \int_{r_i-x_0}^{r_e-x_0} \frac{1}{r} \frac{\partial \Delta T(r, t)}{\partial t} dr \quad (4.34)$$

Ce courant est donc la moitié de celui mesuré dans les conditions classiques avec un seul échantillon mis en court-circuit.

Si l'échantillon de mesure contient un champ résiduel $E_r(r)$ provoqué par une charge d'espace déjà accumulée, le champ total dans l'échantillon devient alors $E(r) = E_r(r) + E_a(r)$, où $E_a(r)$ est le champ électrique externe appliqué. Si le champ appliqué est faible (de l'ordre du kV/mm), ce champ externe ne modifie pas la distribution de la charge d'espace et le courant d'onde thermique devient :

$$\begin{aligned} I(t) &= -\alpha C_2 \int_{r_i-x_0}^{r_e-x_0} [E_r(r) + E_a(r)] \frac{\partial \Delta T(r, t)}{\partial t} dr \\ &= -\alpha C_2 \int_{r_i-x_0}^{r_e-x_0} E_r(r) \frac{\partial \Delta T(r, t)}{\partial t} dr - \alpha C_2 \frac{V}{\ln\left(\frac{r_e}{r_i}\right)} \int_{r_i-x_0}^{r_e-x_0} \frac{1}{r} \frac{\partial \Delta T(r, t)}{\partial t} dr \end{aligned} \quad (4.35)$$

$\Rightarrow I(t) = I_0(t) + I_f(t)$ où $I_0(t)$ est le courant dû à la charge d'espace résiduelle et $I_f(t)$ le courant dû au champ électrique externe appliqué.

Ces mesures sous faible champ sont utilisées pour déterminer les paramètres du matériau (α , W et x_0), nécessaires au traitement numérique des signaux de courant. Soient $I_+(t)$ et $I_-(t)$ les courants d'onde thermique mesurés respectivement sous $+E_a(r)$ et $-E_a(r)$ appliqués :

$$I_+(t) = -\alpha C_2 \int_{r_i-x_0}^{r_e-x_0} [E_r(r) + E_a(r)] \frac{\partial \Delta T(r, t)}{\partial t} dr \quad (4.36)$$

$$I_-(t) = -\alpha C_2 \int_{r_i-x_0}^{r_e-x_0} [E_r(r) - E_a(r)] \frac{\partial \Delta T(r, t)}{\partial t} dr \quad (4.37)$$

La différence entre ces deux courants s'écrit :

$$I_D(t) = I_+(t) - I_-(t) = -2\alpha C_2 \frac{V}{\ln\left(\frac{r_e}{r_i}\right)} \int_{r_i-x_0}^{r_e-x_0} \frac{1}{r} \frac{\partial \Delta T(r, t)}{\partial t} dr = -2 I_{\text{étalonnage}}(t) \quad (4.38)$$

où $I_{\text{étalonnage}}(t)$ est le courant d'étalonnage fonction de la tension appliquée et des paramètres du matériau isolant. En considérant $K(t) = \int_{r_i-x_0}^{r_e-x_0} \frac{1}{r} \frac{\partial \Delta T(r,t)}{\partial t} dr$, le courant d'étalonnage s'écrit :

$$I_{\text{étalonnage}}(t) = -\alpha C_2 \frac{V}{\ln\left(\frac{r_e}{r_i}\right)} \int_{r_i-x_0}^{r_e-x_0} \frac{1}{r} \frac{\partial \Delta T(r,t)}{\partial t} dr = -\alpha C_2 \frac{V}{\ln\left(\frac{r_e}{r_i}\right)} K(t) \quad (4.39)$$

Connaissant $\frac{\partial \Delta T}{\partial t}$ et donc $K(t)$ dans l'échantillon à tout instant, cela permet de déterminer les paramètres W et x_0 . La mesure de $I_{\text{étalonnage}}(t)$ sert à déterminer α .

Par la suite, le champ électrique est déterminé par décomposition en transformée de Fourier et la densité de charge est obtenue grâce à l'équation de Poisson [NOTINGHER2009].

4.2 Définition de l'architecture du dispositif expérimental : principe de la mesure

Dans la pratique, l'échelon de température est généré par la circulation d'un fluide caloporteur sur l'une des faces de l'échantillon. Cette dernière est en contact direct avec le liquide et joue ainsi le rôle de radiateur : dans notre cas, il s'agit de l'électrode interne (cf. § 3.2). L'électrode externe joue alors le rôle d'électrode de mesure. Elle est reliée à l'électrode interne à travers l'amplificateur de courant pour la mesure du courant MOT (figure 4.4).

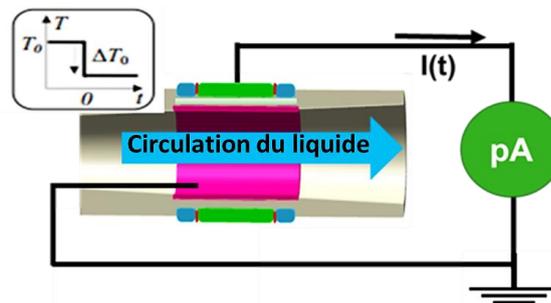


Figure 4.4 : Principe de la méthode de l'onde thermique appliquée aux échantillons cylindriques

Deux réservoirs contenant respectivement un liquide maintenu à la température T_0 et l'autre à T_1 , servent de sources de température nécessaires pour créer l'échelon thermique. Pour la circulation du liquide, il est nécessaire de concevoir un circuit hydraulique où, grâce à des pompes placées aux sorties des réservoirs, on fait tout d'abord circuler le liquide à la température T_0 pour mettre l'échantillon à la température initiale. Par la suite, on fait circuler le liquide à la température T_1 pour générer l'échelon thermique dans l'échantillon et mesurer le courant MOT. Partant de ce raisonnement, une architecture de base du dispositif expérimental a été définie et est représentée dans la figure 4.5.

A partir de cette architecture, une étude sur le recensement et sur le dimensionnement des différents composants rentrant dans la réalisation du banc a été menée. La réalisation du banc peut ainsi être présentée en deux grandes phases :

- La conception de la partie hydraulique afin de générer le stimulus thermique ;
- La conception de la partie mesure englobant la commande des équipements et l'acquisition des différentes données.

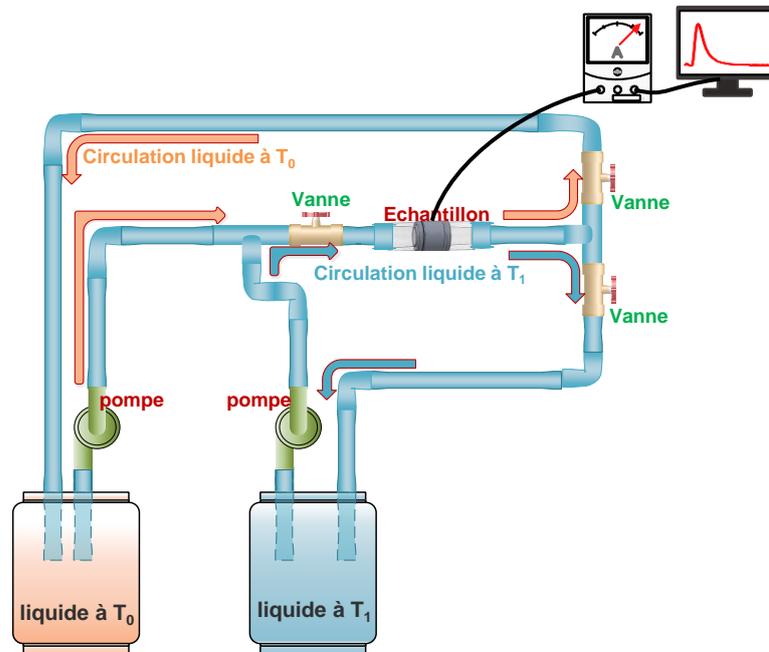


Figure 4.5 : Principe de génération de l'échelon thermique et architecture de base du dispositif expérimental

4.3 Conception et réalisation de la partie hydraulique

4.3.1 Dimensionnement du banc

Bien que le fluide final utilisé soit un mélange de 80% d'eau et de 20% d'éthanol permettant de descendre à des valeurs de températures négatives sans modifier l'état liquide du fluide, l'étude de dimensionnement du banc est effectuée en considérant de l'eau pure. Ces calculs sont sensiblement équivalents pour un mélange eau/éthanol car les valeurs des principales propriétés physiques utilisées sont proches. Il s'agit principalement de la masse volumique ($\rho_{eau} = 1000 \text{ kg/m}^3$ et $\rho_{mélange} = 957,8 \text{ kg/m}^3$) et de la chaleur spécifique ($Cp_{eau} = 4185 \text{ J/kg/K}$ et $Cp_{mélange} = 3840 \text{ J/kg/K}$).

Trois paramètres de départ nous ont permis d'effectuer les calculs de dimensionnement du dispositif de mesure. Il s'agit de la durée de la mesure MOT, de la vitesse et de la température du liquide.

- La température du liquide doit être choisie de façon à ce qu'elle n'affecte pas l'état électrique du matériau au cours d'une mesure. Pour éviter le plus possible de fournir de l'énergie aux charges piégées dans l'isolant et donc d'éviter de les faire évoluer pendant une mesure (décharge, dépolarisation stimulée thermiquement), la température du liquide caloporteur doit être la moins élevée possible. Dans ce but, pour générer l'échelon thermique, le choix a été de faire varier la température des liquides en dessous de la température ambiante ($T \leq 25^\circ\text{C}$). Nous avons donc prévu une température minimale de $T_{min} = -10^\circ\text{C}$, pour la température T_1 .
- La durée de la mesure MOT correspond à la durée caractéristique de la diffusion de la température dans l'échantillon. Elle dépend de l'épaisseur de l'échantillon et de la nature du matériau (sa diffusivité thermique). La diffusivité thermique D s'exprime en m^2/s . Avec δ et τ respectivement la distance et la durée caractéristiques d'un phénomène de diffusion, l'équation de la chaleur nous donne approximativement :

$$\tau \approx \frac{\delta^2}{D} \quad (4.40)$$

avec $\delta = 3 \text{ mm}$ correspondant à l'épaisseur d'isolant de l'échantillon et $D \sim 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$ pour une résine époxyde chargée en alumine, on trouve un τ de l'ordre de la dizaine de seconde. Nous avons donc choisi pour notre étude une durée de mesure $t_{mes} = 15 \text{ s}$.

- La vitesse du liquide est déterminée de sorte à générer le meilleur échange de chaleur entre le fluide et la paroi interne de l'échantillon. Dans notre cas, le transfert de température se fait essentiellement par convection forcée et tient ainsi compte du régime d'écoulement du liquide (régime laminaire, régime transitoire ou régime turbulent). L'écoulement le plus favorable aux échanges thermiques est l'écoulement turbulent. En effet, quel que soit le régime d'écoulement, il existe toujours une couche limite dynamique constituant une grande partie de la résistance thermique de convection. Dans cette couche, l'écoulement est laminaire et son épaisseur dépend du nombre de Reynolds R_e . Plus ce dernier est grand, plus cette couche limite est mince. Afin de garantir un écoulement turbulent, le nombre de Reynolds doit être supérieur à une valeur limite. Dans la littérature, les valeurs limites sont assez variées et comprises entre 2000 et 10 000 [LALLEMAND2015, MOLLON2012, MARCHESE2009]. Pour notre dimensionnement, nous avons donc choisi un nombre de Reynolds $R_e > 10\,000$ pour se situer dans les conditions les plus critiques.

$$R_e = \frac{v \cdot \emptyset}{\nu} \geq 10\,000 \Rightarrow v \geq 10\,000 \cdot \frac{\nu}{\emptyset} \quad (4.41)$$

avec v la vitesse du liquide, $\emptyset = 30 \cdot 10^{-3} \text{ m}$ le diamètre interne de l'échantillon en prenant en compte l'épaisseur de l'électrode interne et $\nu \approx 1 \cdot 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$ la viscosité cinématique de l'eau à 20°C . Il faudrait ainsi, pour assurer un écoulement turbulent, une vitesse du liquide $v \geq 0,3 \text{ m/s}$. Les éventuelles pertes de charges pouvant survenir dans le circuit hydraulique peuvent entraîner une baisse de la vitesse du liquide. Pour anticiper sur cela, il faudrait choisir une vitesse du liquide au-dessus de la valeur minimale calculée. Nous avons opté pour une vitesse du liquide six fois supérieure à celle calculée soit une vitesse $v = 2 \text{ m/s}$.

A partir de ces 3 grandeurs, nous avons déterminé le débit volumique q , la capacité volumique des réservoirs $V_{liquide}$ et la puissance P_{cal} nécessaire pour ramener un liquide de la température T_0 (25°C) à la température minimale de -10°C :

- Le débit volumique est calculé à partir de l'expression suivante : $q = v \cdot S = v \cdot \pi \frac{\emptyset^2}{4}$. Après calcul, on trouve un débit du liquide de $5 \text{ m}^3/\text{h}$.
- Partant de cette valeur du débit, le volume de liquide nécessaire pour effectuer une mesure est déterminé : $V = q \cdot t_{mes}$. Après calcul, il ressort qu'une mesure nécessite 20 l de liquide. Comme il sera détaillé dans la section 4.3.5, une mesure en utilisant notre dispositif expérimental est faite en trois étapes, la deuxième étape dite de « roue libre » ne durant que quelques secondes (de 2 à 3 s), un volume de liquide supplémentaire d'environ 5 l est nécessaire. Ainsi, pour la suite du dimensionnement, nous considérons un volume $V_{liquide} = 50 \text{ l}$ afin de pouvoir réaliser deux mesures consécutives.
- De là, l'énergie Q nécessaire pour abaisser la température du liquide de 25°C à -10°C est déterminée grâce à l'expression $Q = m \cdot C_p \cdot \Delta T$, où $m = 50 \text{ kg}$ est la masse du liquide (considérée dans une première approche comme de l'eau pure), $\Delta T = 35^\circ\text{C}$ la différence entre la température initiale et la température finale, et $C_p = 4185 \text{ J/kg/K}$ la chaleur spécifique du liquide (eau à l'état liquide). On retrouve donc une énergie de 2 kWh après calcul numérique. Ainsi, si on souhaite que le liquide atteigne sa température minimale en 1 heure, la puissance minimale de refroidissement requise est $P_{cal} = 2 \text{ kW}$ ($P_{cal} = Q/t$).

Considérant les données obtenues sur le dimensionnement du banc et les quantités de liquide nécessaires pour la réalisation d'une seule mesure, un réservoir qui sert de tampon est rajouté au dispositif initial (figure 4.5), afin d'éviter de modifier au cours de la mesure, la température du liquide froid, par retour d'un liquide plus chaud dans le réservoir de la source froide. La nouvelle architecture du banc est ainsi présentée figure 4.6.

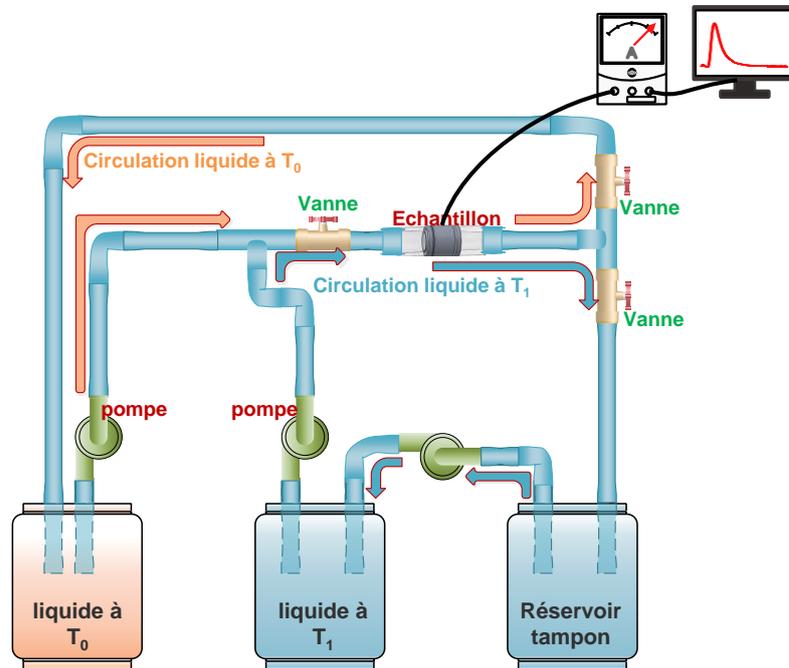


Figure 4.6 : Principe et architecture du dispositif expérimental avec incorporation d'un réservoir tampon

4.3.2 Configuration finale et réalisation du circuit hydraulique

Afin de s'assurer que le liquide qui arrive à l'échantillon est à la bonne température, et afin de générer le meilleur échange thermique possible, un circuit de roue libre est rajouté au dispositif expérimental décrit en figure 4.6. Ce circuit de roue libre permet de mettre à température désirée la partie du circuit hydraulique en amont de l'échantillon et jusqu'au plus près de ce dernier. Le synoptique final du circuit hydraulique est donné par la figure 4.7.

Les différents équipements rentrant dans la composition du dispositif expérimental ont été minutieusement choisis ou conçus afin de répondre à des critères bien spécifiques. Deux principales contraintes sont communes pour la réalisation et le choix de l'ensemble des équipements :

- Les équipements doivent être réalisés avec des matériaux compatibles avec le liquide utilisé (mélange eau – éthanol) ;
- Lors de la phase de mesure, les équipements doivent émettre le moins de bruits électromagnétiques possible pouvant perturber la mesure du courant MOT. Une solution envisagée pour cette problématique est de privilégier, dans la mesure du possible, une source d'alimentation des équipements autre qu'électrique (alimentation pneumatique ou hydraulique).

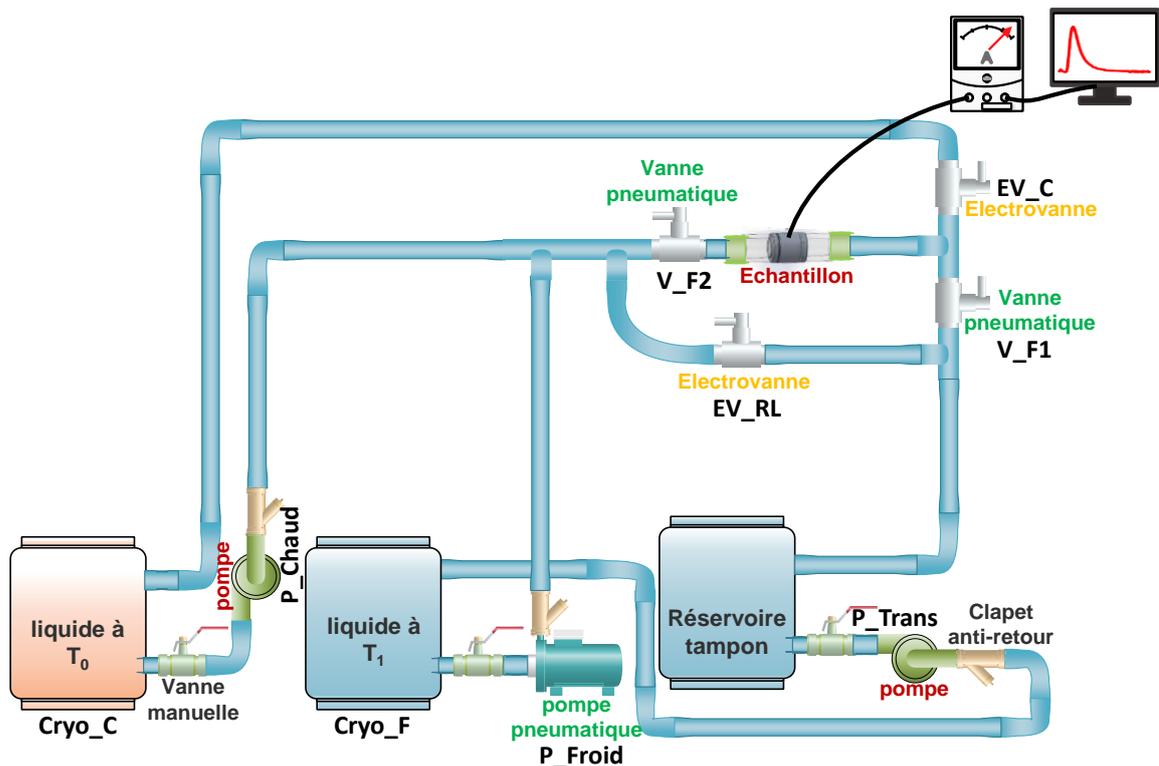


Figure 4.7 : Synoptique final du dispositif expérimental

Les deux thermorégulateurs Cryo_C et Cryo_F (figure 4.7) constituent les deux sources de température indispensables pour générer l'échelon thermique et permettre le retour de l'échantillon aux conditions initiales. Le liquide dans Cryo_C est maintenu à la température initiale T_0 et dans le second, le liquide est porté à la température finale T_1 . Ils ont été réalisés spécifiquement et sur mesure pour notre application, suivant un cahier des charges défini à partir de nos calculs de dimensionnement. Ainsi, les différents éléments à prendre en compte sont :

- Plage de régulation de la température : $[-10^{\circ}\text{C} ; 60^{\circ}\text{C}]$;
- Réservoirs en inox et isolés thermiquement d'une capacité de 50 litres ;
- Puissance frigorifique de 2 kW à 25°C ;
- Deux connexions sur le réservoir pour permettre la sortie et l'entrée du liquide ;
- Des capteurs de niveau et de température dans chaque réservoir avec la possibilité d'acquisition des données via ordinateur pour surveiller à chaque instant le niveau et la température du liquide ;
- Possibilité de commander à distance (via ordinateur) la mise en marche et l'arrêt des thermorégulateurs.

Les trois pompes P_Chaud, P_Froid et P_Trans sont placées à la sortie de chaque réservoir (figure 4.7). Pendant le fonctionnement du banc, la pompe P_Froid est en marche lors de la mesure du courant MOT. Cette pompe impose donc, en plus du débit exigé, d'autres contraintes liées à la génération de bruits électromagnétiques. Nous avons ainsi opté pour une pompe avec un moteur pneumatique. Les deux autres pompes sont des pompes électriques, car intervenant uniquement en dehors de la phase d'acquisition du courant.

Les deux électrovannes EV_RL et EV_C, respectivement placées sur le circuit de roue libre et sur le circuit de retour du liquide à T_0 sont normalement fermées ; cela évite de les alimenter durant la phase de mesure et ainsi de générer éventuellement des perturbations électromagnétiques. De même, les deux vannes pneumatiques, V_F2 et V_F1, placées de part et d'autre de l'échantillon et qui interviennent lors de la

phase de mesure, sont normalement ouvertes. De cette manière, le nombre d'équipement qui devra être commandé électriquiquement pendant la mesure du signal MOT est réduit. Le temps de manœuvre des électrovannes dépend en grande partie de leurs dimensions internes (plus le diamètre interne de la vanne est grand, plus le temps de manœuvre est important). Le choix s'est donc porté sur des vannes de diamètre de raccordement 3/4" (20 mm), qui présentent le meilleur compromis entre le temps d'ouverture (< 100 ms) et le diamètre de raccordement, qui ne doit pas être très éloigné du diamètre interne des échantillons à analyser.

Dans la pratique, le circuit hydraulique sera en grande partie positionné sur un châssis horizontal (plan de travail).

4.3.3 Circuit pneumatique

Le circuit pneumatique constitue essentiellement le circuit d'alimentation des différents composants pneumatiques du circuit hydraulique (vannes et pompe). Il est composé d'un réservoir d'air comprimé, d'une unité FRL (Filtre, Régulateur de pression et Lubrificateur) et de distributeurs pneumatiques (figure 4.8).

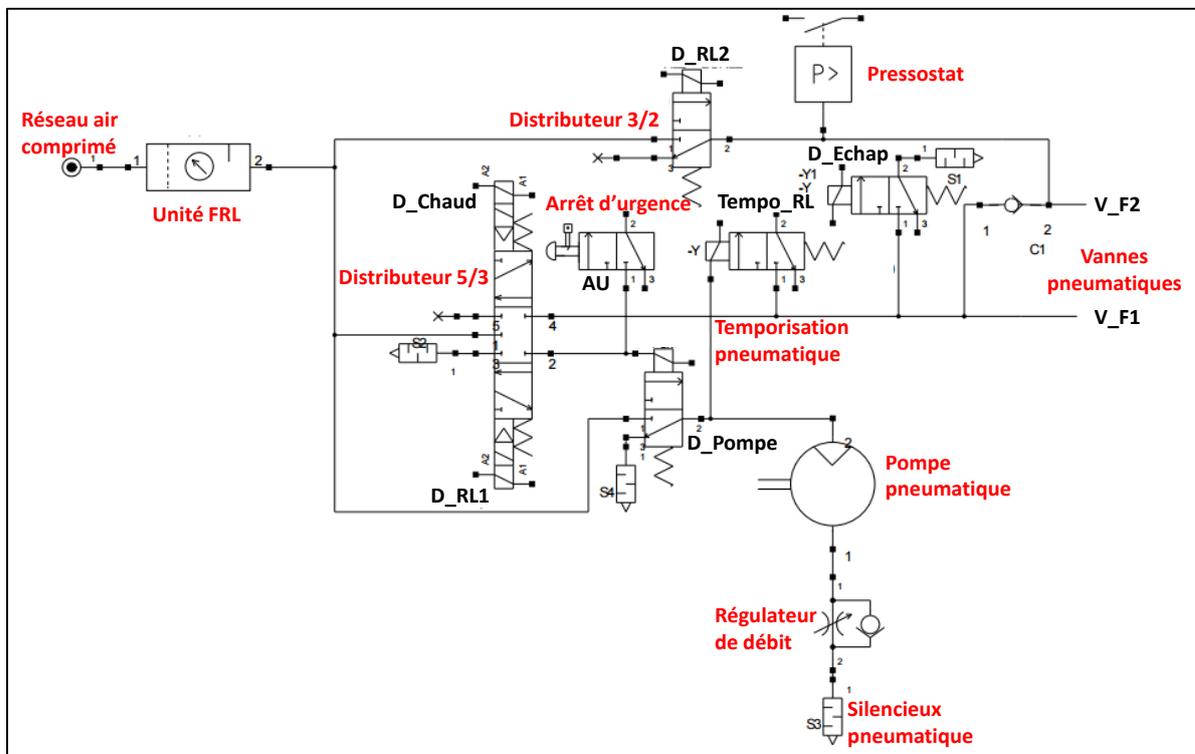


Figure 4.8 : Circuit d'alimentation en air comprimé

- Le réservoir d'air comprimé a été dimensionné de sorte à pouvoir assurer l'alimentation en air des composants pneumatiques pour deux séries de mesures, sans qu'il ne soit lui-même approvisionné par le réseau d'air comprimé du bâtiment. D'après l'équation des gaz parfaits :

$$P.V = n.R.T = \frac{m}{M}.R.T \quad (4.42)$$

où P est la pression, V le volume, T la température, n le nombre de moles, m la masse, M la masse molaire du gaz (air) et R la constante des gaz parfaits.

Le réseau d'air comprimé du bâtiment d'accueil du banc est à 8 bars. Si V est le volume du réservoir, à l'instant initial, on peut écrire :

$$P_{8bars} \cdot V = \frac{m_i}{M} \cdot R \cdot T \quad (4.43)$$

avec $P_{8bars} = 8 \text{ bars}$ et m_i la masse d'air dans le réservoir à l'instant initial.

Pendant la mesure, la masse d'air diminue de Δm . Elle correspond à la quantité d'air utilisée et à la pression P_{pompe} exigée par la pompe. Soit V_{air} le volume d'air utilisé sous la pression P_{pompe} et ρ la masse volumique de l'air : $\Delta m = \rho \cdot V_{air}$. En remplaçant l'expression de la masse dans l'équation 4.42, on a $\rho = (P_{pompe} \cdot M) / (R \cdot T)$. Ainsi :

$$\Delta m = \frac{P_{pompe} \cdot M}{R \cdot T} \cdot V_{air} \quad (4.44)$$

Au cours de la mesure, la pression dans le réservoir n'est pas constante. Initialement à 8 bars, elle va diminuer. Il faut donc s'assurer que la pression dans le réservoir reste au-dessus de la valeur de P_{pompe} pendant toute la durée de la mesure. Pour cela, il faudrait donc qu'à la fin de la mesure, la pression dans le réservoir soit au moins de P_{pompe} . Ainsi, en fin de mesure, l'équation 4.43 doit respecter l'expression :

$$P_{pompe} \cdot V = \frac{m_f}{M} \cdot R \cdot T \quad (4.45)$$

avec m_f la masse d'air dans le réservoir après la mesure.

A partir des expressions (4.43) et (4.45) on obtient :

$$\begin{aligned} (4.43) - (4.45) &\Rightarrow (P_{8bars} - P_{pompe})V = (m_i - m_f) \cdot \frac{R \cdot T}{M} \\ &\Rightarrow (P_{8bars} - P_{pompe})V = \Delta m \cdot \frac{R \cdot T}{M} = \frac{P_{pompe} \cdot M}{R \cdot T} \cdot V_{air} \cdot \frac{R \cdot T}{M} \\ &\Rightarrow (P_{8bars} - P_{pompe})V = P_{pompe} \cdot V_{air} \\ V &= \frac{P_{pompe}}{P_{8bars} - P_{pompe}} \cdot V_{air} \end{aligned} \quad (4.46)$$

La principale consommation d'air comprimé vient de la pompe pneumatique. Elle exige, pour délivrer le débit désiré, 6 bars d'air comprimé ($P_{pompe} = 6 \text{ bars}$) sous un débit de 5 l/s. Soit Q_{air} le débit d'air comprimé, V_{air} le volume d'air comprimé à 6 bars nécessaire pour une durée de fonctionnement de 30 s (correspondant à deux fois la durée d'une mesure). On a ainsi :

$$V_{air} = t \cdot Q_{air} = 150 \text{ l sous 6 bars}$$

Le volume V du réservoir vaut donc : $V = 3 \cdot V_{air} = 450 \text{ l sous 8 bars}$.

Par rapport à ce qui est proposé dans le commerce, nous avons donc choisi un réservoir de 500 litres, pouvant supporter des pressions jusqu'à 11 bars absolus, mais utilisé jusqu'à 8 bars uniquement à cause de la pression fournie par le réseau d'air comprimé du bâtiment d'accueil.

- L'unité FRL (Filtre/Régulateur/Lubrificateur) se trouve à l'entrée du circuit pneumatique (figure 4.8) et sert à traiter l'air comprimé en amont, avant que celui-ci ne soit utilisé pour alimenter les différents équipements :
 - Le filtre élimine les particules de taille supérieure ou égale à 40 μm présentes dans l'air (64 μm exigés par la pompe pneumatique choisie) ;
 - Le régulateur offre une plage de régulation entre 0,3 et 10 bars relatifs (6 bars étant la pression souhaitée pour notre dispositif) ;

- Le lubrificateur permet d'ajouter de la matière grasse à l'air afin de réduire les frottements mécaniques entre les pièces des divers équipements, et en particulier de la pompe.
- Les distributeurs pneumatiques sont classés selon leur mode de commande (électrique, pneumatique et manuel). Les distributeurs pneumatiques sont les seuls à intervenir pendant la phase de mesure du courant. Les différentes séquences de commande des distributeurs seront détaillées dans la section 4.3.5.

Le circuit d'alimentation en air comprimé des vannes et de la pompe du dispositif de mesure donné ci-avant (figure 4.8) fait état de 6 distributeurs pneumatiques :

- Trois distributeurs à commande électrique : un distributeur 5/3 (5 sorties et 3 positions) pour la commande de la pompe pneumatique et d'une des vannes pneumatiques, et deux distributeurs 3/2, avec l'un pour la commande de la deuxième vanne pneumatique et l'autre pour la mise en échappement des deux vannes ;
- Deux distributeurs à commande pneumatique de type 3/2, dont l'un pour la commande de la pompe pneumatique et l'autre servant de temporisation pneumatique ;
- Un distributeur à commande manuelle servant de bouton d'arrêt d'urgence.

Dans la suite du mémoire, les différents équipements seront désignés par leurs abréviations pour simplifier la rédaction. Elles sont listées dans le tableau 4.1.

Tableau 4.1 : Equipements des circuits hydraulique et pneumatique du banc de mesure

Symbole	Composant
Equipements du circuit hydraulique	
EV_C	Electrovanne pour le retour du liquide à T ₀
V_F1	Vanne pneumatique pour le retour du liquide à T ₁
V_F2	Vanne pneumatique placée avant l'échantillon
Cryo_C	Thermocryostat pour la source de température T ₀
Cryo_F	Thermocryostat pour la source de température T ₁
P_Chaud	Pompe placée à la sortie de Cryo_C pour la circulation du liquide à T ₀
P_Froid	Pompe placée à la sortie de Cryo_F pour la circulation du liquide à T ₁
P_Trans	Pompe placée à la sortie du bac tampon pour le transfert du liquide vers le Cryo_F
EV_RL	Electrovanne du circuit de roue libre
EV_Air	Electrovanne pour l'entrée d'air dans le circuit – Vidange du circuit
Equipements du circuit pneumatique	
AU	Arrêt d'urgence
D_Pompe	Distributeur pneumatique (3/2) pour alimentation de la pompe pneumatique
Tempo_RL	Temporisation pneumatique
D_Chaud et D_RL1	Les deux bornes de pilotage du distributeur électrique (5/3), respectivement pour la commande de V_F1 et de D_Pompe
D_RL2	Distributeur pneumatique (3/2) pour alimentation de V_F2
D_Echap	Distributeur pneumatique (3/2) pour mise à l'échappement de V_F1 & V_F2

4.3.4 Conception et réalisation du système de connexion de l'échantillon

Un dispositif spécifique a été conçu et réalisé afin de raccorder l'échantillon au circuit hydraulique. Ce dispositif a également pour rôle d'assurer la connexion électrique pour la mesure du courant MOT. Deux difficultés principales ont dû être prises en considération lors de sa conception :

- L'effet Venturi, qui consiste en une chute de pression, suite au rétrécissement de la canalisation provoquant une accélération des particules de fluide. Cette dépression peut créer un effet de cavitation (formation de bulles de vapeur), dangereuse pour la canalisation ^[CAUDRELIER2011]. Cet effet est favorisé si la chute de pression est très importante : le changement de rayon doit ainsi se faire de manière progressive.
- L'électrode interne, qui joue le rôle de masse électrique lors de la mesure, n'est pas en accès direct. Un système a été conçu pour aller chercher le contact avec l'électrode interne de l'échantillon et le sortir de l'ensemble pour le rendre plus facilement accessible, sans pour autant affecter la continuité et l'étanchéité du circuit hydraulique.

Le principe du système de connexion repose ainsi sur des adaptateurs, une pièce de prise de contact électrique et un système pour maintenir l'ensemble. La représentation en figure 4.9 illustre ce principe.

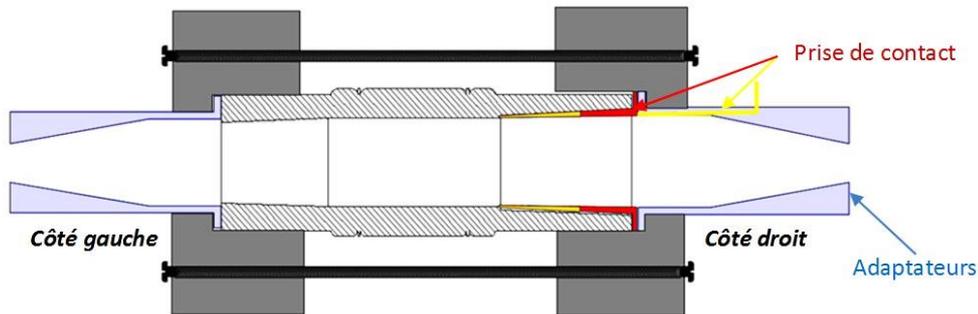


Figure 4.9 : Principe de conception du système de connexion de l'échantillon

La pièce pour la prise de contact est de forme conique et d'épaisseur la plus fine possible (1 mm), afin de bien épouser la forme de l'échantillon. Elle est placée sur le côté droit de l'échantillon. Elle est en bi-matière : une partie en métal (cuivre) et l'autre en matériau isolant plastique (nylon), dans le but d'alléger au plus possible son poids. Ainsi, une partie métallique est en contact direct avec le rebord de l'électrode interne et des passages sont intégrés dans la partie en polymère pour laisser passer des fils conducteurs qui seront ensuite soudés sur une bague métallique collée au-dessus de la pièce en polymère. La prise de contact est alors réalisée à partir de cette bague métallique. Une représentation 3D de cette pièce est donnée en figure 4.10.

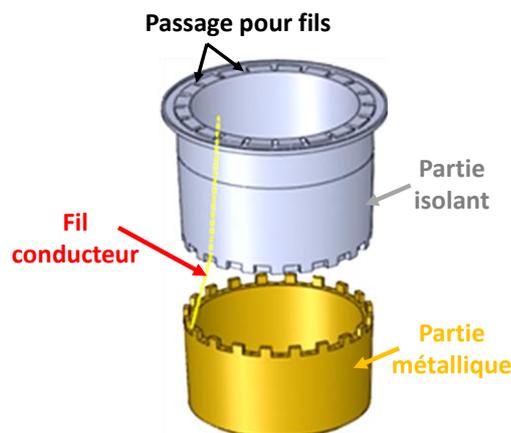


Figure 4.10 : Représentation 3D de la pièce conique pour la prise de masse

Les deux adaptateurs viennent ensuite se juxtaposer sur la bague métallique de la pièce conique. Ces adaptateurs forment chacun un cône de pente 2° pour passer du diamètre interne des tuyaux (20 mm) vers le diamètre interne de l'échantillon (26,45 mm côté gauche et 35,46 mm côté droit). Pour ces adaptateurs, nous avons considéré la même valeur de pente que celle des parties coniques de l'échantillon. Des passages

(quatre) sont également prévus dans les adaptateurs pour y faire passer des fils conducteurs afin de récupérer un contact électrique avec la bague métallique de la pièce conique (assurant la connexion avec l'électrode interne) : la connexion entre l'électrode interne et la masse est ainsi effectuée. D'autres emplacements (parallèle et perpendiculaire à la circulation du liquide) sont créés pour loger les capteurs de température (cf. § 4.6.2). Les pièces adaptatrices sont directement montées sur le circuit hydraulique. L'adaptateur de gauche étant de dimension plus réduite que celui de droite, c'est de ce côté de l'échantillon que se fera l'entrée du liquide dans le but de réduire au maximum la distance entre l'échantillon et la source de température, et ainsi de diminuer les pertes de charge dans le circuit avant l'arrivée à l'échantillon ; l'objectif étant de conserver au mieux la température du liquide et donc d'optimiser l'échelon thermique.

Enfin, des flasques équipées de tiges filetées sont ajoutées pour tenir l'ensemble grâce à un système de fermeture à baïonnette.

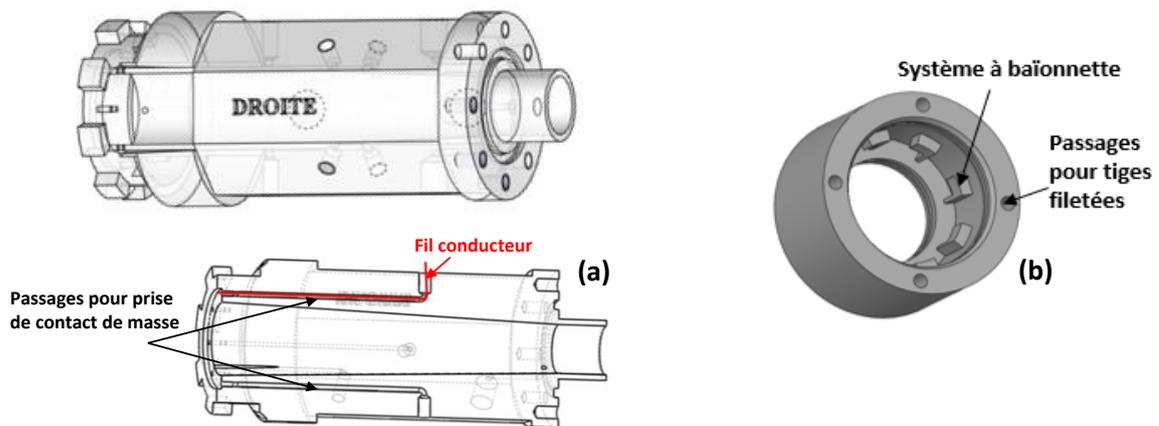


Figure 4.11 : (a) Pièce adaptatrice, (b) Flasque

Toutes les pièces, à l'exception des tiges filetées, ont été conçues par un logiciel de CAO et ont été réalisées par impression 3D. L'ensemble du système de connexion est représenté en Annexe 1.

Après la phase de conception des circuits hydraulique et pneumatique, s'en est suivie la réalisation du banc expérimental. Les figures 4.12 et 4.13 montrent une vue globale du banc expérimental.

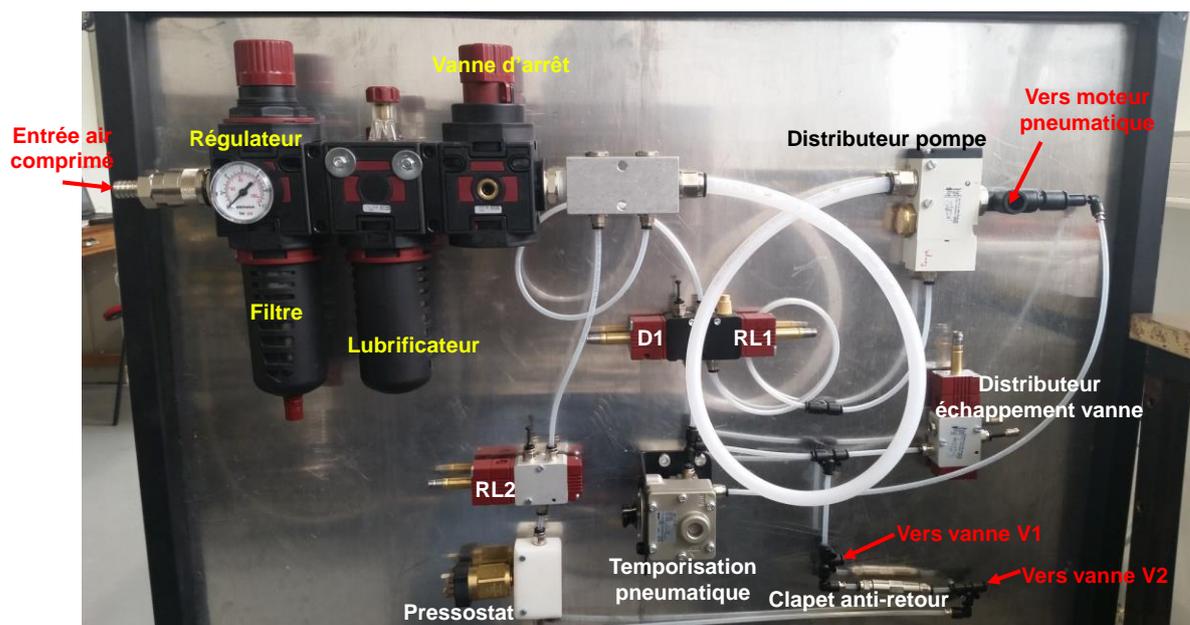


Figure 4.12 : Circuit d'alimentation en air comprimé (circuit pneumatique)

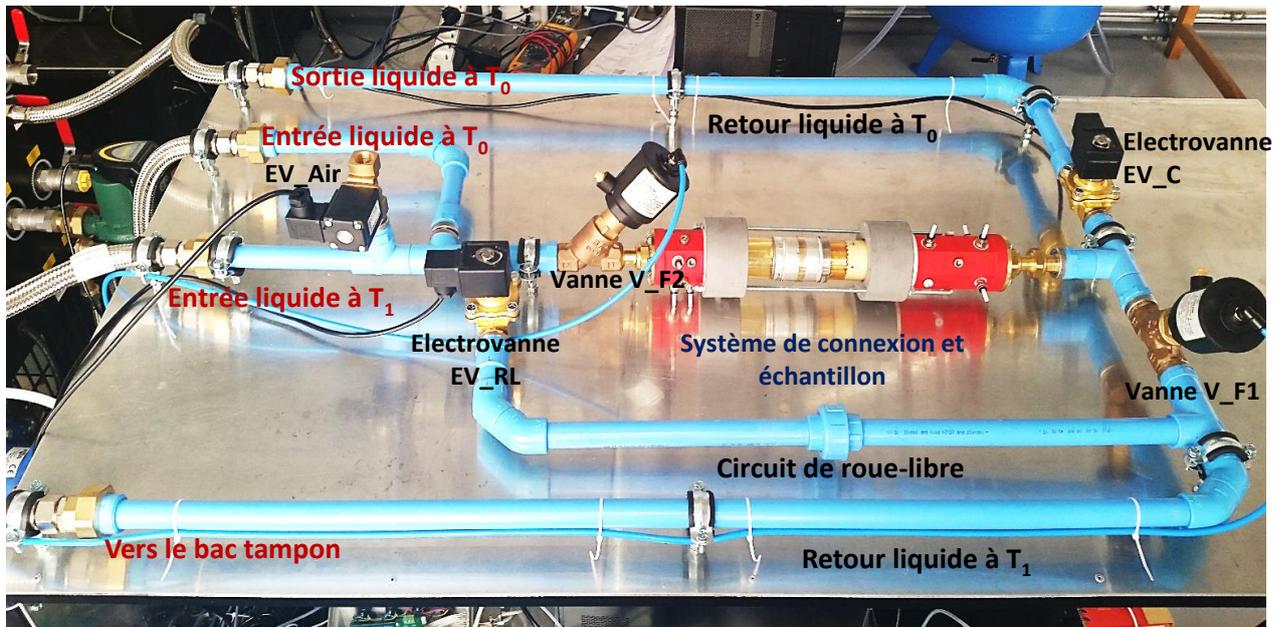


Figure 4.13 : Circuit hydraulique du dispositif expérimental

4.3.5 Cycles de fonctionnement du banc de mesure

Une mesure MOT est réalisée en trois étapes distinctes : la mise en température initiale de l'échantillon, la phase de roue libre et la mesure directe du signal MOT lors de l'application de l'échelon thermique (figure 4.25).

4.3.5.1 Placement de l'échantillon à température initiale

Cette première étape, comme son nom l'indique, consiste à amener à la température initiale l'épaisseur d'isolant à analyser. Pour cela, on fait circuler à travers l'échantillon le liquide régulé à la température T_0 (figure 4.14). Cette phase dure entre 2 et 10 minutes en fonction de la température initiale de l'échantillon.

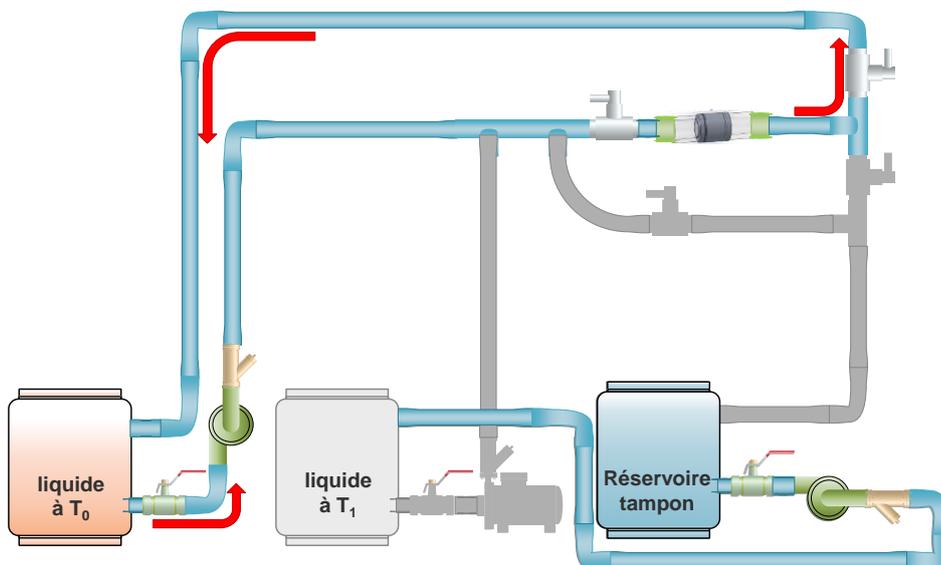


Figure 4.14 : Etape 1 – Placement de l'échantillon à température initiale

Durant cette phase, cinq équipements sont commandés : les deux thermocryostats pour réguler les liquides aux valeurs de températures consignées T_0 et T_1 , la pompe P_Chaud pour la circulation du liquide à T_0 et les vannes EV_Chaud et V_F1 pour que le retour du liquide se fasse dans le même bain régulé à T_0 .

Au même moment, dans le circuit d'alimentation en air comprimé, une impulsion électrique est envoyée au distributeur D_Chaud, mettant la vanne V_F1 sous pression pour la fermer et la pompe pneumatique P_Froid en échappement, c'est-à-dire en arrêt (Cf. détails en Annexe 2).

Durant cette phase, si cela est nécessaire, la pompe P_Trans est commandée pour un transfert du liquide du réservoir tampon vers Cryo_F.

4.3.5.2 Etape 2 : Phase de « roue libre »

Cette étape, qui dure quelques secondes et précède l'étape de mesure du signal MOT, a pour but de ramener au plus près de l'échantillon le liquide à la température T_1 , de façon à générer le meilleur stimulus thermique possible lors de l'étape suivante. Pour cela, le circuit hydraulique en amont et proche de l'échantillon est amené à la température T_1 à l'aide du circuit de roue libre.

Durant cette phase, la vanne V_F1 continue d'être sous pression, tandis que les deux thermorégulateurs, l'électrovanne EV_chaud et la pompe P_Chaud cessent d'être alimentés. Trois autres équipements sont également commandés : la pompe P_Froid pour la circulation du liquide à T_1 et les vannes EV_RL et V_F2 pour que le liquide ne circule pas à travers l'échantillon mais par le circuit de roue libre, avec le retour du liquide dans le réservoir tampon (figure 4.15).

Dans le circuit pneumatique, le distributeur 5/3 (D_RL1) est de nouveau commandé, ce qui va enclencher un autre distributeur pneumatique D_Pompe, qui permettra de mettre en marche la pompe pneumatique et lancer la temporisation pneumatique Tempo_RL. Simultanément, le distributeur D_RL2 est activé, permettant de mettre sous pression la vanne V_F2 afin de la fermer. La fermeture de la vanne V_F2 est détectée par un pressostat placé en amont de la vanne et l'état fermé du pressostat marque le début de la roue libre. Quant à la temporisation, elle est réglée de manière à ce que sa durée soit légèrement supérieure à celle de la roue libre (cf. détails en Annexe 2).

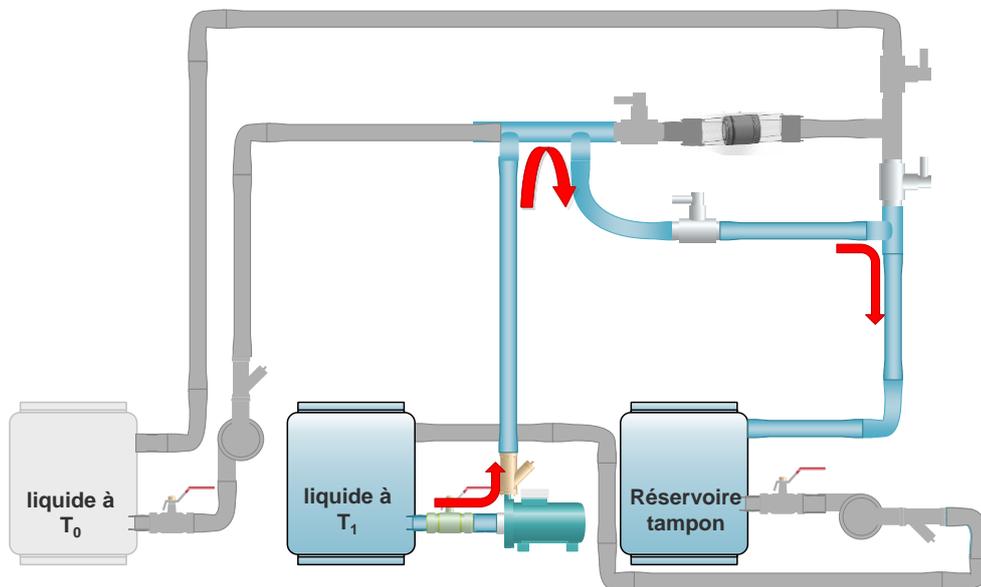


Figure 4.15 : Etape 2 – Phase de « roue libre »

4.3.5.3 Etape 3 : Excitation thermique de l'échantillon et mesure MOT

Tel qu'énoncé précédemment, la durée de cette phase est de 15 secondes. Il s'agit de la phase de mesure proprement dite : l'échantillon est à la température T_0 et l'échelon thermique $\Delta T = T_1 - T_0$ est

appliqué sur l'électrode interne par circulation du liquide à la température T_1 (figure 4.16). Le courant d'onde thermique est mesuré grâce à un amplificateur de courant avec enregistrement de la mesure par un programme d'acquisition (cf. § 4.4).

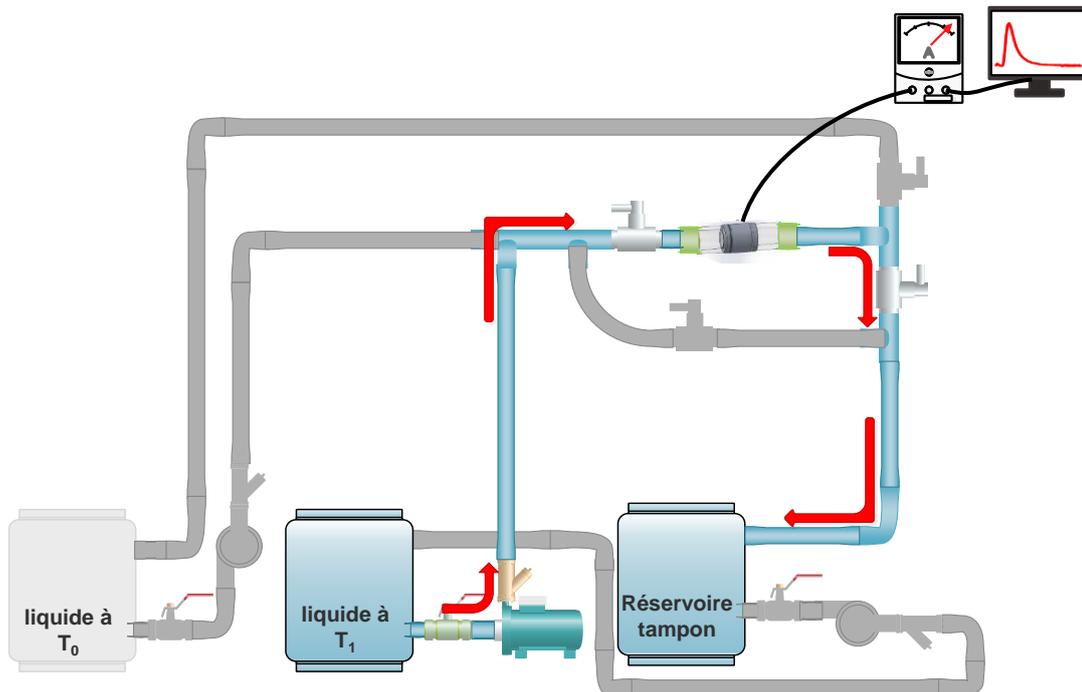


Figure 4.16 : Etape 3 – Mesure MOT

Pendant la mesure, comme déjà précisé, et afin de limiter au maximum la génération de bruit électromagnétique, aucun équipement électrique n'est commandé. En effet, au terme de la durée de roue libre, l'électrovanne EV_RL cesse d'être alimentée et se ferme. Le distributeur pneumatique D_Pompe reste toujours sous pression assurant la continuité de l'alimentation en air comprimé de la pompe pneumatique. Les deux vannes pneumatiques restent sous pression tant que la temporisation pneumatique n'est pas déclenchée. Lorsque la temporisation arrive à terme, elle met les deux vannes pneumatiques V_F1 et V_F2 en échappement, provoquant leur ouverture : c'est le début de la mesure (cf. Annexe 2). Le retour du liquide se fait dans le réservoir tampon.

4.4 Conception et réalisation de la partie mesure (acquisition et commande)

Elle concerne toute la partie liée à la commande des différents éléments du banc, à l'acquisition du courant d'onde thermique et à l'acquisition des données issues des différents capteurs.

Un programme sous Labview a été entièrement développé pour :

- Contrôler les équipements du banc (ouverture et fermeture des vannes, mise en route et arrêt des thermorégulateurs et des pompes), suivant une séquence définie en fonction des différentes étapes de mesure (figure 4.17) ;
- Suivre et enregistrer, via un ordinateur, les différentes données (numériques ou analogiques) renvoyées par les capteurs et les courants MOT.

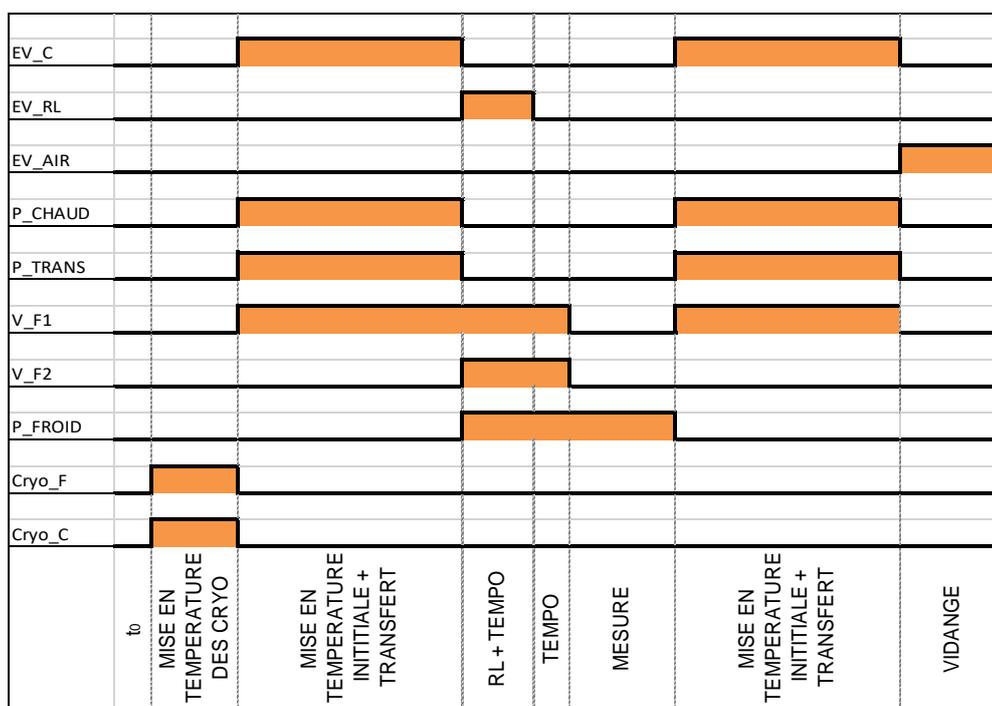


Figure 4.17 : Séquence de commande des équipements

Le programme a été réalisé de manière à suivre toutes les phases de fonctionnement de façon automatique, avec une interface utilisateur pensée afin d'être le plus « *user-friendly* » possible. Cette interface comporte deux onglets :

- Le premier onglet est dédié aux paramètres de connexion avec la carte d'acquisition : il permet de faire le choix des données à acquérir et du port de sortie ou d'entrée pour chaque équipement. Il est aussi possible d'y vérifier visuellement les séquences de fonctionnement de chaque élément grâce à des LEDs qui s'allument lorsqu'une commande est envoyée à un équipement.
- Le deuxième onglet sert à renseigner certains paramètres liés à l'environnement de mesure. Il s'agit :
 - Des deux consignes de température (T_0 et T_1) ;
 - Des durées des différentes phases (mise en température initiale, roue libre et mesure) ;
 - De la période d'échantillonnage (fréquence de mesure du courant et des données fournies par les capteurs) ;
 - Du nom du fichier et du chemin d'enregistrement des données.

Cet onglet est également utilisé pour suivre l'évolution en temps réel de la mesure de courant, ainsi que les conditions expérimentales du banc, à savoir :

- La température et le niveau des liquides dans les thermocryostats ;
- Le niveau du liquide dans le bac tampon ;
- La température du liquide dans le circuit hydraulique ;
- La température dans l'échantillon ;
- La vitesse du liquide dans le circuit hydraulique.

Un aperçu des deux onglets de l'interface homme/machine du programme de commande et d'acquisition est donné en Annexe 3.

La commande numérique sur ordinateur ne suffit pas à elle seule à contrôler les équipements. En effet, une fois que l'ordre a été donné par ordinateur, il est nécessaire qu'il arrive sur un circuit d'interfaçage qui doit être mis en place pour délivrer la puissance électrique nécessaire afin de déclencher les différents équipements. Ce circuit d'interfaçage est principalement constitué de relais et d'optocoupleurs utilisés afin

d'isoler le circuit de commande du circuit de puissance. La figure 4.18 permet d'observer le schéma de commande sur un port de sortie de la carte d'acquisition. Deux circuits sont réalisés respectivement pour l'alimentation en 230 V CA et pour l'alimentation en 24 V CC.

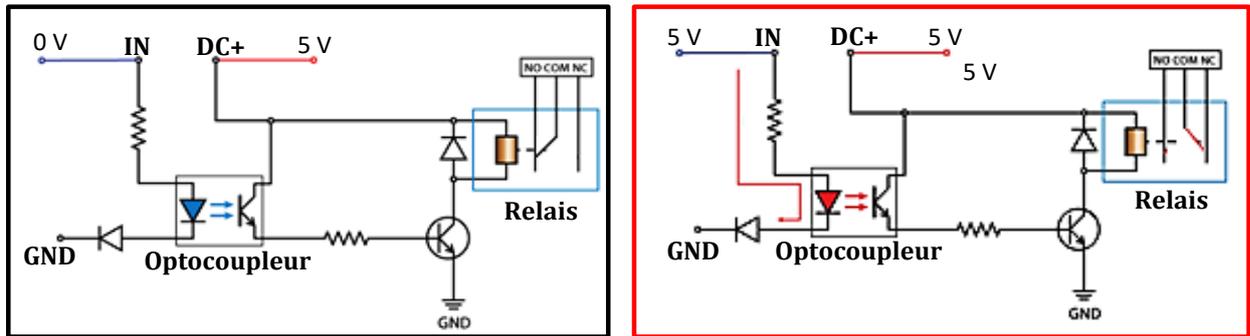


Figure 4.18 : Schéma de commande d'un équipement [NEDELKOVSKI2015]

4.5 Validation expérimentale du banc

Une fois la partie hydraulique et la partie de mesure réalisées mises en place, une première série de tests a été effectuée afin de valider le bon fonctionnement de l'ensemble du banc. Il s'agit notamment de vérifier le respect des cycles de fonctionnement (séquences de commande de chaque équipement) et l'évolution du signal MOT avec la variation de l'échelon thermique.

Pour vérifier le respect des cycles de fonctionnement, un échantillon de résine pure (sans charge minérale) a été utilisé et, grâce à la transparence du matériau, une surveillance visuelle supplémentaire a pu être faite par rapport au passage du liquide dans l'échantillon. Nous avons ainsi fait évoluer le programme de commande jusqu'à la validation complète des séquences de fonctionnement du banc. De plus, nous avons pu observer qu'au début de la mesure, lors du premier passage du liquide à T_0 , il y a formation dans les premières secondes de vacuoles d'air dans le circuit hydraulique et en particulier au niveau de l'échantillon, avant que l'écoulement n'atteigne un régime permanent. La décision a donc été prise, même si l'échantillon est déjà initialement à la température souhaitée, d'effectuer tout de même la première phase de mise en température, car cette étape est essentielle pour remplir le circuit hydraulique de liquide et ainsi éliminer la quasi-totalité des vacuoles d'air ; l'objectif étant d'éviter que celles-ci perturbent l'échelon thermique lors de l'application du liquide à T_1 .

D'après l'expression du courant d'onde thermique, ce signal dépend, entre autres, de l'échelon thermique appliqué, c'est-à-dire de son signe et de son amplitude. Ainsi, des mesures de courant ont été effectuées pour un échelon de température positif et négatif, en faisant varier l'amplitude de l'échelon. Pour ces tests, les conditions de mesures sont définies ci-après :

- Nature du liquide : eau ;
- Valeur de l'échelon thermique :
 - Mesure 1 : $\Delta T = 25^\circ C$;
 - Mesure 2 : $\Delta T = -30^\circ C$;
- Mesures effectuées avec l'amplificateur de courant Keithley 428, en utilisant le filtre analogique de l'appareil ;
- Durée de la mesure 15 sec.

Deux signaux obtenus sur l'échantillon de résine pure, sans application au préalable de contrainte électrique, sont donnés dans la figure 4.19.

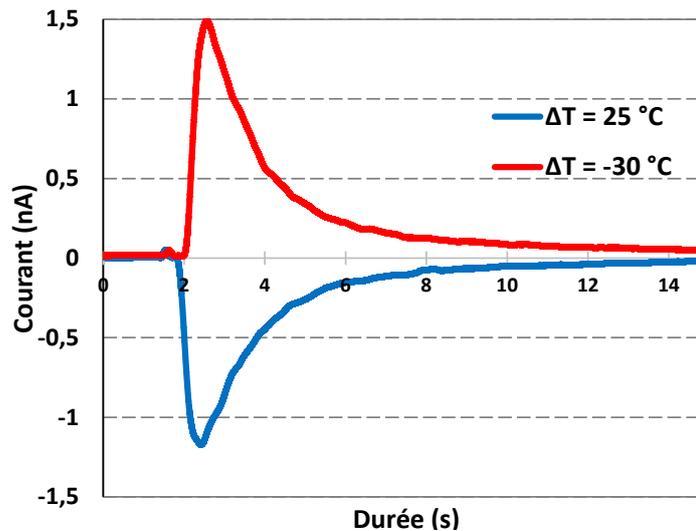


Figure 4.19 : Mesures préliminaires de courant MOT sur un échantillon de résine pure (sans charge minérale) avec le dispositif expérimental développé (pour deux valeurs d'échelon thermique appliqués à l'échantillon : 25°C, puis -30°C)

Nous pouvons observer que le signe du courant s'inverse avec le signe de l'échelon thermique et que l'amplitude du courant augmente avec l'amplitude de l'échelon thermique : le principe de fonctionnement apparaît donc validé. Toutefois, à l'issue de ces tests, une phase d'optimisation est menée afin d'intégrer l'ensemble des capteurs de température (et ainsi confirmer les caractéristiques recherchées du banc de mesure), mais également pour améliorer le rapport signal/bruit des courants mesurés.

4.6 Optimisation du dispositif expérimental

Comme mentionné précédemment, l'optimisation du banc de mesure concerne principalement l'intégration de capteurs dans le circuit hydraulique et l'amélioration du rapport signal/bruit sur les mesures de courant.

4.6.1 Amélioration du rapport signal/bruit (SNR)

La résolution spatiale étant inversement proportionnelle au rapport signal/bruit (on considère généralement qu'elle varie selon la loi du type $\Delta x = 0,52x/SNR$, avec x la profondeur d'avancée de la température dans l'échantillon ^[HOLE2008]), le but de cette étude est d'obtenir un SNR le plus élevé possible afin d'avoir la meilleure résolution spatiale possible. Ainsi, nous nous sommes fixés comme objectif d'atteindre un $SNR \geq 10$, permettant d'obtenir une résolution théorique de quelque μm au voisinage de l'électrode interne.

Outre un filtrage numérique du signal qui peut toujours être effectué à posteriori avec un filtre conçu de manière adaptée (ordre du filtre, fréquences caractéristiques, ...), nous avons testé les trois solutions suivantes afin d'améliorer le SNR :

- Filtrage analogique du signal à l'aide des filtres intégrés dans l'appareil de mesure ;
- Diminution de la sensibilité au bruit de la cellule de mesure ;
- Augmentation de l'amplitude du signal.

4.6.1.1 Filtrage analogique du signal à l'aide de l'amplificateur de courant

L'amplificateur de courant utilisé pour les mesures est un Keithley 428, qui utilise un filtre passe bas et offre la possibilité de choisir le temps de montée du filtre. La bande passante du filtre dépend du temps de montée choisi qui est compris entre 10 μ s et 300 ms ($\Delta f = 0,35/\text{temps de montée}$).

L'utilisation du filtre analogique de l'appareil de mesure améliore de façon considérable le SNR de la mesure de courant : il passe ainsi de 2,5 sans utilisation du filtre à une valeur SNR $\gg 10$ avec l'utilisation du filtre interne de l'appareil de mesure (voir figure 4.20).

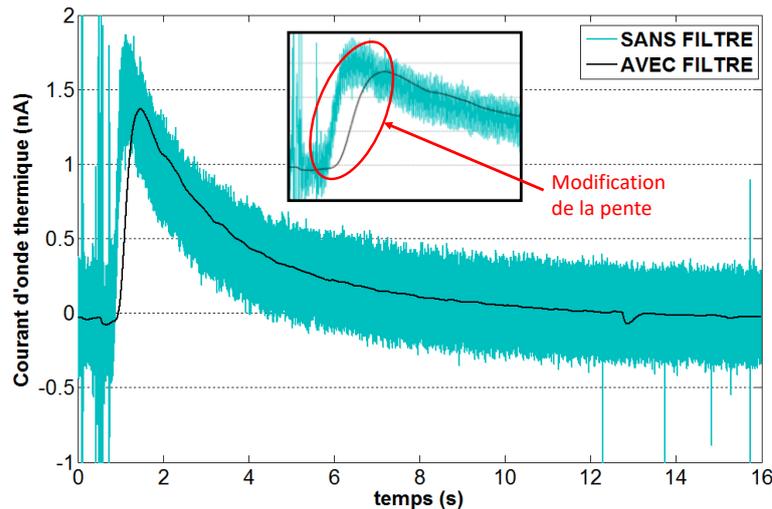


Figure 4.20 : Mesures de courant MOT avec et sans filtre analogique de l'appareil de mesure

Cette amélioration se traduit en revanche par une diminution de la dynamique du signal (diminution de la pente), et donc par une perte d'information sur les premières couches d'isolant traversées par l'onde thermique. En effet, lorsqu'on sait qu'on peut considérer que la résolution spatiale Δx peut être reliée à la bande passante par une relation du type $\Delta x = 1,66(W \cdot \Delta f)^{-1/2}$ [DAGHER2006], en prenant $W = 10^6 \text{ s/m}^2$, pour une bande passante de 35 Hz, correspondant à un filtre de constante de temps de 10 msec, la résolution serait limitée à 0,2 mm sur les premières couches de l'échantillon.

Pour ces raisons, nous avons décidé de ne pas utiliser le filtre analogique intégré dans l'appareil de mesure.

4.6.1.2 Diminution de la sensibilité au bruit de la cellule de mesure

Ne souhaitant pas utiliser de filtre, l'idée a été alors de réduire de manière physique l'amplitude du bruit dans la cellule de mesure. Pour cela, une première démarche a été effectuée pour détecter les éventuelles sources de bruit du dispositif expérimental (sans blindage électromagnétique spécifique). Ainsi, des mesures dans trois configurations différentes ont été réalisées :

- (a) Mesures sans circulation de liquide et avec l'échantillon VIDE (pas de liquide dans la partie interne de l'échantillon) : pompe arrêtée et circuit hydraulique vidangé ;
- (b) Mesures sans circulation de liquide et avec l'échantillon PLEIN (liquide présent dans la partie interne de l'échantillon) : pompe arrêtée et circuit hydraulique rempli de liquide ;
- (c) Mesure « normale », c'est-à-dire avec CIRCULATION de liquide : pompe pneumatique en fonctionnement.

Des exemples de signaux obtenus sont donnés dans la figure 4.21. On note déjà que dans le cas (a), le bruit détecté présente une amplitude de l'ordre de 500 pA. Nous avons également pu déterminer que ce bruit se situe dans le domaine du 50 Hz, provenant vraisemblablement du réseau d'alimentation électrique. Il est intéressant de noter que la circulation du liquide, lors d'une mesure « normale » (cas (c)), n'augmente pas l'amplitude de ce bruit.

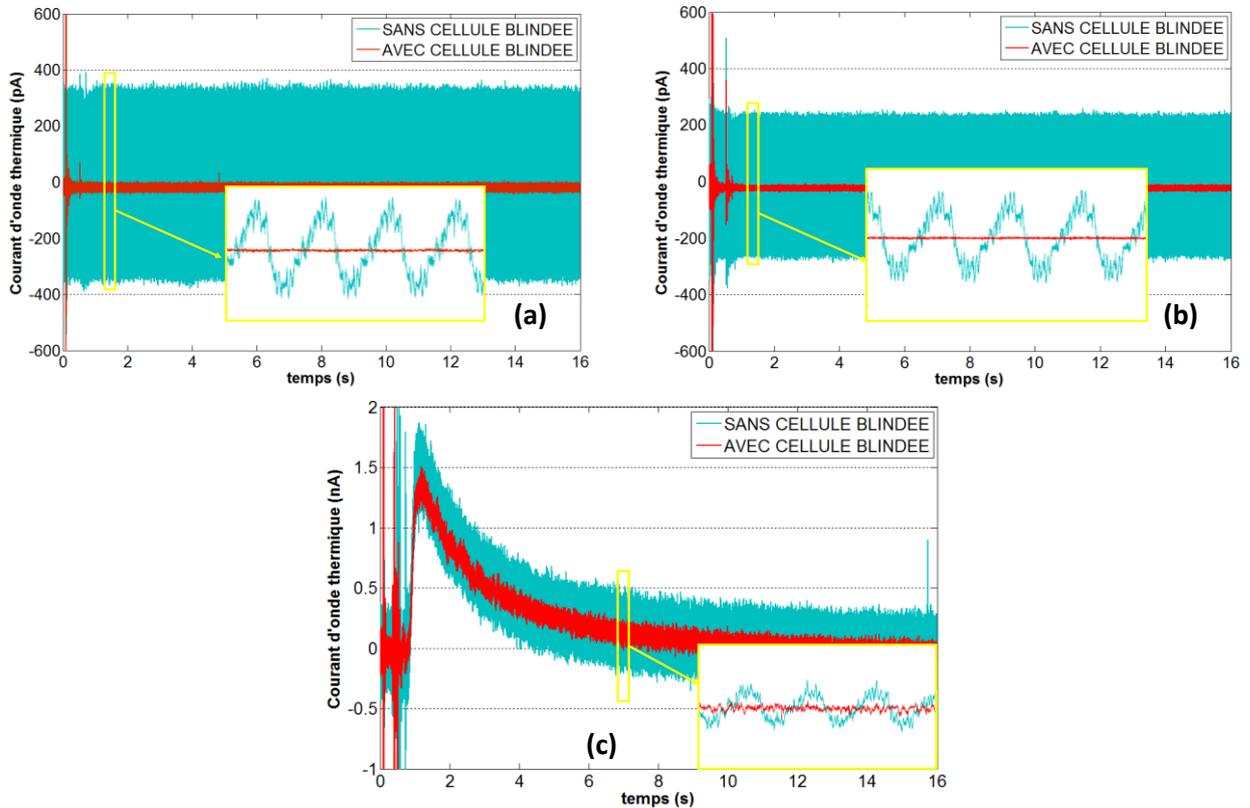


Figure 4.21 : Mesures de courants MOT sans et avec cellule blindée : (a) configuration échantillon « VIDE », (b) configuration échantillon « PLEIN » et (c) configuration mesure « normale »

Nous avons donc conçu une cellule de mesure blindée (cage de faraday). Celle-ci est entièrement réalisée en aluminium et sa forme est pensée de manière à bien s'intégrer dans le circuit hydraulique et à ne renfermer que la partie du banc contenant l'échantillon et son système de connexion (figure 4.22). Cette cellule est constituée de deux parties : une partie amovible et une partie fixée sur le plan de travail contenant les différentes connexions pour les mesures de courant et de températures.

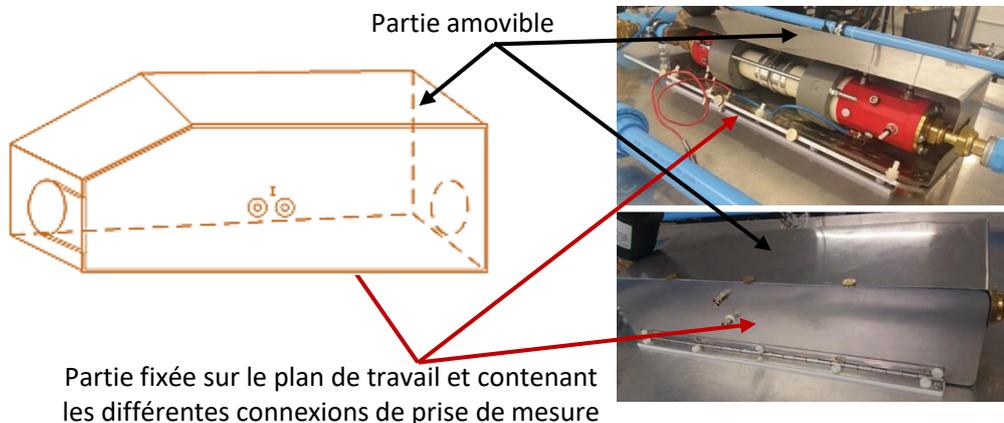


Figure 4.22 : Cellule blindée intégrée au banc de mesure

Après la mise en place de la cellule blindée, des mesures ont été réalisées dans les 3 configurations déjà testées précédemment. Quelques exemples de signaux obtenus sont donnés figure 4.21. Ils montrent que :

- La composante alternative 50 Hz du bruit n'est plus présente ;
- L'amplitude du bruit a considérablement diminué, entraînant une amélioration du SNR : on observe ainsi une diminution de l'amplitude du bruit d'environ un facteur 5 en situation de circulation du liquide. Cette amplitude est de l'ordre de la centaine de pico ampère.

Ainsi, pour obtenir un $SNR \geq 10$, et en utilisant la cellule blindée mise en place, il est nécessaire que l'amplitude du courant soit supérieure au nano ampère. Afin d'augmenter l'amplitude du signal, il a été envisagé d'augmenter l'amplitude de l'échelon thermique ; c'est ce que nous allons présenter dans la section suivante.

4.6.1.3 Augmentation de l'amplitude du signal

Nous savons déjà, d'après son expression, que le courant MOT est proportionnel à l'échelon thermique (équation 4.32) : l'augmentation de l'amplitude de l'échelon thermique entraîne proportionnellement une augmentation de l'amplitude du courant.

Les mesures discutées aux § 4.6.1.1 et 4.6.1.2 ont été réalisées avec un échelon de température $\Delta T = -15^\circ C$ ($T_0 = 25^\circ C$ et $T_1 = 10^\circ C$). Nous avons donc doublé la valeur de l'échelon en régulant le liquide à la température $T_1 = -5^\circ C$. Comme attendu, doubler l'échelon thermique conduit à augmenter l'amplitude du signal de mesure et donc à augmenter le SNR, à un niveau supérieur à 10.

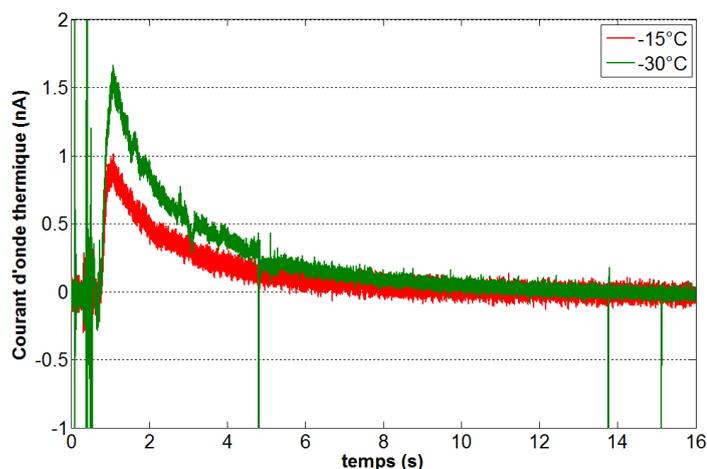


Figure 4.23 : Mesures du courant MOT avec un échelon thermique de $-15^\circ C$ (courbe en rouge) et de $-30^\circ C$ (courbe en vert)

A l'issue de cette phase d'amélioration du rapport signal/bruit et de ces différents tests préliminaires, nous avons donc défini les futures conditions de mesure du banc pour la suite de l'étude :

- Utilisation de la cellule blindée (« faible bruit ») ;
- Pas de filtrage analogique pour l'appareil de mesure ;
- Températures de liquide $T_0 = 25^\circ C$ et $T_1 = -5^\circ C \rightarrow \Delta T = -30^\circ C$.

4.6.2 Vérification de la reproductibilité des conditions de mesure – Mise en place de capteurs

L'objectif de la mise en place de capteurs dans le système de mesure est de connaître avec précision les conditions physiques réelles de l'expérience (température du liquide qui traverse l'échantillon et

températures dans l'échantillon), mais également de vérifier la reproductibilité des conditions de mesure. Deux types de capteurs ont ainsi été mis en place :

- Des capteurs de températures pour observer la température du liquide en contact avec l'électrode interne de l'échantillon, mais également la température dans l'échantillon ;
- Un capteur de densité (densimètre) utilisé pour surveiller le mélange eau/éthanol.

4.6.2.1 Capteurs de température

Les capteurs de température installés dans les thermocryostats nous donnent des indications sur la température du liquide lorsque ce dernier est encore dans les réservoirs. Il est donc intéressant d'en placer au voisinage de l'échantillon pour connaître également avec précision la température réelle du liquide qui traverse l'échantillon lors de la mesure. Deux sondes de type PT1000 sont ainsi placées à l'entrée et la sortie de l'échantillon sur les emplacements prévus dans le système de connexion de l'échantillon (figure 4.24).

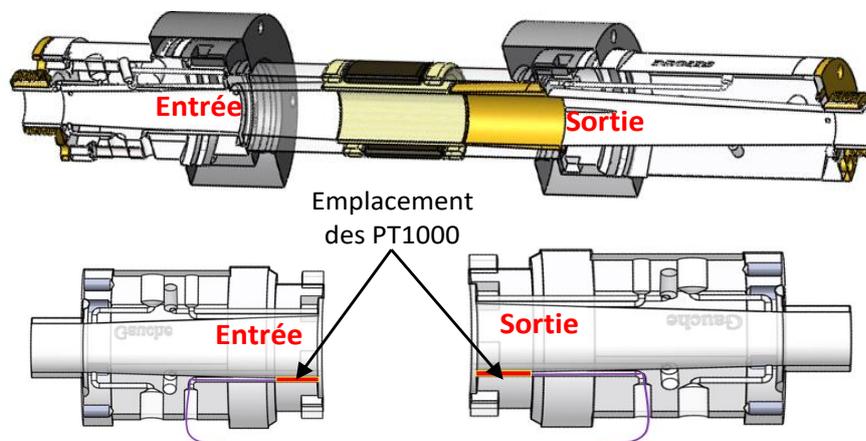


Figure 4.24 : Emplacement des capteurs de température (PT1000) à l'entrée et à la sortie de l'échantillon

Les courbes de températures obtenues sont données en figure 4.25, avec observation de la température initiale du liquide à 25°C et de la température finale du liquide tendant à atteindre -5°C. Une estimation de la vitesse du liquide à travers l'échantillon peut être déduite de ces courbes : en sachant que la distance entre les deux capteurs PT1000 est de 166 mm et que la durée pour que le liquide traverse de l'entrée à la sortie est de 0,126 s (déduit des courbes de la figure 4.25), la vitesse du liquide est donc d'environ 1,3 m/s.

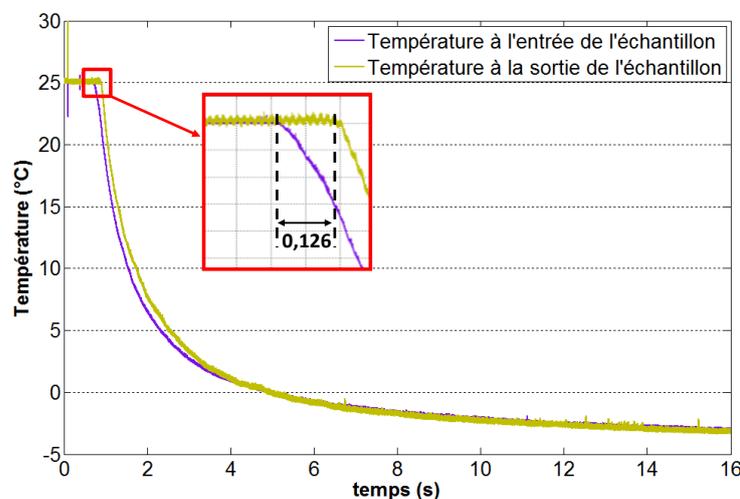


Figure 4.25 : Evolution de la température du liquide à l'entrée et à la sortie de l'échantillon

Nous rappelons que dans le cahier des charges, nous avons fixé une vitesse souhaitée du liquide de l'ordre de 2 m/s. Cette valeur de 1,3 m/s est donc sensiblement en accord avec les attentes ; la différence peut s'expliquer par les pertes de charges dans le circuit hydraulique, dues à sa configuration particulière. D'autres mesures de températures ont ensuite été réalisées lors de nouveaux cycles de mesure : elles ont montré les mêmes évolutions, démontrant la reproductibilité des conditions de test.

Pour déterminer comment la température diffuse à travers l'échantillon, quatre capteurs de type thermocouple (de type T) ont été installés dans un échantillon « instrumenté » (figure 4.26) : deux au plus près de l'électrode interne et deux autres au plus près des électrodes externes (anneaux de garde).

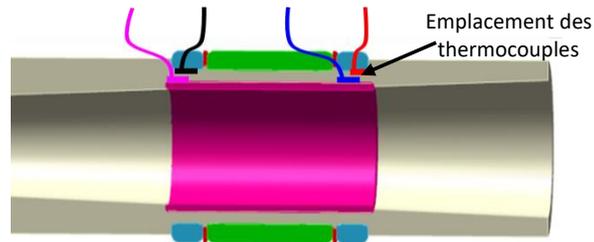


Figure 4.26 : Emplacement des capteurs de température dans l'épaisseur d'isolant de l'échantillon « instrumenté »

Quelques exemples de mesures de température réalisées avec ces quatre capteurs sont donnés dans la figure 4.27. Nous pouvons déduire de ces mesures que la température dans l'épaisseur d'isolant varie en moyenne de 1 à 2 K/s pendant la mesure.

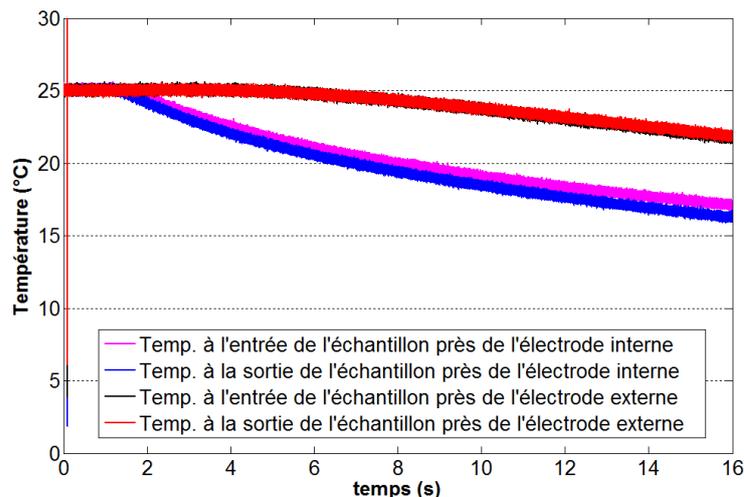


Figure 4.27 : Mesures de température dans l'épaisseur d'isolant de l'échantillon

Vers la partie externe de l'isolant, au plus près de l'électrode externe, on observe une homogénéité de la température sur la longueur de l'échantillon. Cette homogénéité n'est pas tout à fait respectée près de l'électrode interne. A cause de la procédure utilisée pour positionner les capteurs, deux hypothèses peuvent expliquer cette différence :

- Soit les deux capteurs n'ont pas été positionnés exactement à la même épaisseur dans l'isolant, malgré les soins apportés lors de la procédure ;
- Soit les deux capteurs sont placés à la même épaisseur dans le composite, mais à cause d'un mélange non homogène de la résine et de l'alumine, l'un des capteurs peut être dans un environnement où les particules d'alumine sont plus concentrées. Cette hypothèse nous paraît la plus vraisemblable.

En définitive, cette inégalité reste relativement négligeable et nous permet d'affirmer que la température reste sensiblement homogène dans l'épaisseur de l'isolant, suivant les directions axiale et radiale.

4.6.2.2 Densimètre

La quantité de chaleur échangée entre un fluide et une paroi dépend de plusieurs paramètres, parmi lesquels la surface d'échange, l'état de surface du solide, la différence de température entre la paroi et le fluide, ainsi que la vitesse et la capacité thermique massique du fluide.

Dans notre étude, nous utilisons comme fluide caloporteur un mélange eau/éthanol dans les proportions en volume de 80% d'eau et 20% d'éthanol. L'éthanol étant un liquide volatil, sa concentration dans le mélange diminue avec le temps. Cela peut donc conduire à une modification de la quantité de chaleur échangée entre le liquide et la surface de l'électrode qui entraîne par la suite une modification de la quantité de chaleur diffusée dans l'échantillon et donc du signal MOT. Il est donc important de surveiller à l'aide d'un densimètre, avant chaque série de mesures, la densité du mélange eau/éthanol.

Pour cela, nous avons utilisé un densimètre portable à affichage numérique avec une résolution de $0,1 \text{ kg/m}^3$. Il offre la possibilité de donner l'information sur le pourcentage d'alcool dans une solution donnée par mesure de la masse volumique du liquide analysé. Connaissant les masses volumiques de l'eau et de l'éthanol (respectivement de 1000 kg/m^3 et 789 kg/m^3), il est possible d'étalonner l'appareil de mesure pour chacun des deux liquides en pourcentage d'alcool contenu dans le liquide (0% pour l'eau et 100% pour l'éthanol). La vérification pour notre mélange a donc consisté à obtenir les 20% désirés, et si nécessaire à ajuster les proportions.

4.7 Conclusions

Dans ce quatrième chapitre, l'aspect théorique de la méthode de l'onde thermique appliquée aux géométries cylindriques a tout d'abord été présenté, aussi bien pour les mesures réalisées en court-circuit que pour celles nécessitant l'application d'un champ électrique continu. Ensuite, dans une deuxième partie, une description détaillée de toute la procédure, allant de la conception à la réalisation du dispositif expérimental pour la mesure de la charge d'espace dans la configuration spécifique de nos échantillons a été réalisée. La conception et la réalisation de ce banc de mesure ont été faits en deux grandes étapes : la mise en place du circuit hydraulique (et du circuit pneumatique associé), puis la réalisation du circuit de commande et d'acquisition permettant la mesure du signal. Des tests ont été réalisés afin de valider le bon fonctionnement du banc de mesure, notamment au travers de l'influence du signe et de l'amplitude de l'échelon de température sur le courant d'onde thermique.

Dans le but d'obtenir la meilleure résolution spatiale sur les distributions de charges d'espace et de champ électrique interne, un travail a été mené afin de définir les conditions optimales pour la réalisation des mesures à mener lors des futures études sur échantillons en résine époxyde chargée d'alumine. Une cellule faible bruit, ainsi que l'utilisation d'un échelon thermique augmenté à -30°C , ont permis d'envisager des acquisitions de signal avec un rapport signal/bruit acceptable. La validation du système de mesure a également été faite au travers d'acquisitions de températures, permettant d'estimer la vitesse du liquide et de démontrer la reproductibilité des mesures.

Une fois le banc de mesure validé et opérationnel, nous avons pu mener différentes études permettant d'observer le comportement, en termes d'accumulation des charges d'espace, de la résine époxyde chargée

d'alumine, pour différentes contraintes électriques et thermiques. Les résultats issus de ces différentes recherches font l'objet du chapitre suivant.

CHAPITRE 5

Etude de la charge d'espace dans le matériau

5.1	Etudes préliminaires sur la stabilité diélectrique du matériau.....	98
5.1.1	Prétraitement thermique du matériau	98
5.1.2	Suivi de la charge d'espace dans les échantillons cylindriques – Influence du prétraitement thermique	106
5.1.3	Protocole expérimental appliqué aux échantillons cylindriques	110
5.2	Résultats expérimentaux.....	113
5.2.1	Phase 1 : étude et sélection des échantillons à l'état initial.....	113
5.2.2	Phase 2 : Evolution de la charge d'espace et du champ électrique interne après application de contraintes électrothermiques	119
5.3	Conclusions.....	132

Après avoir présenté lors de la section précédente la mise en place et la validation du banc permettant de mesurer les charges d'espace, ce chapitre est dédié aux travaux expérimentaux menés sur le composite pour observer son comportement du point de vue de l'évolution de la charge d'espace en fonction de différents paramètres.

Dans un premier temps, des études préliminaires ont été menées sur le matériau, à la fois en géométrie plane et cylindrique, afin de définir une procédure de prétraitement thermique susceptible d'assurer la stabilité du matériau et la reproductibilité des résultats. Ce prétraitement thermique a été par la suite appliqué à tous les échantillons. Pour étudier l'influence du champ électrique et de la température, un protocole expérimental a été établi afin d'évaluer l'impact de chaque paramètre sur l'accumulation de la charge d'espace.

La dernière partie de ce chapitre est consacrée à l'interprétation des différents résultats obtenus en faisant varier le champ électrique appliqué (entre 2 et 10 kV/mm) et la température (entre 25 et 105°C), en restant inférieur à la température de transition vitreuse du composite, autour de 115°C. Par ailleurs, l'influence de la durée d'application de la contrainte électrique à 105°C a également été étudiée sur le comportement du composite (jusqu'à 72 h).

5.1 Etudes préliminaires sur la stabilité diélectrique du matériau

5.1.1 Prétraitement thermique du matériau

Des études antérieures ont montré que les propriétés électriques de la résine époxyde (permittivité, facteur de pertes, résistivité, rigidité diélectrique, répartition de la charge d'espace, ...) sont généralement dégradées par la présence d'eau dans le matériau ^[YAYHAOUI2015, GUILLERMIN2004, KIKUCHI2014, ZAVATTONI2014]. Afin d'assurer la stabilité du matériau et la reproductibilité des mesures, un protocole de prétraitement et de stockage des échantillons doit être défini afin d'être appliqué avant et pendant les différentes procédures expérimentales.

Après fabrication des échantillons chez Supergrid Institute et dès leur réception, ces derniers sont susceptibles de contenir des quantités plus ou moins importantes d'eau. Cette présence d'eau peut avoir plusieurs origines, comme le procédé de fabrication des échantillons, le stockage ou bien encore le transport. Il est donc nécessaire de déterminer un processus efficace permettant de retirer un maximum d'eau du composite. Des études préliminaires concernant l'influence de l'eau sur la permittivité relative et le facteur de pertes du composite ont alors été menées, dans un premier temps sur des échantillons plans, et ensuite directement sur les échantillons test cylindriques.

5.1.1.1 Effets de la teneur en eau : étude sur des échantillons plans

Pour plus de facilité, l'influence de l'humidité a d'abord été étudiée sur des disques d'isolant de diamètre 100 mm et d'épaisseur 1 mm (figure 5.1). Des électrodes en chrome/or, de diamètre de 50 mm, ont été réalisées par dépôt sous vide sur les deux faces des échantillons.

Deux échantillons (notés E1 et E2) ont été utilisés afin de tester deux conditions de séchage. Des mesures de permittivité relative et de pertes diélectriques, couplées à des mesures de masse effectuées à l'aide d'une balance de précision (0,1 mg), ont régulièrement été réalisées durant l'étude pour observer leur évolution en fonction de la teneur en eau du matériau. Pour atteindre cet objectif, l'étude a été organisée en 3 étapes développées ci-après.

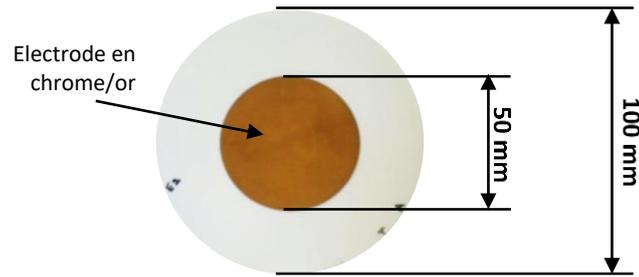


Figure 5.1 : Echantillon plan de résine époxyde chargée d'alumine [YAYHAOUI2015]

5.1.1.1.1 Influence de l'absorption d'eau

Cette étape a eu pour principal objectif de mettre les échantillons dans un état initial similaire afin d'effectuer une étude comparative de deux traitements thermiques. Elle comporte un séchage sous vide primaire suivi d'une absorption d'eau.

Lors de la première phase, les échantillons sont placés dans une enceinte sous vide primaire (10^{-3} mbar) chauffée à 80°C , jusqu'à ce que leur masse ne varie plus. Le dispositif expérimental utilisé pour sécher les échantillons est présenté dans la figure 5.2. La courbe de perte de masse est donnée dans la figure 5.3 et obtenue grâce à la relation :

$$\Delta m(t) = \frac{m(t_0) - m(t)}{m(t_0)} \times 100 \quad (5.1)$$

avec $m(t_0)$ et $m(t)$ les masses de l'échantillon, respectivement à l'état initial et à l'instant t .

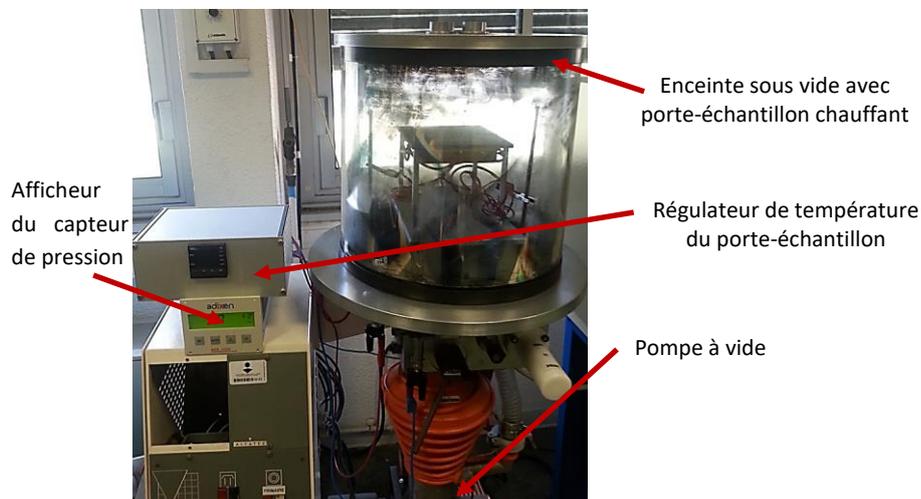


Figure 5.2 : Dispositif expérimental pour le séchage sous vide d'échantillons plans ($80^{\circ}\text{C} / 10^{-3}$ mbar)

D'après la figure 5.3, nous pouvons voir que la perte de masse relative, en pourcentage, n'est pas identique pour les deux échantillons. Cela s'explique par le fait que les échantillons ne contiennent pas exactement la même quantité d'eau à l'état initial. Pour les 2 échantillons, la perte de masse maximale semble être atteinte au bout d'environ une trentaine d'heures sous $80^{\circ}\text{C} / 10^{-3}$ mbar. Les faibles variations de masse (reprise de masse) qui peuvent être observées au-delà de 24 heures sont sans doute dues à une adsorption de petites quantités d'eau pendant l'intervalle de temps entre le moment où l'échantillon est retiré de l'étuve et la pesée.

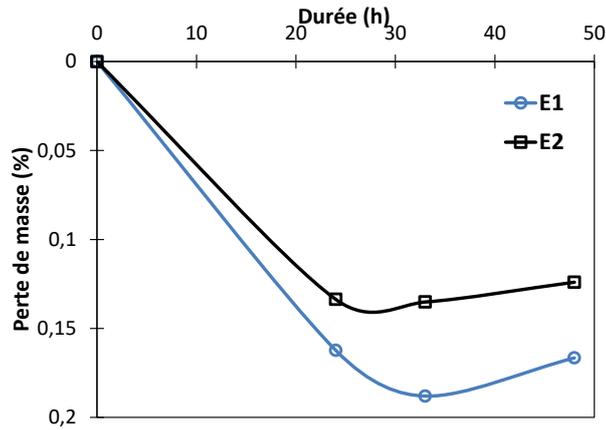


Figure 5.3 : Première perte de masse du matériau (échantillons E1 et E2) en fonction de la durée (80°C / 10⁻³ mbar)

Lorsque la variation de masse est devenue négligeable dans le temps (au bout de 48 heures de traitement), des mesures de permittivité relative et de facteur de pertes diélectriques ($\tan \delta$) ont été effectuées à température ambiante. Les spectres fréquentiels représentant la permittivité relative et le facteur de pertes sont donnés dans la figure 5.4, pour une fréquence variant entre 10⁻¹ et 10⁵ Hz. On voit que les valeurs de permittivité relative obtenues sont du même ordre pour les 2 échantillons (6,6 et 6,9 en basses fréquences (BF)). Le facteur de pertes varie entre 0,007 et 0,035 pour E1 et entre 0,005 et 0,02 pour E2. Ces valeurs sont similaires à celles obtenues par Yahyaoui sur le même matériau ^[YAHYAOUJ2015]. Nous considérerons ces spectres comme l'état de référence des échantillons pour la suite de l'étude.

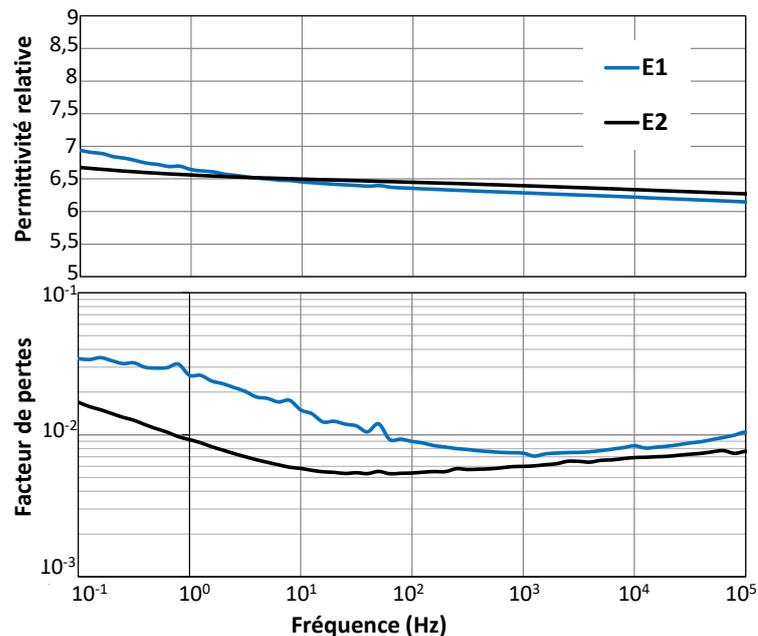


Figure 5.4 : Permittivité relative et facteur de pertes de E1 et E2 après 48 h sous 80°C / 10⁻³ mbar

Pour étudier la reprise en eau du matériau et mettre les échantillons dans un état initial comparable, ils ont été placés dans une étuve à humidité contrôlée (80% HR à 60°C), afin qu'ils absorbent de l'eau jusqu'à saturation. La courbe d'évolution de la masse relative, correspondant au gain de masse de l'échantillon, est donnée par la figure 5.5. Elle a été obtenue en utilisant la relation :

$$\Delta m(t) = \frac{m(t) - m(t_0)}{m(t_0)} \times 100 \quad (5.2)$$

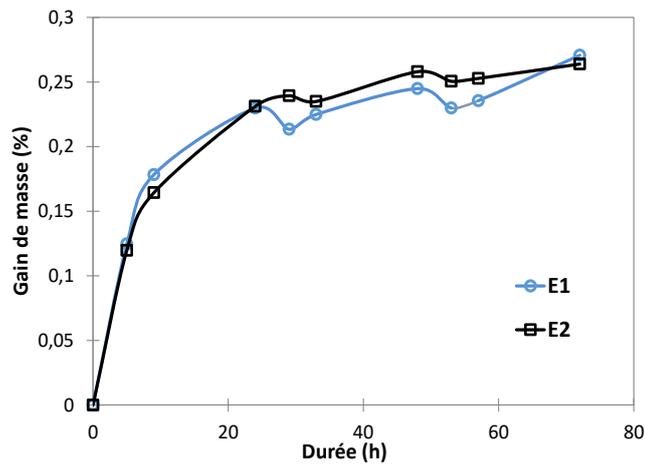


Figure 5.5 : Gain de masse des échantillons plans E1 et E2, en fonction de la durée sous 60°C / 80% HR

L'évolution de la masse est sensiblement équivalente pour les deux échantillons et la prise d'eau finale apparaît similaire. La dynamique d'absorption d'eau est plus importante durant les premières 24 heures, avec un gain de masse de l'ordre de 0,24%. Par la suite, l'absorption devient plus lente pour atteindre un palier de 0,26% au bout de 3 jours.

En parallèle des mesures de permittivité relative et de facteur de pertes ont été réalisées et les évolutions sont données dans la figure 5.6. Nous rappelons que, la molécule d'eau étant une entité polaire ($\epsilon_r = 81$), il est normal d'observer une hausse sensible de la permittivité relative du matériau lorsque celui-ci voit son contenu en eau augmenter.

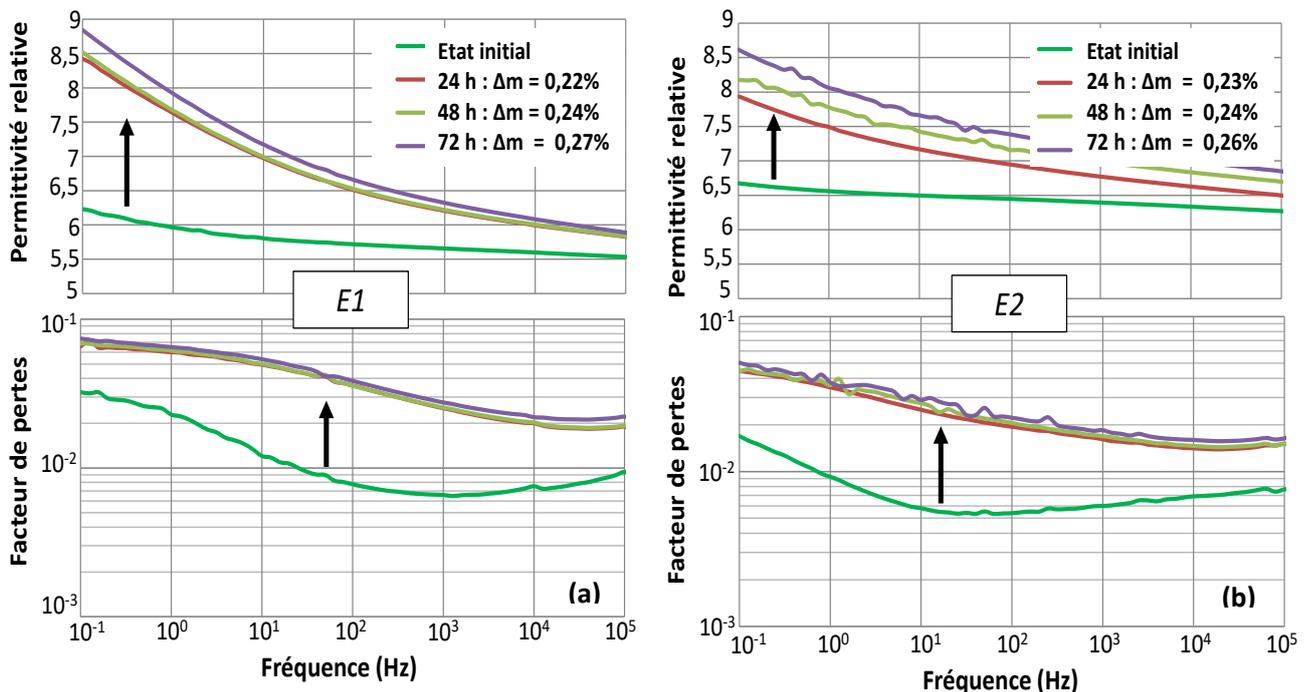


Figure 5.6 : Evolution de la permittivité et du facteur de pertes durant la prise d'eau sous 60°C et 80% HR : (a) E1, (b) E2

On observe bien une dépendance sensible des propriétés diélectriques du composite avec la teneur en eau. Une absorption d'eau correspondant à un gain de masse de seulement 0,26% conduit à une augmentation de la permittivité relative en BF pouvant atteindre 40% et à une multiplication par 5 du facteur de pertes. Toutefois, on note que pour un gain de masse compris au-delà de 0,2% les variations de permittivité relative et du facteur de pertes sont faibles, voire négligeables en ce qui concerne le δ .

5.1.1.1.2 Influence du traitement thermique

Pour retirer l'eau précédemment absorbée, les échantillons E1 et E2 ont été à nouveau placés dans des étuves chauffées à 80°C, respectivement sous 1 bar absolu et sous 10^{-3} mbar. Tout cela dans le but de déterminer les conditions les plus favorables pour sécher le matériau et lui conférer des valeurs de permittivité et de $\tan \delta$ les plus faibles et les plus stables possibles. Des mesures diélectriques ont ainsi été effectuées toutes les 24 heures, avec des pesées trois fois par jour, pour observer l'évolution de la perte de masse correspondant à la perte d'eau dans le matériau. La figure 5.7 montre les courbes de perte de masse des deux échantillons étudiés.

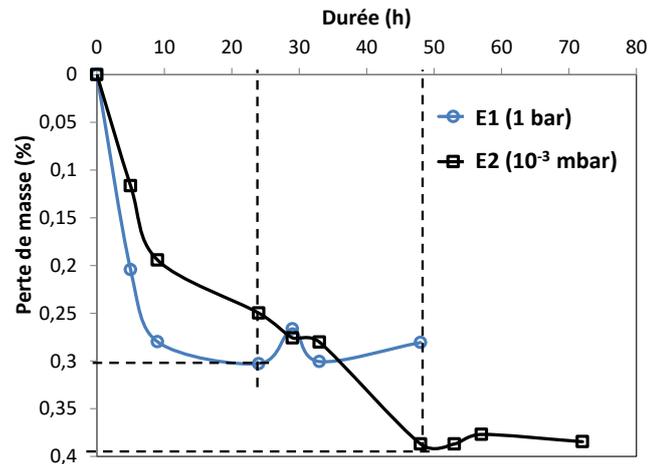


Figure 5.7 : Perte de masse du matériau en fonction du temps pour E1 (80°C / 1 bar) et E2 (80°C / 10^{-3} mbar)

La dynamique de séchage apparaît légèrement moins rapide lors du traitement thermique sous vide primaire (10^{-3} mbar) que lors de celui sous 1 bar absolu. Dans ce dernier cas, la perte d'eau dans l'échantillon est stabilisée au bout de seulement 24 heures, avec une perte de masse finale d'environ 0,3%. Une durée supérieure est nécessaire lors du traitement thermique réalisé sous vide (soit 48 heures), correspondant à une diminution plus importante de la masse d'environ 0,4%.

Le fait de retirer une partie de l'eau contenue dans le matériau améliore sensiblement ses propriétés diélectriques (sa permittivité diélectrique et son facteur de pertes), comme le montre l'évolution des spectres de la figure 5.8. On note, d'après l'évolution des spectres de l'échantillon E1 que 24 heures de traitement à 80°C et à 1 bar ont permis de revenir aux valeurs initiales (valeurs de référence) de permittivité et de facteur de pertes avant absorption d'eau. Après 24 heures de traitement thermique sous vide (échantillon E2), les valeurs de permittivité et de facteur de pertes diminuent considérablement pour se rapprocher des valeurs initiales, et au-delà de cette durée, l'évolution des spectres devient moins marquée. Bien que le traitement sous vide ait permis de retirer une masse d'eau plus importante, les valeurs de permittivité et de facteur de pertes apparaissent sensiblement identiques d'un échantillon à l'autre. Les deux types de traitement thermique montrent ainsi une influence similaire sur les propriétés diélectriques du matériau. Au-delà d'une certaine perte d'eau dans le matériau (dans notre cas correspondant à une perte de masse comprise entre 0,2% et 0,3%), le spectre diélectrique du matériau ne varie quasiment plus.

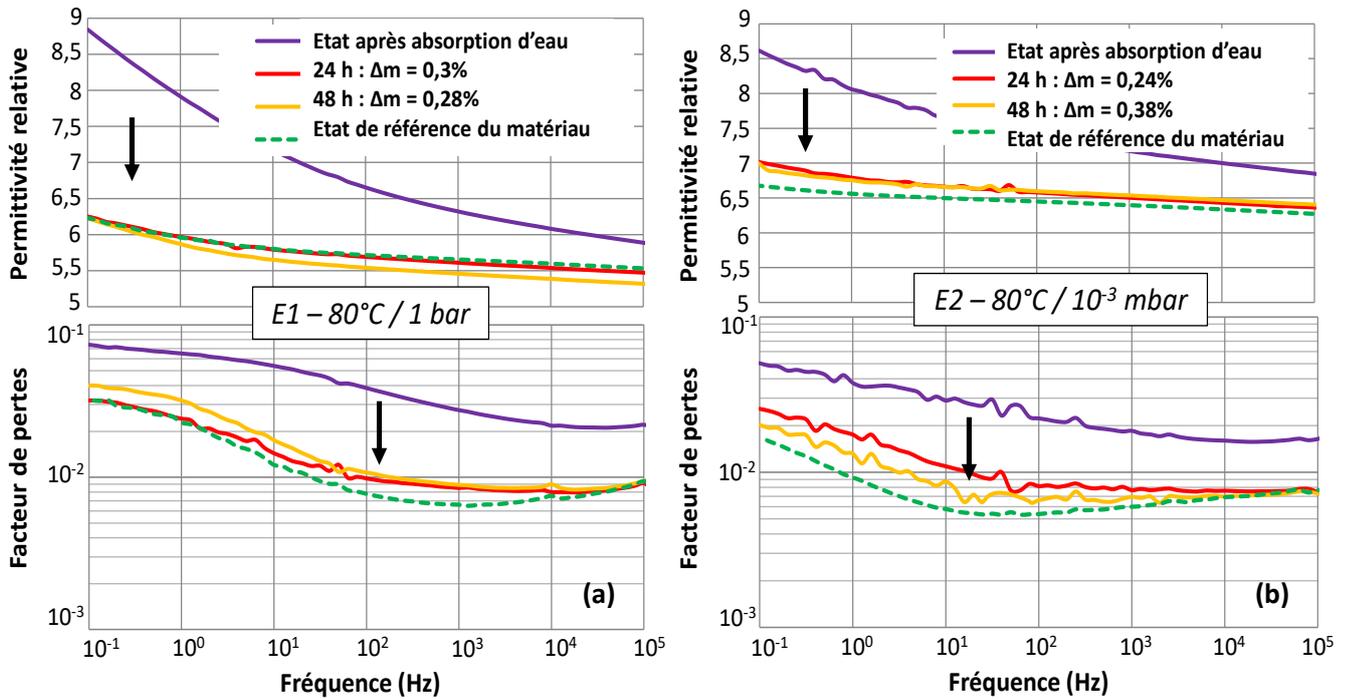


Figure 5.8 : Evolution de la permittivité et du facteur de pertes avec la perte d'eau de (a) E1 (80°C / 1 bar) et (b) E2 (80°C / 10⁻³ mbar)

5.1.1.1.3 Influence de la reprise d'eau à l'air ambiant

Les échantillons sont par la suite laissés à l'air ambiant pour observer la dynamique de reprise d'eau. Les courbes d'évolution de la masse des 2 échantillons sont données dans la figure 5.9.

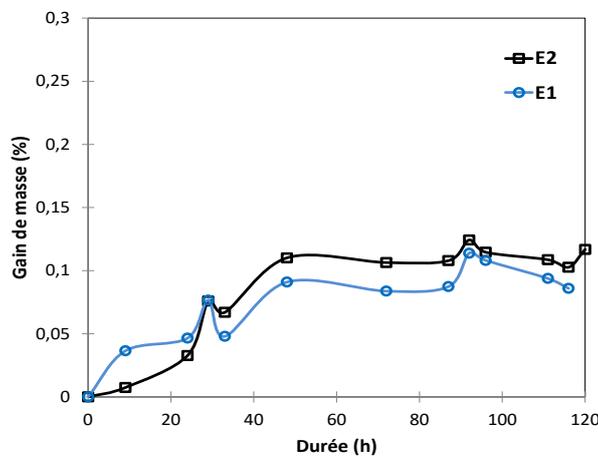


Figure 5.9 : Evolution de la masse du matériau en fonction de la durée de maintien sous atmosphère ambiante

On constate que la masse des 2 échantillons a augmenté d'environ 0,1% au bout de 48 heures. En prolongeant le test pendant une durée de 5 jours, leur masse reste quasi-constante. La prise d'eau dans ces conditions reste faible comparée à celle obtenue sous un environnement plus contraignant (80% HR - 60°C). Cette faible reprise d'eau entraîne une augmentation moins importante, mais cependant non négligeable, de la permittivité et du facteur de pertes, comme le montre la figure 5.10. En BF, on enregistre ainsi une augmentation de la permittivité de 14% et un facteur de pertes multiplié par 2.

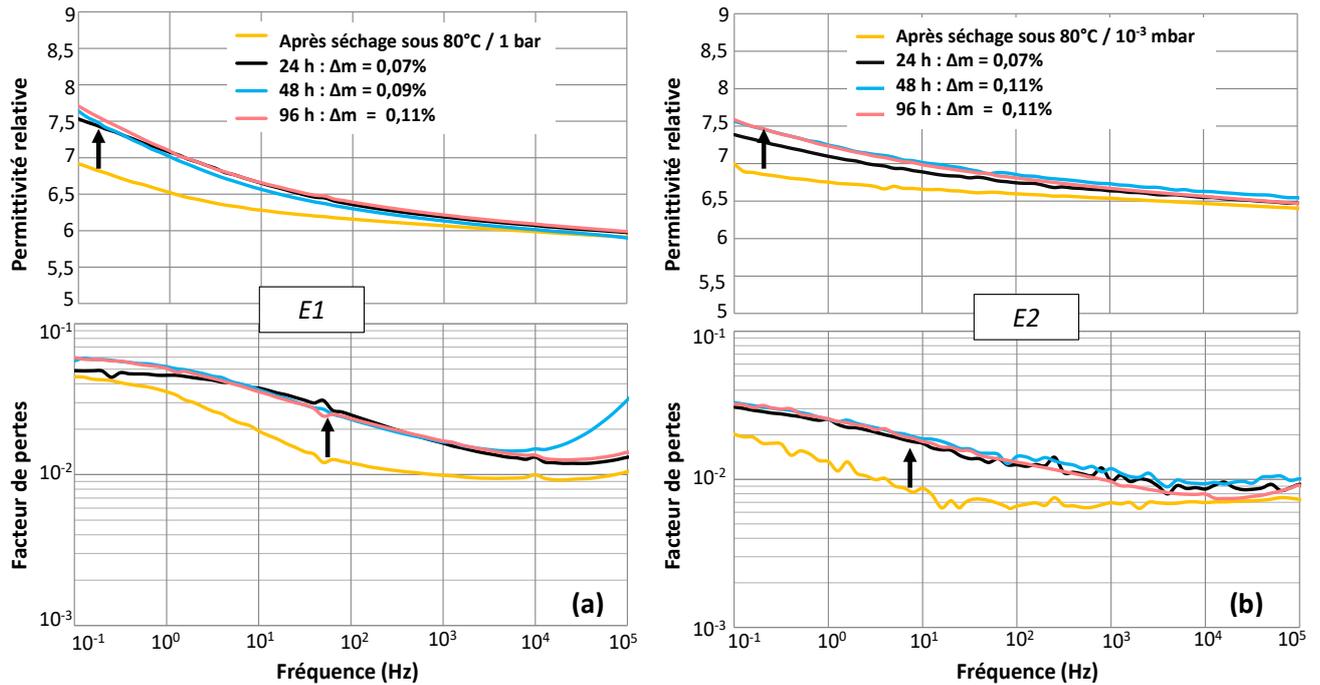


Figure 5.10 : Evolution de la permittivité et du facteur de pertes lors de la reprise d'eau sous atmosphère ambiante : (a) E1, (b) E2

Les études réalisées sur des échantillons plans confirment donc bien que la teneur en eau influence considérablement les propriétés diélectriques de notre résine époxyde chargée d'alumine, particulièrement en BF, domaine caractéristique du courant continu. Au vu de ces observations, il nous est paru donc indispensable de définir, pour la suite de l'étude, un protocole de prétraitement et de stockage adapté à la configuration des échantillons cylindriques, dans le but d'assurer la stabilité du matériau dans le temps et de garantir la reproductibilité des mesures.

5.1.1.2 Influence de la teneur en eau sur les échantillons cylindriques

La température de 80°C a été conservée pour le prétraitement thermique afin de ne pas trop s'approcher de la T_g . Néanmoins, par rapport aux échantillons plans, quelques différences sont à noter. La forme et les dimensions des échantillons cylindriques nécessitent l'utilisation d'un dispositif différent pour appliquer la contrainte thermique sous vide. Si une plaque chauffante était suffisante pour obtenir une température homogène dans les échantillons plans de 1 mm d'épaisseur, un tel dispositif n'est plus adapté pour des échantillons dont les dimensions sont beaucoup plus importantes.

Appelons alors « partie utile » la partie d'isolant située entre les électrodes interne et externe. Son inertie thermique, ainsi que celle des quantités de composite situées de part et d'autre de l'échantillon (50 mm de longueur), rendent plus difficile la diffusion de la chaleur et l'homogénéisation de la température. Il est donc plus difficile d'éliminer l'eau présente dans la partie utile d'isolant. Pour toutes ces raisons, une enceinte chauffante a été utilisée, avec la possibilité d'atteindre une pression de 50 mbar (contre 10^{-3} mbar pour le système avec plaque chauffante utilisé pour les échantillons plans).

Deux échantillons (Ech1 et Ech2), réalisés avec le même processus de fabrication, ont été utilisés pour étudier l'influence du traitement thermique à 80°C, respectivement sous 1 bar et sous 50 mbar.

Dans un premier temps, l'échantillon Ech1 a été placé dans l'étuve maintenue à pression ambiante (1 bar absolu) et chauffée à 80°C. Périodiquement, il a été retiré de l'étuve puis des mesures de masse (grâce à une balance de précision – 0,01 mg), de permittivité relative et de $\tan \delta$ ont été effectuées.

La variation de masse enregistrée (figure 5.11) est de 0,02%. Elle a été atteinte au bout de 400 heures, à partir desquelles la perte d'eau est devenue négligeable.

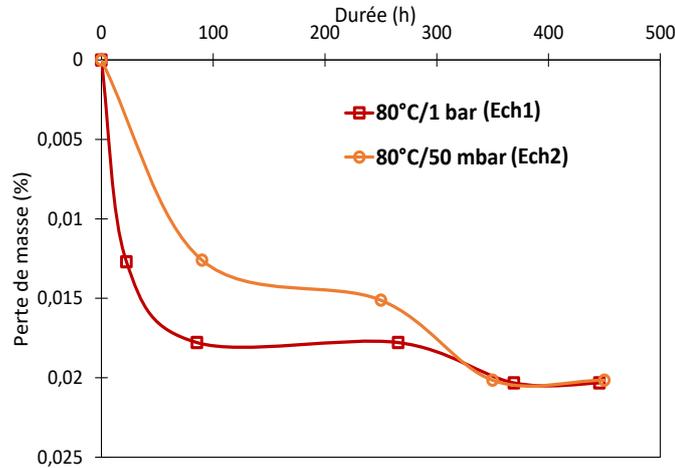


Figure 5.11 : Perte de masse du matériau en fonction de la durée dans les échantillons cylindriques sous 80°C / 1 bar (Ech1) et sous 80°C / 50 mbar (Ech2)

Cette perte de masse correspond à la perte d'eau dans l'ensemble de l'échantillon et pas uniquement à la perte d'eau dans la partie utile. Afin de connaître l'efficacité réelle du traitement thermique au niveau de partie utile d'isolant, des mesures de permittivité et de $\tan \delta$ ont été réalisées au niveau de cette partie. L'évolution du spectre diélectrique (figure 5.12-a) montre une diminution notable de la permittivité relative et du facteur de pertes, prouvant que le traitement thermique dans ces conditions permet le retrait de molécules d'eau de la partie isolante entre les électrodes.

Après une centaine d'heures à 80°C sous 1 bar, correspondant à la durée pendant laquelle la perte d'eau est la plus importante, les propriétés diélectriques du matériau ont tendance à se stabiliser. On note ainsi une diminution de la permittivité de l'ordre de 7%. Les valeurs de permittivité obtenues en BF sont proches de 6,8 - 6,9, soit du même ordre de grandeur que celles mesurées sur les échantillons plans et celles trouvées par Yahyaoui [YAHYAOUJ2015]. Le pic de relaxation présent initialement sur le spectre du facteur de pertes en hautes fréquences (HF) se déplace vers les plus basses fréquences pour disparaître au bout de 100 heures de traitement thermique. Cette évolution du $\tan \delta$ pourrait s'expliquer par une diminution de la quantité d'eau combinée à un réarrangement structural du matériau suite au conditionnement thermique.

Le deuxième échantillon (Ech2) a été utilisé pour étudier l'influence du traitement thermique sous vide (80°C / 50 mbar). L'évolution de la masse est donnée dans la figure 5.11. La dynamique de perte de masse est plus rapide sous 1 bar, comme observé précédemment avec les échantillons plans. Il reste cependant difficile d'établir une conclusion définitive car la quantité d'eau initialement contenue dans les deux échantillons n'est pas contrôlée et n'est donc pas connue. La perte de masse finale reste du même ordre de grandeur (~0,02%) pour les deux traitements thermiques. Comme pour l'échantillon Ech1, en parallèle des mesures de masse, un suivi de la permittivité relative et du facteur de pertes a été réalisé en fonction de la durée de mise sous traitement. L'évolution de ces deux paramètres est donnée dans la figure 5.12-b.

Nous pouvons remarquer que les évolutions de la permittivité et du $\tan \delta$ restent similaires à celles observées lors du traitement thermique réalisé sous pression atmosphérique (1 bar). Une certaine stabilité

de la permittivité est atteinte à partir d'une centaine d'heures de traitement. Ici aussi, comme observé pour le traitement sous 1 bar, les valeurs de permittivité en BF varient autour de 6,7 et le pic de relaxation observé à l'état initial en HF disparaît après le traitement thermique.

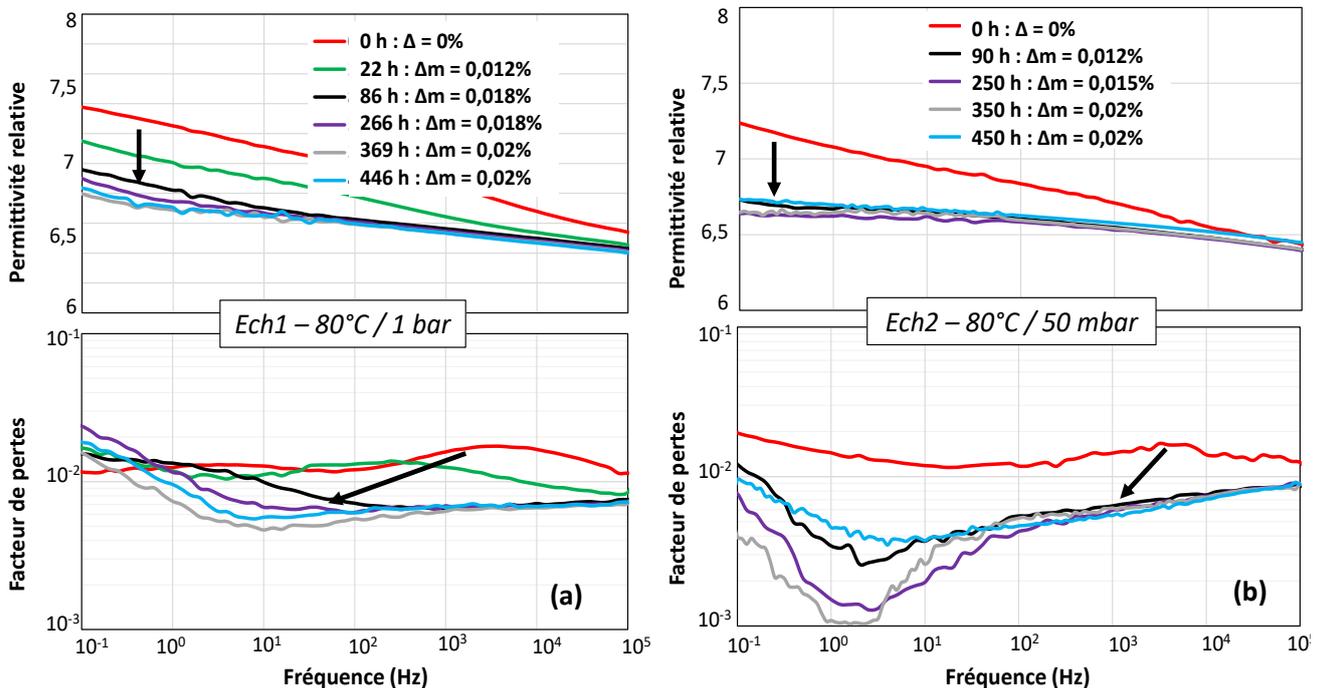


Figure 5.12 : Evolution du spectre diélectrique du matériau en configuration cylindrique pendant le traitement thermique sous (a) 80°C / 1 bar (Ech1) et sous (b) 80°C / 50 mbar (Ech2)

Pour les deux traitements thermiques, une diminution de la teneur en eau est constatée, que ce soit pour la perte de masse, pour la permittivité et le facteur de pertes. Si l'évolution de la permittivité est similaire pour les deux échantillons, on note une légèrement différence dans celle du facteur de pertes. Cela signifie que l'état initial et l'évolution en termes structuraux des deux échantillons, bien que très proches, ne sont pas tout à fait identiques, car les pics de relaxation observés en BF sur l'échantillon Ech2 n'ont pas la même amplitude, ni exactement la même évolution que ceux observés sur Ech1, en particulier entre 250 et 350 h de traitement thermique. Toutefois, au bout de 450 h, les valeurs du facteur de pertes remontent et on retrouve celles obtenues après 100 h. En poursuivant le traitement thermique sur cet échantillon, les propriétés du matériau restent stables autour de ces valeurs. Par la suite, d'autres échantillons ayant subi également ce traitement thermique (80°C / 50 mbar) n'ont pas présenté ce type de comportement et les évolutions de spectres observées sont semblables à celles de Ech1. Pour les deux traitements thermiques, la diminution est maximale au bout d'une centaine d'heures, durée à partir de laquelle les variations deviennent moins significatives.

De façon à faire un choix définitif entre les deux prétraitements, nous avons observé leur influence sur les phénomènes de relaxation de la charge d'espace, en effectuant des mesures par la MOT. Pour cela, nous avons utilisé le banc de test spécifiquement mis en place pour ce travail, et présenté en détails au Chapitre 4.

5.1.2 Suivi de la charge d'espace dans les échantillons cylindriques – Influence du prétraitement thermique

Comme nous l'avons vu dans les sections précédentes, les deux traitements employés (80°C / 1 bar et 80°C / 50 mbar) engendrent la perte d'une partie de l'eau contenue dans l'échantillon, contribuant à stabiliser sa permittivité et son facteur de pertes.

A réception des échantillons Ech1 et Ech2, des mesures ont été réalisées pour estimer le niveau initial en termes de charge d'espace sans aucune application de contrainte thermique et/ou électrique au préalable. Il a été observé (figure 5.13) que les échantillons présentaient en moyenne des niveaux de courant MOT de l'ordre du nano ampère, variant d'un échantillon à l'autre. Afin d'évacuer ces charges (de « décharger » le matériau), les échantillons ont été mis en court-circuit et conditionnés respectivement sous 80°C / 1 bar et 80°C / 50 mbar. Un suivi des charges d'espace a été réalisé. Il ressort de ce suivi une décroissance significative du signal, mettant en évidence l'influence du traitement sur les phénomènes de relaxation des charges initialement présentes (charges qui peuvent provenir des contraintes générées par le mode de fabrication des échantillons, mais également de la présence de molécules polaires, comme l'eau). On observe toutefois que le courant MOT décroît plus rapidement avec le traitement thermique réalisé sous 50 mbar (Ech2) ; cet environnement semble ainsi plus favorable à la relaxation de la charge initialement présente. Ainsi, après 90 heures à 80°C / 50 mbar, l'amplitude du signal baisse de 90%, contre seulement de 70% après 86 heures de traitement thermique à pression ambiante (1 bar).

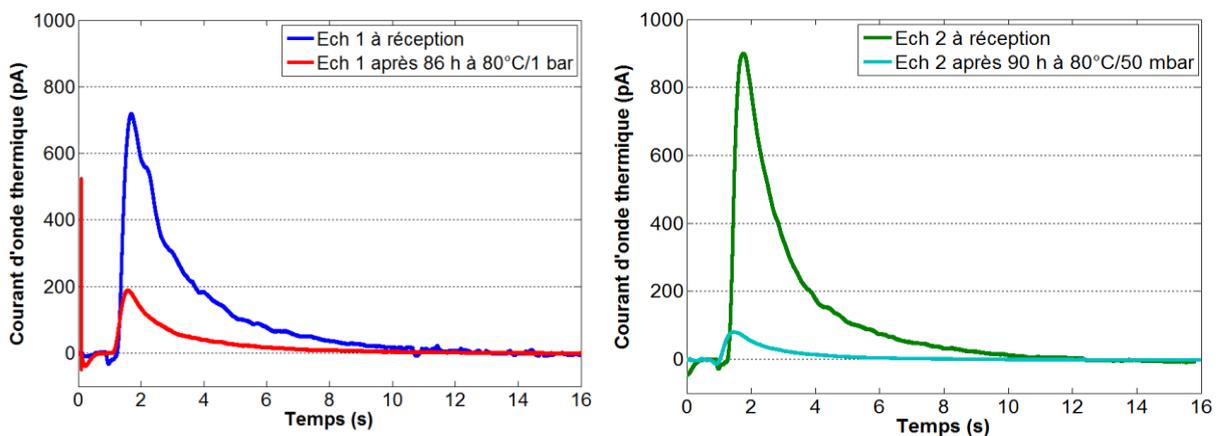


Figure 5.13 : Courants MOT obtenus sur les échantillons mis en court-circuit à 80°C sous 1 bar et 50 mbar

Un suivi plus fin a été réalisé de façon à étudier le phénomène de relaxation de ces charges sous l'effet du prétraitement thermique. Pour des raisons liées à l'approvisionnement d'échantillons, ce suivi a été uniquement réalisé sur l'échantillon Ech1 conditionné sous 80°C / 1 bar. Cet échantillon a régulièrement été retiré de l'enceinte climatique afin de mesurer le niveau de courant MOT (figure 5.14). On s'aperçoit ainsi que, durant cette phase de relaxation, l'amplitude du signal diminue jusqu'à une dizaine de pico ampères.

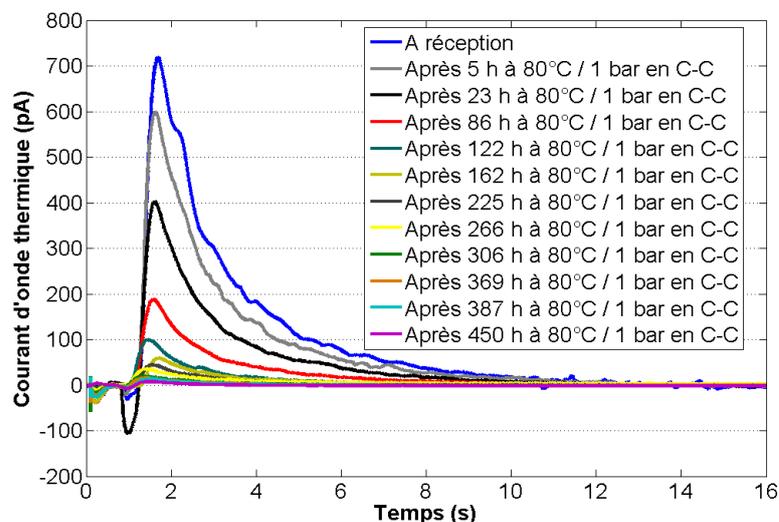


Figure 5.14 : Evolution des courants MOT pendant le prétraitement thermique à 80°C / 1 bar de Ech1 en court-circuit (C-C)

En considérant que les phénomènes de relaxation (dépolérisation et recombinaison de charges) sont gouvernés par des lois exponentielles et en considérant, dans une première approximation le courant MOT comme directement lié à la densité de charge d'espace, la variation de l'amplitude de signal devrait obéir à une loi du type :

$$I_{MOTmax} = I_{MOTmax_0} e^{-t/\tau} \quad (5.3)$$

où I_{MOTmax_0} indique l'amplitude du courant MOT à $t = 0$ et τ est la constante de temps liée à la vitesse de relaxation des charges. La représentation logarithmique de l'amplitude de courant en fonction de la durée de mise en court-circuit à 80°C correspond alors à une droite dont la pente est l'inverse de la constante de temps.

La figure 5.15 montre en effet une décroissance exponentielle de l'amplitude du courant avec deux constantes de temps, correspondant a priori à deux processus majoritaires qui se produisent durant la relaxation. Les deux phénomènes sont vraisemblablement toujours présents, mais suivant l'avancée dans le temps, l'un des phénomènes s'avère prédominant sur l'autre. Le premier processus domine ainsi dans les premières heures de la relaxation (< 50 h), suivi du deuxième processus, dont la constante de temps est environ trois fois plus grande. Le premier processus pourrait être associé à la relaxation de charges ayant des niveaux d'énergie faibles liés à la présence d'eau dans le matériau, d'autant plus que cette durée de 50 heures correspond à une perte de masse significative de l'échantillon (figure 5.11). Lorsque la masse de l'échantillon devient plus stable (séchage de l'échantillon presque complet), la relaxation devient plus lente, preuve que le processus implique des énergies d'activation plus élevées.

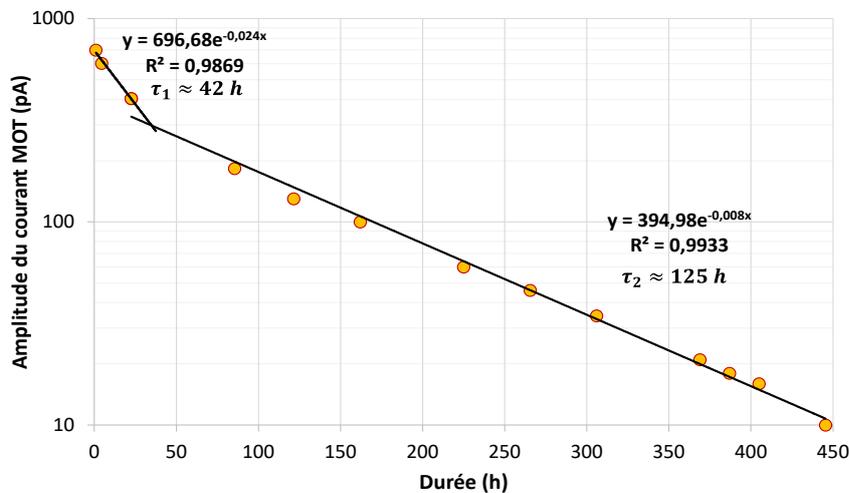


Figure 5.15 : Représentation logarithmique de $I_{MOTmax} = f(t)$ pendant la relaxation de la charge d'espace à 80°C / 1 bar

Afin de vérifier l'hypothèse avancée sur le premier processus de relaxation, une étude sur l'absorption d'eau a été effectuée. Un échantillon préalablement séché et « déchargé » a été placé sous 60°C / 80% HR pendant 500 heures. Le niveau du courant MOT, sans qu'aucune contrainte électrique n'ait été appliquée à l'échantillon, s'est avéré sensiblement identique à celui de l'échantillon après relaxation des charges (figure 5.16). Ce résultat montre que, si l'influence de l'eau est directement visible sur une modification de la permittivité et du facteur de pertes, elle n'induit pas de zones de charges d'espace dans le volume de l'isolant détectables par la MOT. Ceci paraît normal car les molécules d'eau n'ont pas été polarisées (pas d'application de champ). Par conséquent, les réponses en charges d'espace observées à l'état initial et la décroissance du courant MOT ne peuvent s'expliquer exclusivement par la présence d'eau dans le matériau. D'autres phénomènes, vraisemblablement liés à la présence ou à la répartition inhomogène d'espèces ioniques suite au processus de fabrication du matériau sont certainement à prendre en compte. Cependant,

il reste difficile de complètement exclure avec certitude, que l'eau présente initialement dans le matériau ne joue pas un rôle sur son état électrique au départ, surtout si celle-ci est répartie de façon non homogène.

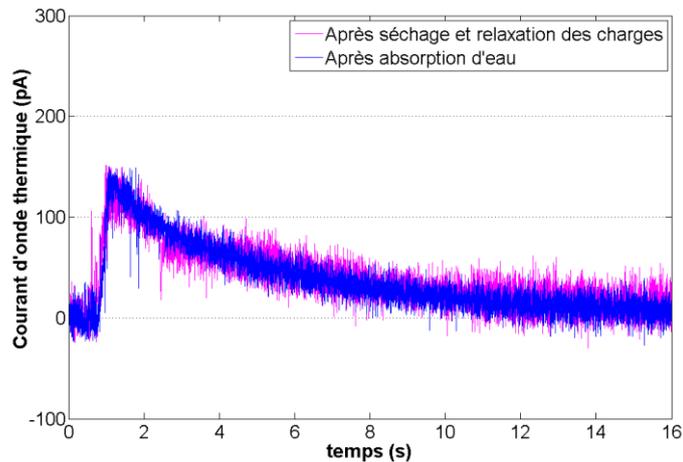


Figure 5.16 : Courants MOT avant et après absorption d'eau

Même si ce suivi a été réalisé sous $80^{\circ}\text{C} / 1 \text{ bar}$, on peut raisonnablement estimer que les phénomènes associés pour un traitement sous $80^{\circ}\text{C} / 50 \text{ mbar}$ sont sensiblement les mêmes, avec toutefois des constantes de temps plus faibles (figure 5.13).

Pour définir à partir de quels niveaux de champ électrique interne on peut considérer que l'échantillon est « déchargé », nous avons réalisé des mesures d'étalonnage. Les niveaux de champ résiduel dans le composite doivent être négligeables après le processus de « décharge », par rapport aux futures contraintes électriques à appliquer. On s'est fixé ainsi une limite de 5% de la valeur minimale du champ électrique à appliquer (2 kV/mm), soit un champ résiduel inférieur ou égal à $0,1 \text{ kV/mm}$. Le principe des mesures MOT sous champ continu appliqué est illustré dans la figure 5.17, et décrit en détail au § 4.1.3.

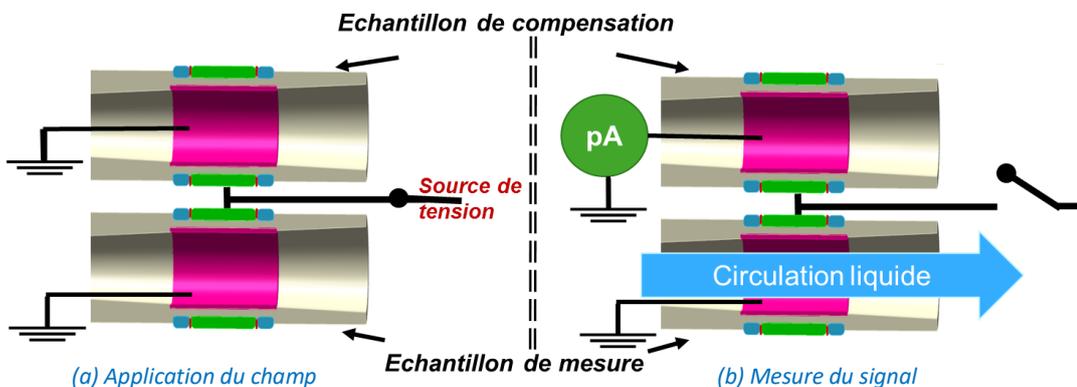


Figure 5.17 : Principe de la MOT sous champ continu en configuration d'échantillons cylindriques

Pour cela, nous avons utilisé deux échantillons identiques, pour lesquels le niveau de charge d'espace détecté dans la partie utile avoisinait la limite de sensibilité du banc de mesure (soit quelques pA après traitement thermique et mise en court-circuit sous $80^{\circ}\text{C} / 50 \text{ mbar}$). Nous avons ensuite appliqué aux deux échantillons des tensions continues de $\pm 500 \text{ V}$, puis de $\pm 1000 \text{ V}$. Ces tensions correspondent à des valeurs de champs de Laplace dans l'isolant, proche de l'électrode interne, de $\pm 0,18 \text{ kV/mm}$ et de $\pm 0,36 \text{ kV/mm}$. Ces faibles valeurs de champ ne génèrent pas de charges d'espace dans le matériau et le courant d'onde thermique devient proportionnel à la tension appliquée. Les signaux MOT mesurés sont donnés dans la figure 5.18. Il en ressort que la proportionnalité des signaux avec la tension appliquée est respectée.

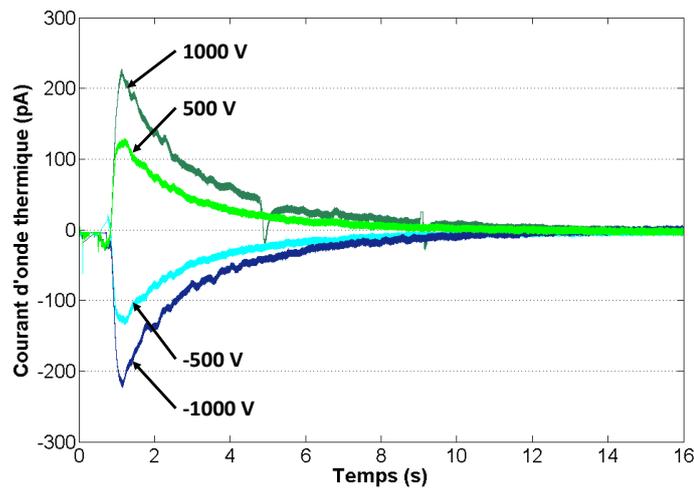


Figure 5.18 : Courants MOT d'étalonnage mesurés sur les échantillons cylindriques

Nous pouvons en déduire qu'un champ appliqué au niveau de l'électrode de l'ordre de 0,36 kV/mm (soit 1000 V appliqué), en configuration dite « double condensateur », induit un courant MOT de 220 pA. Pour déterminer le niveau du signal qui serait mesuré en condition de mesure normale en court-circuit avec un seul échantillon (« simple condensateur »), il convient de doubler la valeur du courant, soit 440 pA (équations 4.33 et 4.34).

Nous pouvons donc estimer que, pour un échantillon en configuration « simple condensateur », un courant MOT d'amplitude de l'ordre de 100 pA serait représentatif d'un champ interne de l'ordre de 0,08 kV/mm. Compte tenu de cette faible valeur, nous pouvons alors considérer que l'échantillon est « déchargé » si l'amplitude du courant MOT est inférieure à 100 pA.

Bien que les 2 traitements thermiques testés aient un impact similaire sur l'évolution de la permittivité et du facteur de pertes du matériau, la différence est surtout marquée dans l'évolution du courant MOT lors de la relaxation de la charge. C'est donc ce dernier critère qui a principalement motivé le choix du protocole de traitement thermique. La procédure pour le prétraitement thermique à appliquer aux échantillons cylindriques a ainsi été définie comme suit :

- Placer les échantillons en court-circuit dans une étuve à 80°C / 50 mbar pendant au moins 100 heures, en fonction du niveau initial de charge (signal MOT) dans l'échantillon ;
- Arrêter le traitement thermique lorsque le signal MOT devient inférieur à 100 pA (correspondant à un champ électrique dans l'isolant inférieur à 0,1 kV/mm).

Le protocole a été appliqué à tous les échantillons avant leur utilisation pour toute étude supplémentaire. Ce même environnement (80°C / 50 mbar en court-circuit) a également été utilisé pour le stockage des échantillons.

5.1.3 Protocole expérimental appliqué aux échantillons cylindriques

Le protocole expérimental complet se décompose en deux phases distinctes : caractérisation de chaque échantillon dans son état initial (dès réception), puis étude de l'évolution de la charge d'espace.

La première phase a pour but de déterminer les propriétés diélectriques du matériau isolant à l'état initial (permittivité, facteur de pertes diélectriques, charges d'espace), et également de sélectionner, si possible, les échantillons à étudier de façon préférentielle, en fonction de la présence éventuelle de défauts de structure dans la partie utile d'isolant (tomographie à rayons X et détection de décharges partielles). Cette

étape a été suivie par le prétraitement thermique sous 80°C / 50 mbar. Pour terminer, une étude concernant la reproductibilité du comportement des échantillons du point de vue de la charge d'espace a été réalisée. Elle a consisté à appliquer une même contrainte électrique à tous les échantillons. Les échantillons présentant des niveaux de courant MOT similaires ont été sélectionnés pour la suite. La valeur de cette première contrainte a été choisie proche du champ de fonctionnement dans les futurs postes électriques (6 kV/mm), et en dessous du champ critique pouvant être atteint (10 kV/mm) : il s'agit de 19 kV (soit un champ de Laplace supposé près de l'électrode interne de 6,9 kV/mm), à température ambiante pendant 14 heures.

La seconde phase de l'étude a été organisée en deux volets.

- *Etude de l'influence du champ électrique et de la température sur la charge d'espace*

Trois champs électriques et trois températures ont été appliqués. Un même échantillon subit les différentes contraintes, en partant de la contrainte électrique la plus faible vers la plus élevée (en commençant par 25°C, puis 60 et enfin 105°C). Entre chaque contrainte, une phase de relaxation des charges a été effectuée, dans le but de s'assurer du même état électrique de départ de l'isolant. Les tensions appliquées ont été de 5, 11 et 28 kV, correspondant respectivement à des champs de Laplace supposés près de l'électrode interne de 1,8, 3,9 et 10,1 kV/mm. Cela fait une combinaison totale de neuf contraintes à appliquer, classées dans leur ordre d'application dans le tableau 5.1. Chaque contrainte a été appliquée pendant une durée de 4 heures, correspondant à 3 heures de contraintes réelles et 1 heure durant laquelle la tension électrique reste appliquée et la température est abaissée jusqu'à atteindre la valeur ambiante, permettant ainsi de figer les charges. Le protocole est récapitulé dans la figure 5.19.

Tableau 5.1 : Contraintes appliquées pour l'étude de l'influence du champ électrique et de la température sur la charge d'espace

1 ^{ère}		2 ^{ème}		3 ^{ème}	
1,8 kV/mm	25°C	3,9 kV/mm	25°C	10,1 kV/mm	25°C
4 ^{ème}		5 ^{ème}		6 ^{ème}	
1,8 kV/mm	60°C	3,9 kV/mm	60°C	10,1 kV/mm	60°C
7 ^{ème}		8 ^{ème}		9 ^{ème}	
1,8 kV/mm	105°C	3,9 kV/mm	105°C	10,1 kV/mm	105°C

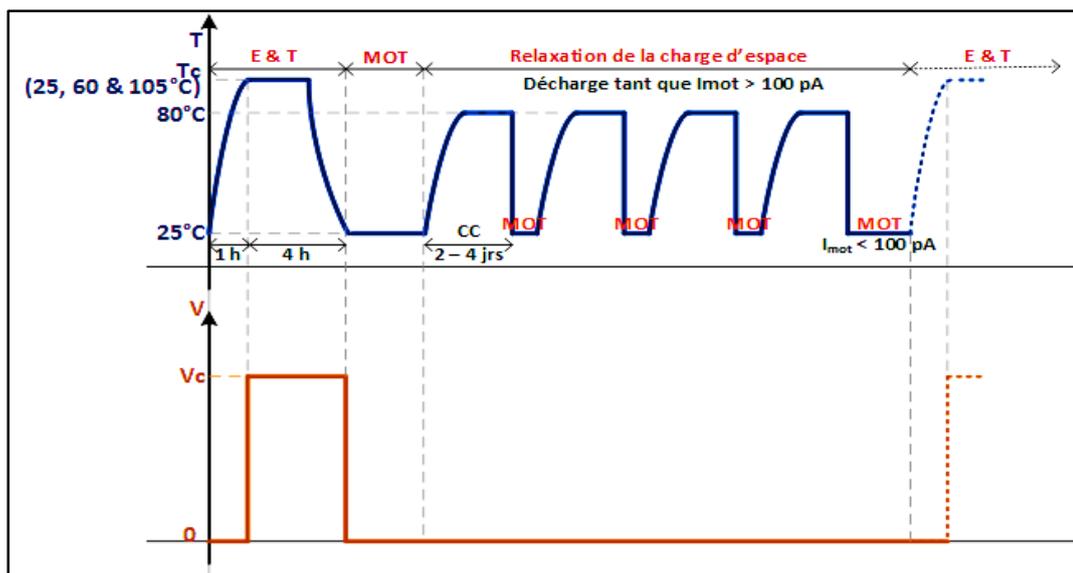


Figure 5.19 : Protocole expérimental pour l'étude de l'influence du champ électrique et de la température sur la charge d'espace

- Etude de l'influence de la durée de conditionnement électrique sur la charge d'espace*

De façon à se placer dans les conditions les plus contraignantes, cette étude a été effectuée sous la plus haute des trois températures (105°C) et pour les trois mêmes valeurs de champ électrique (1,8, 3,9 et 10,1 kV/mm près de l'électrode interne). Les tests ont été réalisés jusqu'à 72 heures de mise sous contraintes (2, 4, 15 et 72 heures). Ces durées ont été choisies pour être en-dessous et au-dessus de la durée de 10 heures au bout desquelles le courant de conduction dans le composite commence à atteindre son régime de stabilisation [ZAVATTONI2014]. Ces durées incluent chacune une heure nécessaire pour abaisser la température de l'échantillon jusqu'à 25°C sous tension appliquée. Les contraintes appliquées et leur ordre d'application sont donnés dans le tableau 5.2. Un même échantillon est utilisé pour toutes les contraintes et, entre chaque niveau de tension appliquée, une phase de relaxation des charges précédemment accumulées est effectuée. Le protocole expérimental est décrit dans la figure 5.20.

Tableau 5.2 : Contraintes appliquées pour l'étude de l'influence de la durée de conditionnement électrothermique sur la charge d'espace

1^{ère}		2^{ème}		3^{ème}		4^{ème}	
1,8 kV/mm	2 h	1,8 kV/mm	4 h	1,8 kV/mm	15 h	1,8 kV/mm	72 h
5^{ème}		6^{ème}		7^{ème}		8^{ème}	
3,9 kV/mm	2 h	3,9 kV/mm	4 h	3,9 kV/mm	15 h	3,9 kV/mm	72 h
9^{ème}		10^{ème}		11^{ème}		12^{ème}	
10,1 kV/mm	2 h	10,1 kV/mm	4 h	10,1 kV/mm	15 h	10,1 kV/mm	72 h

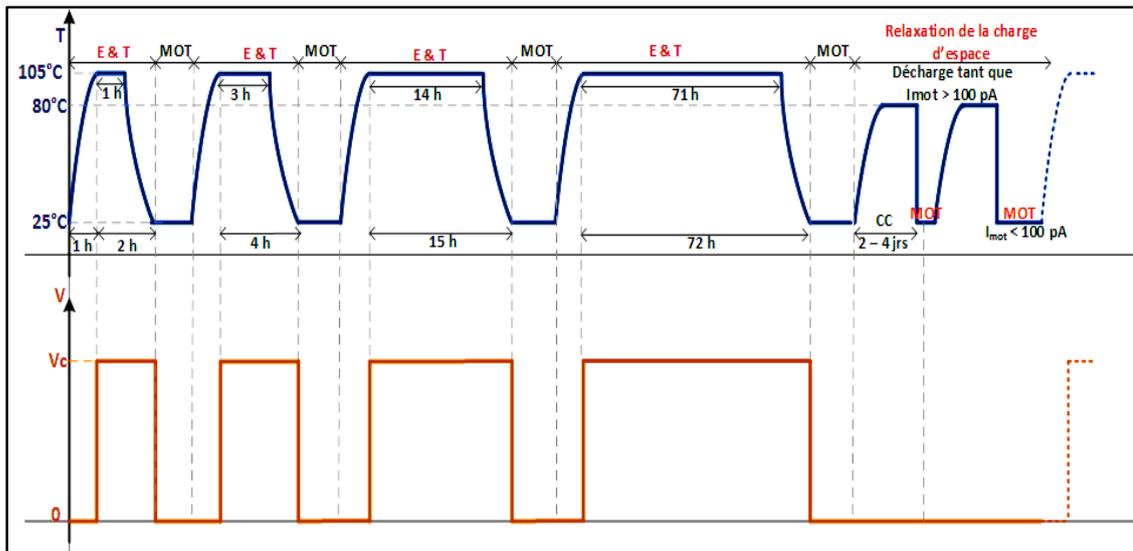


Figure 5.20 : Protocole expérimental pour l'étude de l'influence de la durée de conditionnement sur la charge d'espace

Le schéma simplifié de montage pour l'application de la tension est illustré dans la figure 5.21 : la tension positive est appliquée entre l'électrode interne et les électrodes de garde et externe, qui sont reliées à la masse.

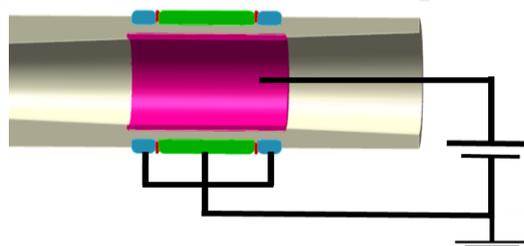


Figure 5.21 : Schéma simplifié d'application de la contrainte électrique à l'échantillon cylindrique

5.2 Résultats expérimentaux

5.2.1 Phase 1 : Etude et sélection des échantillons à l'état initial

Du fait de la configuration particulière des échantillons et du processus de fabrication, des défauts de structure peuvent apparaître et s'avérer critiques lors de l'application des contraintes. Pour détecter la présence de ces défauts, des analyses par tomographie à rayons X et des mesures électriques de décharges partielles (DP) ont été effectuées. Des mesures par la méthode de l'onde thermique ont également été réalisées pour obtenir des informations complémentaires. Dix échantillons réalisés par Supergrid Institute ont ainsi été soumis à ces tests, avec pour objectif de sélectionner ceux présentant le plus de similitude en termes de conception et de comportement diélectrique.

Par ailleurs, pendant la durée du travail de thèse, le procédé de fabrication des échantillons a évolué dans le but de réaliser des échantillons les plus homogènes possibles en termes de qualité.

5.2.1.1 Analyse par tomographie à rayons X

Un exemple de reconstruction 3D du design global externe d'un échantillon, obtenue par tomographie à rayons X, est donné dans la figure 5.22. Les différents constituants de l'échantillon (résine époxyde chargée d'alumine, électrodes et cales en téflon) y sont clairement repérés.

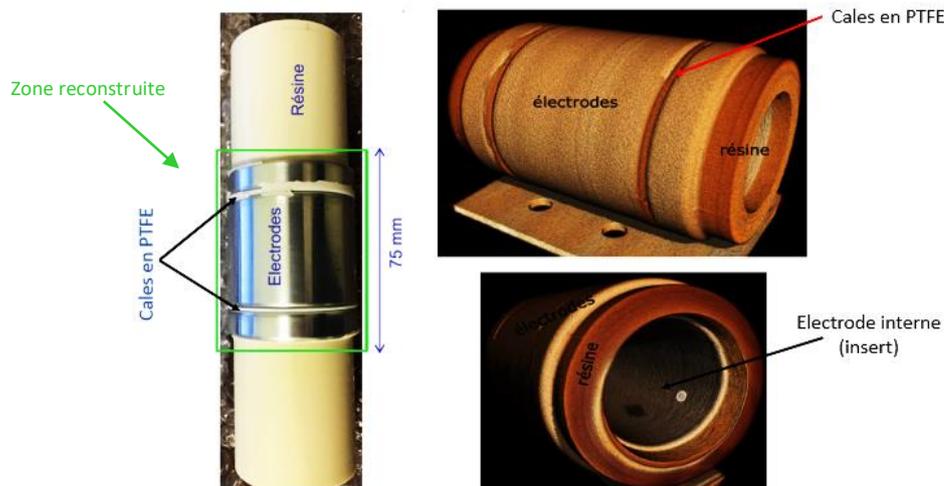


Figure 5.22 : Reconstruction 3D d'un échantillon cylindrique sur une zone de 75 mm (reconstruction en fausse couleur)

Grâce à des coupes suivant les directions radiale et longitudinale, issues de la reconstruction 3D, des défauts internes ont été détectés dans le volume isolant des échantillons. La résolution de la technique d'imagerie permet de détecter des défauts de dimensions supérieures ou égales à 75 μm .

Plusieurs des échantillons réalisés ont été examinés par cette technique d'imagerie non destructive et, par souci de légèreté pour le lecteur, nous avons résumé l'ensemble des principaux défauts recensés : des délaminations au niveau des interfaces, des vacuoles gazeuses dans la résine et des inclusions de matières.

5.2.1.1.1 Délaminations

Elles ont été observées aux frontières entre les différents composants de l'échantillon. Il s'agit notamment de délaminations pouvant exister dans les interfaces résine/électrode de garde, résine/PTFE, résine/électrode externe et résine/insert (figure 5.23).

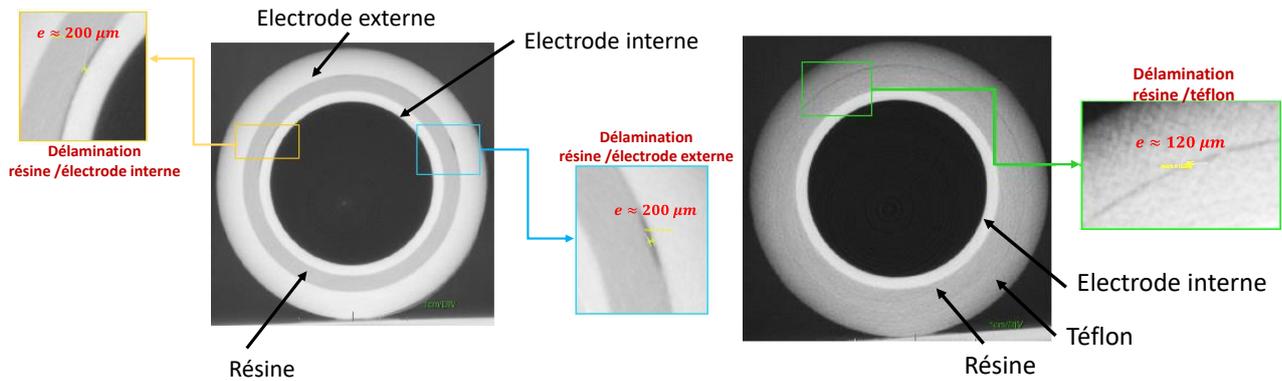


Figure 5.23 : Images de quelques délaminations observées dans les échantillons

A l'interface résine/insert, les délaminations sont moins significatives. Afin de diminuer au maximum la présence de ces délaminations, en particulier à l'interface résine/électrode externe, la surface de cette électrode de base polie ($R_a = 1,1 \mu m$) a été modifiée sur certains échantillons pour la rendre plus rugueuse ($R_a = 15 \mu m$) et ainsi obtenir une meilleure accroche avec la résine. Des échantillons ont été réalisés en utilisant ce nouveau paramètre, et les analyses par tomographie à rayons X ont montré que les délaminations étaient toujours présentes. Cette option a ainsi été écartée, et la configuration initiale définie pour les échantillons a été conservée. Il est à noter que ces délaminations sont les défauts les plus récurrents observés dans les échantillons, avec un taux d'apparition de 100%. Elles peuvent atteindre des épaisseurs maximales de $200 \mu m$. Toutefois, afin d'évaluer l'impact de leur présence sur la distribution du champ électrique dans l'isolant, des simulations numériques sous COMSOL Multiphysics ont été réalisées, en considérant l'absence de charges d'espace dans une première approche. Les délaminations sont ici modélisées par ajout d'une couche d'air ($\epsilon_r = 1$) homogène d'épaisseur e (comprise entre 90 et $150 \mu m$) et de longueur l (entre 10 et $40 \mu m$). Ainsi, dans le cas d'une délamination aux interfaces résine/électrodes, nous avons pu noter un fort renforcement du champ local aux interfaces, au niveau de la délamination, et une légère diminution du champ dans l'épaisseur de l'échantillon jusqu'à l'électrode opposée sur la longueur de la délamination (voir figures 5.24 et 5.26). La modification du champ reste toutefois négligeable quand la délamination se situe entre la résine et les cales en téflon (puisque qu'on se situe dans une zone de faible champ).

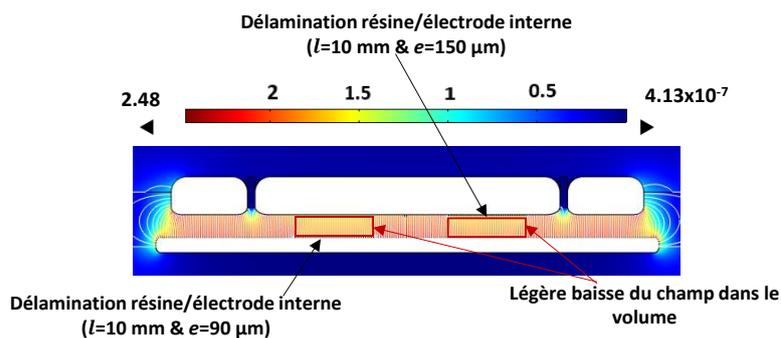


Figure 5.24 : Répartition du champ simulé dans la résine (en l'absence de charges d'espace) sous 6 kV DC appliqués, en présence de délaminations.

Nota : Champs donnés en kV/mm

Du fait que les échantillons analysés ont tous présenté ce type de défaut, la présence de délamination n'a donc pas été un critère disqualifiant dans le choix des échantillons à étudier ; et ce, malgré les contraintes électriques à appliquer pour la suite de l'étude.

5.2.1.1.2 Vacuoles dans la résine

Elles ont principalement été localisées aux interfaces résine/PTFE, résine/électrode de garde et résine/électrode externe. Elles ont aussi été observées, mais en très faibles quantités (sur deux des échantillons analysés uniquement), aux interfaces résine/insert et dans la résine au niveau de la partie utile d'isolant. Les dimensions de ces vacuoles peuvent considérablement varier d'un échantillon à l'autre et atteindre, pour les cas extrêmes des valeurs de l'ordre du millimètre de diamètre. C'est le deuxième type de défaut le plus récurrent après les délaminations ; il a été observé sur 60% des échantillons analysés.

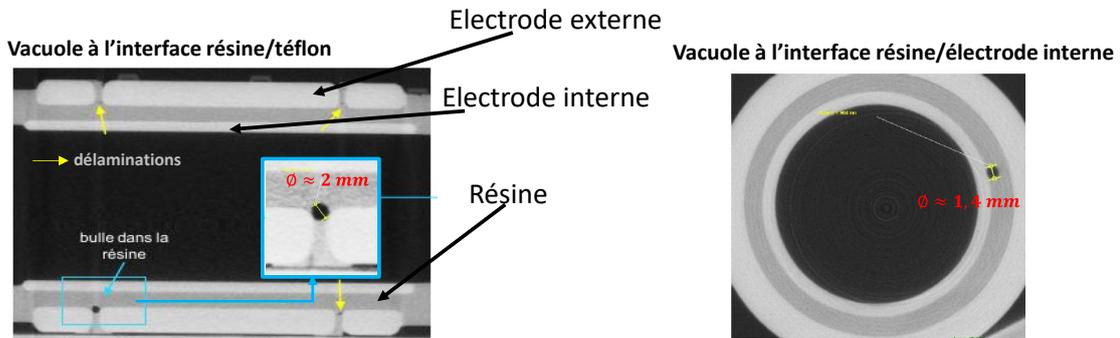


Figure 5.25 : Images de quelques vacuoles observées dans les échantillons

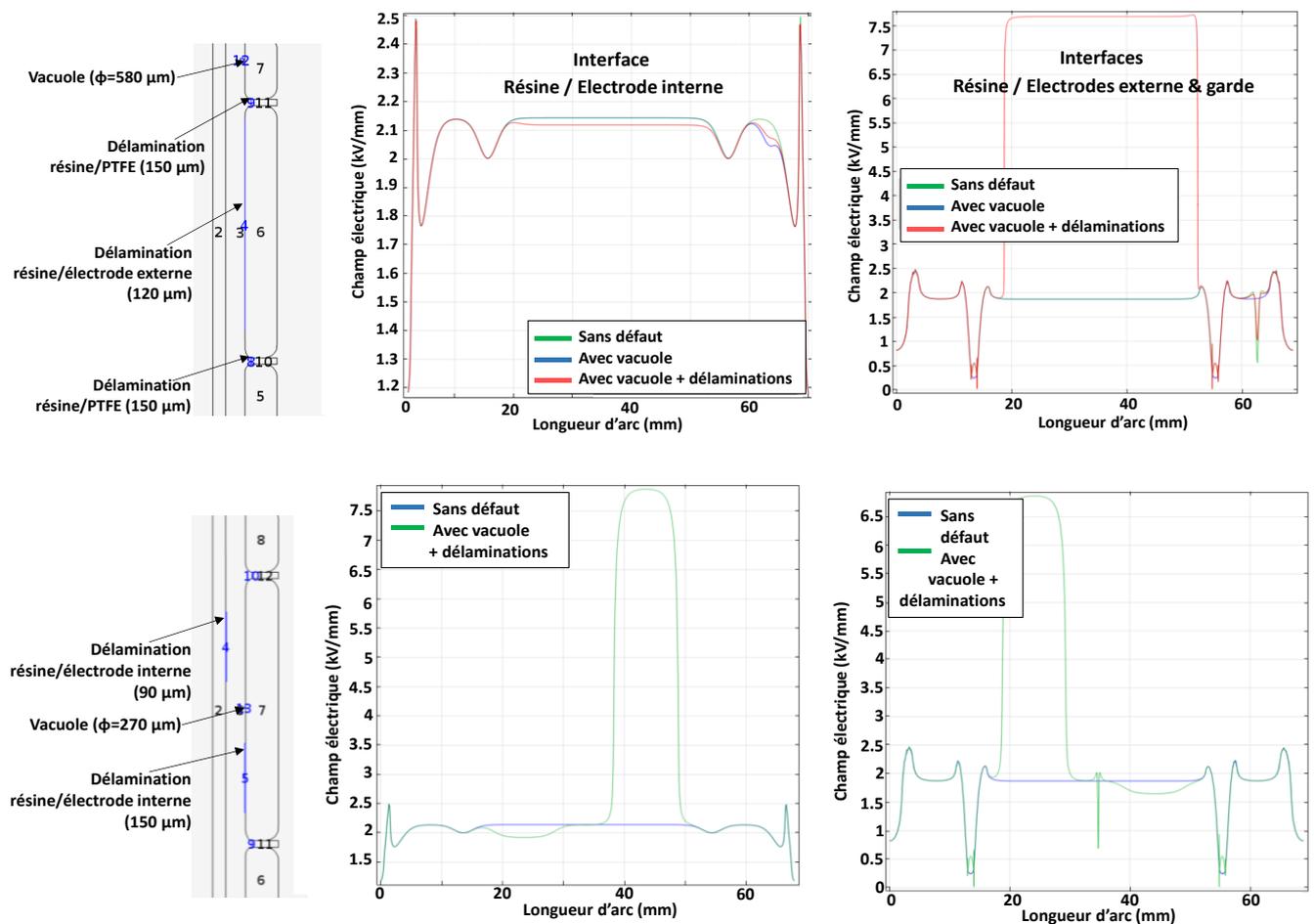


Figure 5.26 : Calcul de champ sous 6 kV DC appliqués aux interfaces (Résine / Electrode interne, Résine / Electrodes externe et de garde) en présence de vacuoles et de délaminations (en l'absence de charges d'espace)

Nota : La longueur d'arc représente la longueur d'électrode

A l'aide des simulations numériques de champ réalisées aux interfaces (figure 5.26), il a été observé que, quel que soit l'endroit où se situent les vacuoles, celles-ci entraînent une modification du champ électrique

local (abaissement du champ d'environ 60% pour une vacuole de 270 μm) et n'impactent pas de façon significative la répartition du champ électrique dans l'épaisseur de résine.

5.2.1.1.3 Inclusions de matières

Elles ont surtout été observées dans la résine, aux interfaces avec les électrodes interne et externe. D'après le contraste de couleur, qui dépend de la densité des matériaux, ces inclusions semblent présenter une densité proche de celle des électrodes en aluminium (figure 5.27).

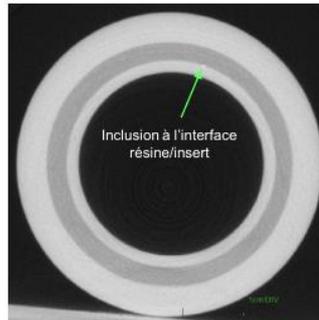


Figure 5.27 : Inclusion dans les échantillons à l'interface résine/électrode interne

En termes de simulation (figure 5.28), en considérant qu'elles sont constituées du même matériau que les électrodes, leur présence entraîne un renforcement du champ électrique local (d'un facteur deux) au niveau de l'inclusion, sans pour autant modifier toute la répartition du champ dans le volume. C'est le défaut le moins récurrent des trois défauts ; il a été observé sur 30% des échantillons analysés (soit 3 sur les 10).

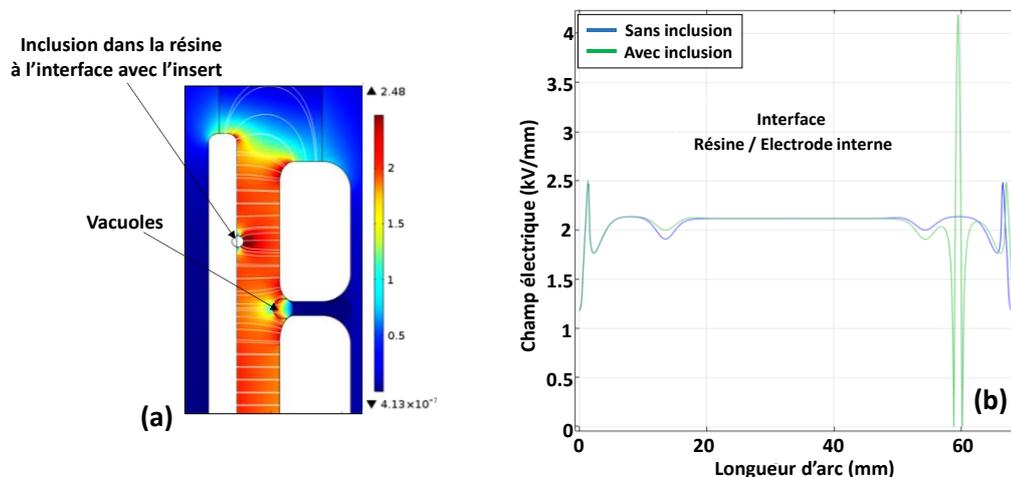


Figure 5.28 : Calcul du champ sous 6 kV DC appliqués en absence et en présence d'inclusion à l'interface Résine / Insert : (a) répartition du champ dans la résine, (b) calcul du champ à l'interface Résine / Electrode interne

Grâce aux différentes analyses effectuées par tomographie à rayons X, 3 échantillons sur les 10 réalisés n'ont pas été sélectionnés pour la suite de l'étude (ces 3 échantillons présentant une délamination sur toute la surface dans l'interface résine/électrode externe et entraînant un non-contact mécanique et électrique entre l'électrode externe et l'isolant).

Il est important de préciser que ces délaminations, tout comme les vacuoles susceptibles d'être présentes dans l'isolation, peuvent affecter la tenue diélectrique des échantillons en raison des décharges qui peuvent s'y produire dues à la présence de gaz.

La phase de sélection des échantillons s'est donc poursuivie par des mesures de décharges partielles.

5.2.1.2 Mesures de décharges partielles

Tout comme avec la tomographie à rayons X, les mesures de décharges partielles (DP) ont eu pour objectif de détecter les défauts présents dans les échantillons. En effet, la tomographie ne permet d'observer que des défauts de dimensions supérieures à 75 μm , les défauts de plus petite taille étant susceptibles d'être détectés grâce aux mesures de DP.

Deux méthodes peuvent être utilisées pour l'application de la tension lors des tests de DP (figure 5.29) :

- La méthode par paliers (figures 5.29.a et 5.29.b) : elle peut être soit par montée, soit par descente. La tension appliquée croît (ou décroît) d'une valeur d'échelon ΔU . Chaque niveau de tension est appliqué pendant une durée T_i , qui peut varier d'un palier à un autre.
- La méthode simple ou cycle simple (figure 5.29.c) : elle correspond à un ΔU nul, c'est-à-dire qu'un seul niveau de tension est appliqué.

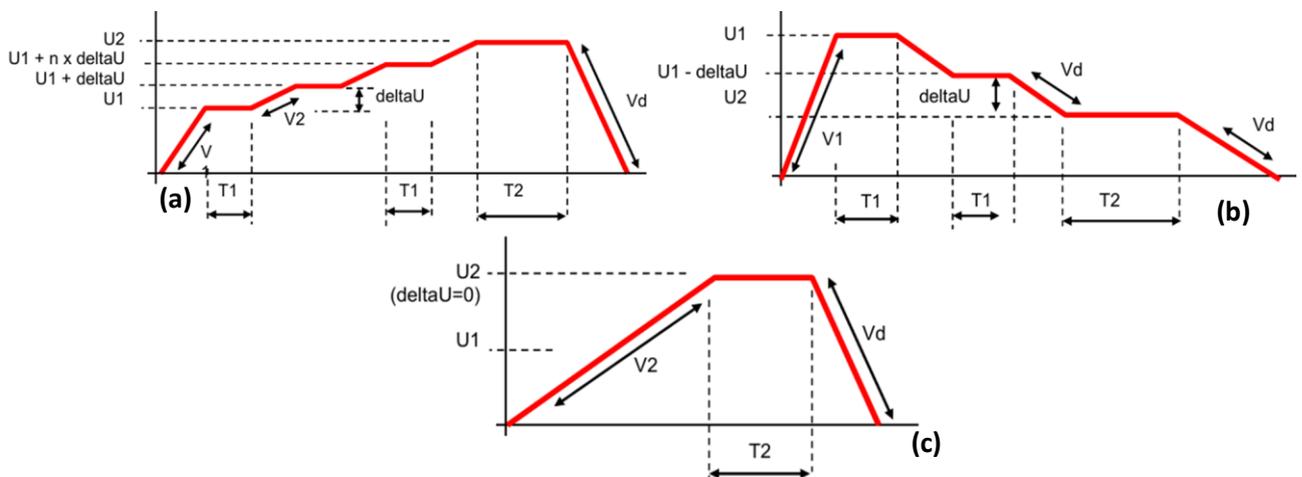


Figure 5.29 : Application de tension pour les mesures de DP : (a) montée par paliers, (b) descente par paliers, (c) cycle simple [HAYEK2016]

C'est cette dernière méthode qui a été utilisée pour tester les échantillons. Pour chaque échantillon analysé, les tensions ont été appliquées entre l'électrode interne et l'électrode externe (les 2 anneaux de garde étant connectés à l'électrode externe). Chaque test a débuté à une valeur de tension de 2 kV, puis la tension a été augmentée jusqu'à 6 kV. Cela a permis de déterminer pour chaque échantillon la Tension d'Apparition de Décharges Partielles (TADP), à savoir la tension à partir de laquelle les premières décharges d'amplitude supérieure à 10 pC (valeur du niveau du bruit de l'appareil de mesure) sont détectées. Les valeurs de tension données ici sont des valeurs crêtes. Pour chaque niveau de tension alternative (50 Hz), la durée d'application de la tension, correspondant également à celle de l'acquisition des mesures, est de 120 secondes (T_2). Une mesure est alors enregistrée toutes les secondes par le logiciel d'acquisition.

Pour les 7 échantillons sélectionnés après les tests par tomographie à rayons X, et avant tout traitement thermique, les mesures de décharges partielles ont révélé des TADP comprises entre 4 kV et 4,5 kV. Quelques distributions de décharges obtenues à 4, 5 et 6 kV sont données dans les figures 5.30 à 5.32. Les signaux de DP sont situés sur les deux alternances respectivement entre 20° et 90° et entre 200° et 270°, qui caractérisent habituellement les décharges partielles dans l'isolation [HAYEK2016]. Le nombre et l'amplitude de décharges dans les échantillons augmentent avec la tension appliquée. Par contre, bien que la tension d'apparition des DP reste dans les mêmes ordres de grandeur pour la majorité des échantillons, les niveaux de décharges peuvent considérablement varier entre les échantillons, comme l'illustrent les figures 5.30, 5.31 et 5.32. On observe une très large dispersion des valeurs de charge maximale mesurée : certains des

échantillons présentent des niveaux de DP de l'ordre de quelques centaines de pico coulombs alors que d'autres donnent des niveaux de DP de l'ordre du millier de pico coulombs. Dans la totalité des cas, des décharges de signes positif et négatif sont présentes sur les deux alternances.

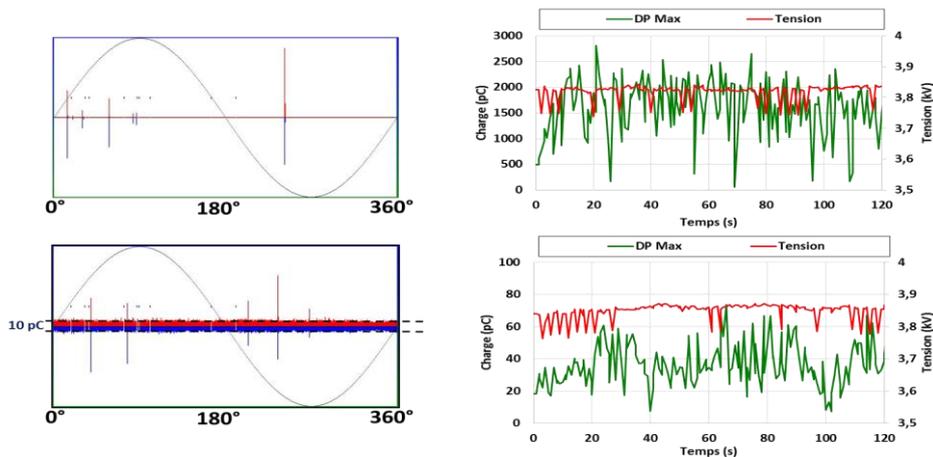


Figure 5.30 : Exemple de distribution de décharges partielles sur 2 échantillons soumis à 4 kV crête (50 Hz)

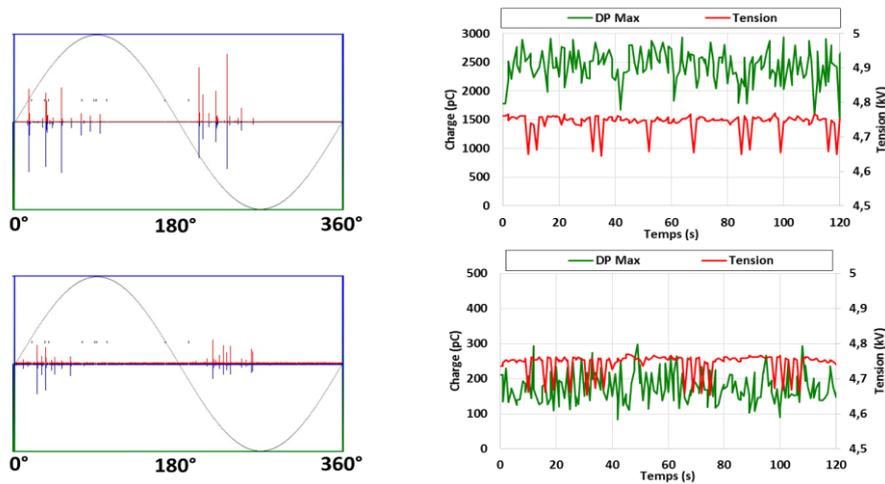


Figure 5.31 : Exemple de distribution de décharges partielles sur 2 échantillons soumis à 5 kV crête (50 Hz)

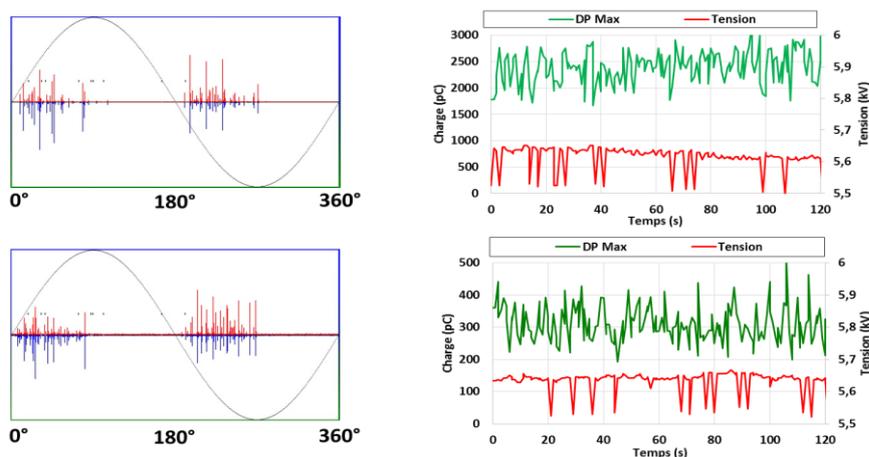


Figure 5.32 : Exemple de distribution de décharges partielles sur 2 échantillons soumis à 6 kV crête (50 Hz)

Par ailleurs pour certains des échantillons analysés présentant moins de défauts par tomographie à rayons X, les amplitudes de décharges enregistrées ont été parmi les plus élevées. Il est ainsi difficile d'établir une véritable corrélation entre les mesures de DP et les données obtenues par tomographie à rayons X, car

les mesures de DP permettent de détecter des défauts de taille bien plus réduite (de dimensions bien inférieures à 75 μm) qui ne sont pas observables par imagerie à rayons X.

Toutefois, considérant le fait que les niveaux de TADP sont sensiblement identiques (entre 4 et 4,5 kV) entre les échantillons analysés, nous avons décidé de poursuivre avec les 7 échantillons présélectionnés.

5.2.1.3 Etude de l'homogénéité des échantillons en termes de charges d'espace

L'objectif de ces analyses a été de vérifier le comportement des échantillons présélectionnés en termes de charges d'espace, lorsqu'ils sont soumis à une même contrainte électrique continue de 6,9 kV/mm (champ de Laplace supposé près de l'électrode interne), à température ambiante et pendant 14 heures (nécessaire pour que le régime de conduction soit atteint).

Il est à noter que le niveau initial de signal MOT des échantillons a toujours été de quelques centaines de pico ampères, mettant en évidence l'existence de zones de charges d'espace initialement présentes dans l'échantillon.

Les résultats obtenus pour les 7 échantillons sont présentés figure 5.33. On peut noter une dispersion relativement importante sur l'amplitude du courant MOT, donc sur le niveau de champ interne et de charges d'espace pour certains échantillons. Les valeurs obtenues varient entre quelques dizaines de pico ampères et 3,7 nano ampères. Afin de poursuivre les études sur des échantillons au comportement similaire, nous avons sélectionné les 4 échantillons pour lesquels les niveaux relevés étaient compris entre 2500 et 3000 pA (A, B, C et D).

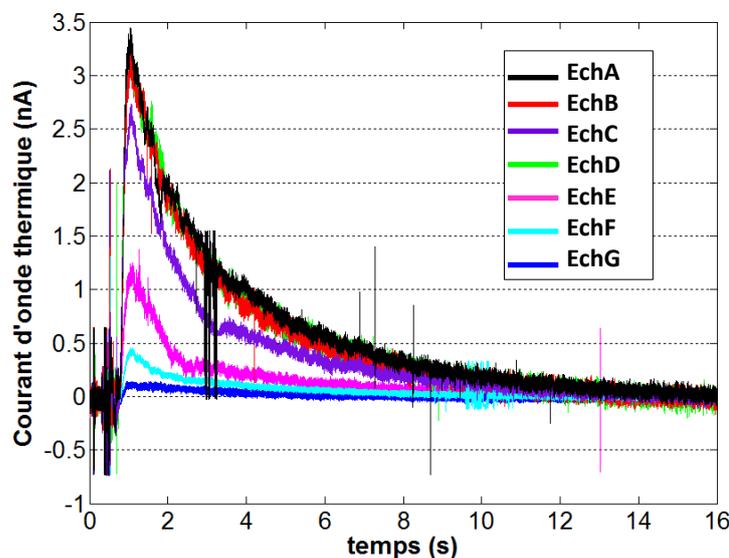


Figure 5.33 : Courants MOT obtenus pour les 7 échantillons après application de 19 kV pendant 14 h à 25°C

5.2.2 Phase 2 : Evolution de la charge d'espace et du champ électrique interne après application de contraintes électrothermiques

Avant toute autre expérience, les échantillons ont subi le traitement thermique tel que défini au § 5.1.3.

Pour l'étude liée à l'influence du champ électrique et de la température, une mesure de charges d'espace par la MOT a été réalisée après chaque conditionnement électrothermique. Afin de replacer

l'échantillon dans son état initial (avant tout nouveau conditionnement électrique), une phase de relaxation des charges a été menée en plaçant les échantillons en court-circuit à 80°C / 50 mbar.

Pour l'étude concernant l'influence de la durée de conditionnement électrique à 105°C, la phase de relaxation des charges a été réalisée uniquement entre deux niveaux différents de tensions appliquées. Pour chaque tension appliquée, et pour éviter une éventuelle reprise d'eau, les échantillons n'ont pas été « déchargés » en court-circuit à 80°C / 50 mbar entre chaque durée de mise sous contraintes, mais uniquement placés en circuit ouvert, dans une étuve chauffée à 80°C à pression atmosphérique pendant une nuit (15 h). Cette dernière procédure a été mise en place car il ne nous a pas été possible d'effectuer dans une même journée plus d'une application de contraintes avec la mesure MOT associée.

Parmi les 4 échantillons présélectionnés, les éprouvettes notées A et B ont été utilisées pour étudier l'influence du champ électrique et de la température (1,8, 3,9 et 10,1 kV/mm supposés près de l'électrode interne à 25, 60 et 105°C, pendant 4 heures) et les 2 autres pour étudier l'influence de la durée de mise sous contrainte électrique (2, 4, 15 et 72 heures), uniquement à 105°C. Des exemples de signaux MOT obtenus sur les échantillons A et B et sur les échantillons C et D sont donnés dans la figure 5.34. On remarque que pour les échantillons A et B, conditionnés pendant 4 h à une température de 60°C, l'amplitude des courants MOT vaut 2,5 et 3 nA pour les deux échantillons respectivement après 3,9 kV/mm et 10,1 kV/mm appliqués. Cela nous permet de montrer la reproductibilité des résultats. Pour les échantillons C et D conditionnés à 105°C, les résultats restent reproductibles, avec toutefois une légère dispersion observée.

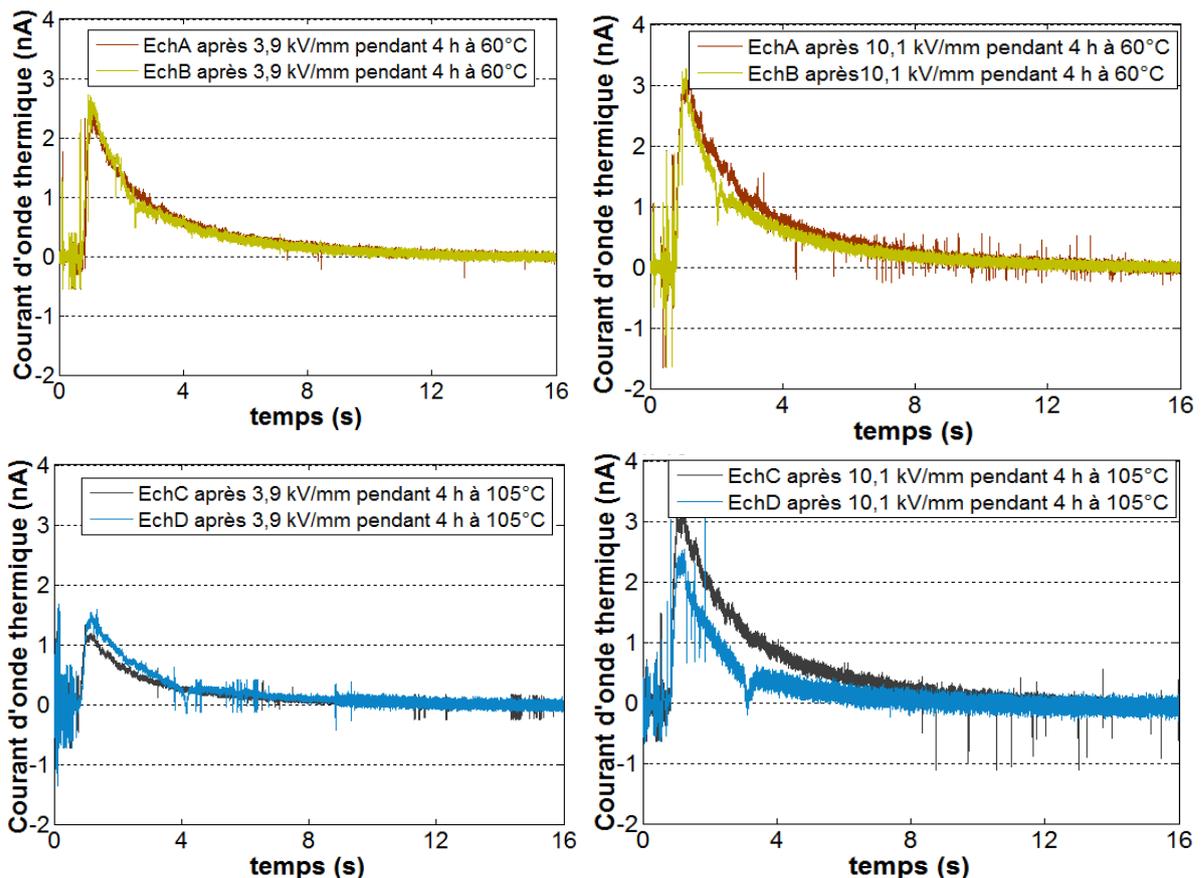


Figure 5.34 : Exemples de courants MOT obtenus sur Echantillons A et B (Influence du champ et de la température) et sur Echantillons C et D (Influence de la durée de conditionnement à 105°C)

Les résultats obtenus étant sensiblement identiques pour deux échantillons ayant subi les mêmes contraintes, nous présenterons dans la suite les résultats obtenus sur un seul des deux échantillons.

5.2.2.1 Influence du champ électrique et de la température sur l'état électrique interne

5.2.2.1.1 Propriétés de charge du composite

Neuf contraintes électrothermiques différentes ont été appliquées pendant 4 heures, suivant le protocole défini au § 5.1.3. (figure 5.19). Pour rappel, les échantillons ont subi successivement :

- A 25°C pendant 4 heures : 1,8 kV/mm, 3,9 kV/mm, puis 10,1 kV/mm (champs de Laplace supposés près de l'électrode interne) ;
- A 60°C pendant 4 heures : 1,8 kV/mm, 3,9 kV/mm, puis 10,1 kV/mm ;
- A 105°C pendant 4 heures : 1,8 kV/mm, 3,9 kV/mm, puis 10,1 kV/mm.

La mesure MOT est réalisée environ 30 minutes après avoir arrêté la contrainte sur l'échantillon. L'échantillon est ensuite placé en court-circuit pendant ces 30 minutes afin de stabiliser son état électrique interne. Après la mesure, l'échantillon est mis en court-circuit sous 80°C / 50 mbar jusqu'à obtenir un niveau de signal MOT inférieur à 100 pA (relaxation des charges).

Après mesure des courants MOT, le traitement des signaux a permis d'obtenir les distributions spatiales du champ électrique et de la densité de charge d'espace. Comme c'est l'électrode interne qui a été placée sous potentiel positif pendant le conditionnement électrique, nous appellerons Anode cette électrode. L'électrode externe sera quant à elle repérée comme étant la Cathode.

Les distributions mesurées font état de charges électriques dont les temps de relaxation sont bien supérieurs à la durée de la mesure : les charges observées sont dites « statiques ».

On peut noter que pour chacune des températures, le champ électrique résiduel et la densité de charges augmentent avec la contrainte électrique appliquée, tout en gardant des profils similaires.

Suite au conditionnement réalisé à 25°C (figure 5.35), et pour la contrainte électrique la plus faible (1,8 kV/mm), le champ résiduel est particulièrement faible dans le volume du composite (de l'ordre de 0,1 kV/mm, à savoir quasiment négligeable). Ce champ augmente ensuite avec la contrainte électrique appliquée, jusqu'à atteindre une valeur de 2,5 kV/mm près de la cathode, pour 10,1 kV/mm appliqués à l'échantillon. Nous discuterons un peu plus loin sur les conséquences que peuvent avoir ces champs résiduels sur la répartition du champ lorsque l'échantillon est sous tension.

A 25°C, les répartitions de charges d'espace sont de type « hétérocharges », correspondant à des porteurs de signe opposé à celui des électrodes lors du conditionnement électrique. Vues les valeurs des contraintes appliquées, ce type de distribution peut être attribué à un gradient de polarisation, à savoir une distribution non homogène des entités polaires orientées par le champ (réparties plus uniformément au centre de l'échantillon que sur les bords), issue d'un gradient de matière dans l'isolant ^[VELLA1996]. En effet, la structuration du matériau n'est certainement pas homogène dans tout le volume en raison d'un refroidissement plus rapide à l'extérieur qu'au centre lors du processus de fabrication. Nous rappelons à nouveau qu'il s'agit de porteurs dont les temps de relaxation sont élevés (énergie d'activation importante). Les niveaux relevés pour 25°C restent faibles (densités de charges inférieures à 0,15 C/m³).

Après conditionnements à 60°C (figure 5.36), le champ résiduel atteint environ 3 kV/mm lorsque le champ appliqué vaut 10,1 kV/mm. En comparant avec les résultats à 25°C, il ressort que, pour une même valeur de champ appliqué, le champ résiduel et la densité de charges d'espace présentent des valeurs supérieures. Ainsi, pour 3,9 kV/mm appliqués, le champ résiduel dans le volume passe de 1 kV/mm sous 25°C

à 2 kV/mm sous 60°C, soit 50% du champ électrique appliqué. Pour cette température de 60°C, la répartition est toujours de type « hétérocharges », que nous associons ici encore à un gradient de polarisation, avec une augmentation de la densité de charges par rapport à 25°C.

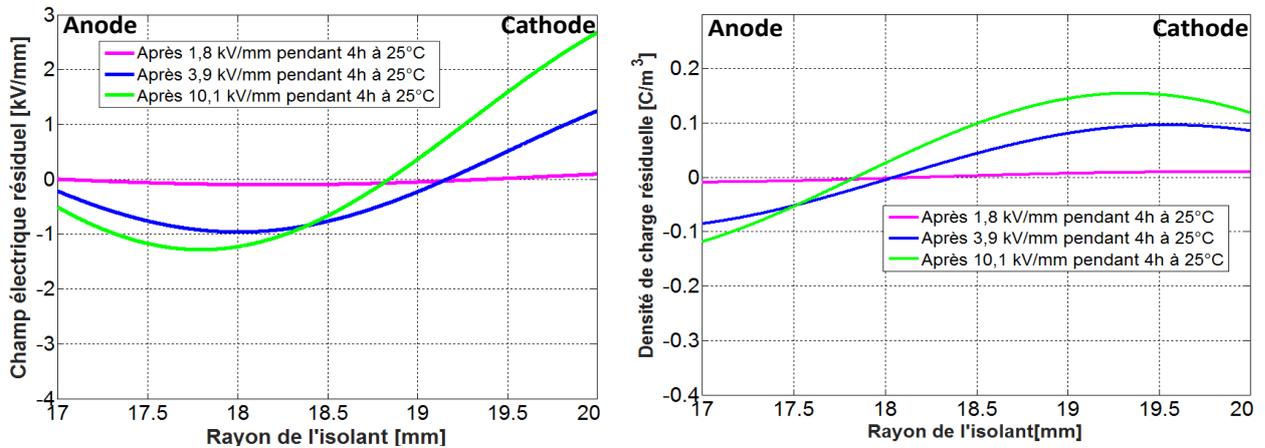


Figure 5.35 : Distributions de champs électriques et de densités de charges d'espace après conditionnement électrique (1,8, 3,9 et 10,1 kV/mm) à 25°C pendant 4 heures

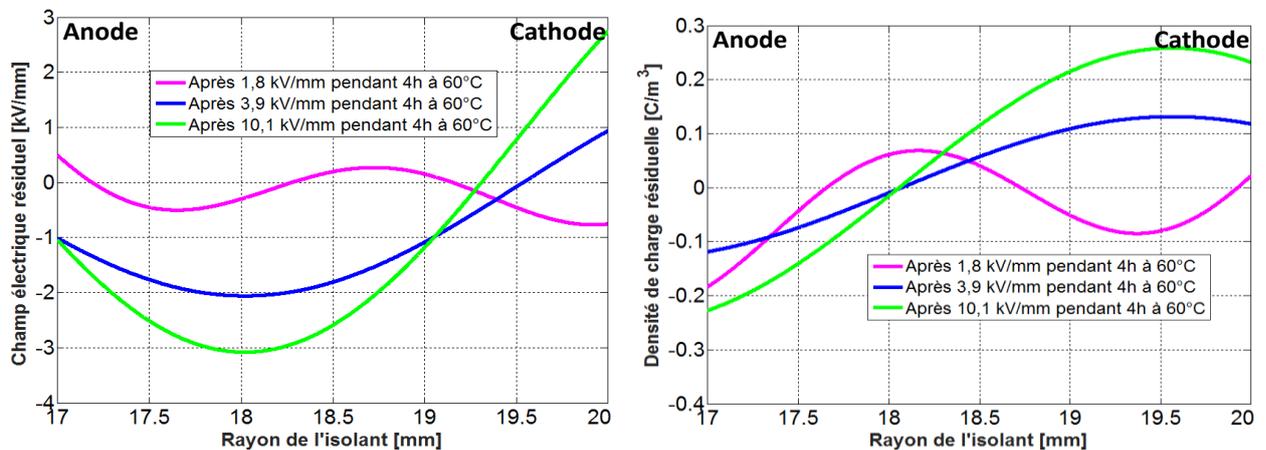


Figure 5.36 : Distributions de champs électriques et de densités de charges d'espace après conditionnement électrique (1,8, 3,9 et 10,1 kV/mm) à 60°C pendant 4 heures

Sous 25°C et 60°C, on peut remarquer que la variation du champ résiduel n'est pas proportionnelle à la variation de la contrainte électrique appliquée. En effet, la différence de champ résiduel mesurée après les contraintes de 1,8 kV/mm et 3,9 kV/mm s'avère plus importante qu'entre 3,9 kV/mm et 10,1 kV/mm. On pourrait ainsi penser à un effet de seuil à partir duquel la polarisation atteint la saturation. Afin d'analyser ce phénomène, trois conditionnements supplémentaires de 2,5 kV/mm, 3,1 kV/mm et de 3,5 kV/mm, ont été réalisés à 25°C. Les amplitudes de courant MOT mesuré, en fonction du champ de conditionnement sont représentées dans la figure 5.37. On remarque qu'entre 2,5 kV/mm et 3,5 kV/mm appliqués, le courant MOT croît très nettement avec le champ électrique, et qu'à partir de 3,5 kV/mm la pente diminue radicalement. Cette évolution ressemble bien à une saturation de la polarisation. On peut donc conclure que, à partir de 4 kV/mm, la contribution du gradient de polarisation à la répartition des charges d'espace ne devrait plus augmenter de façon significative, du moins pour les températures concernées. On peut également s'interroger sur l'influence des délaminations et des vacuoles gazeuses, qui à ce niveau de champ appliqué (autour de 3-4 kV/mm) peuvent induire des décharges partielles, même en régime continu, pouvant être à l'origine de la création de charges injectées et piégées localement dans le matériau. L'effet de saturation pourrait dans ce cas être couplé à une augmentation locale des charges piégées venant diminuer le niveau de l'hétérocharge observé. Cependant, il est difficile de cerner avec précision l'effet d'un tel phénomène, forcément très localisé vu les faibles dimensions des délaminations, car ce que l'on observe par les mesures

de charges d'espace sont des moyennes sur un cylindre infiniment mince de rayon donné. Il serait alors intéressant dans l'avenir de refaire ce même type d'étude en utilisant des échantillons sans délamination.

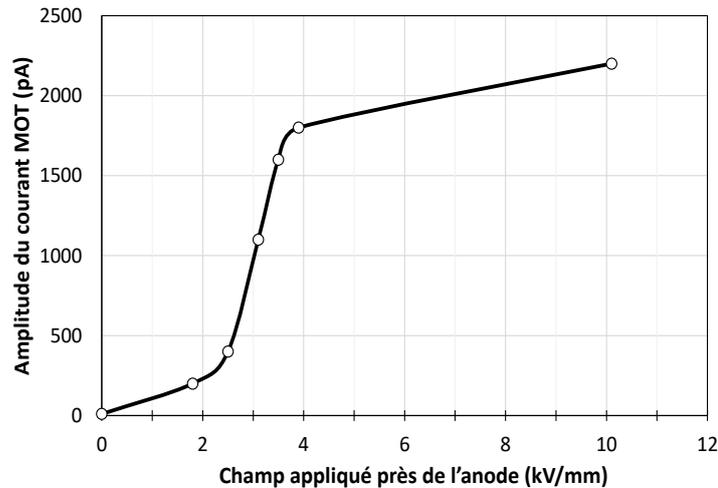


Figure 5.37 : Evolution de l'amplitude du courant MOT après conditionnement électrique à 25°C

Après les conditionnements électrothermiques réalisés à 105°C (figure 5.38), les profils de champs internes et de charges d'espace restent globalement similaires à ceux obtenus sous 25°C et 60°C. Néanmoins, leur évolution présente quelques différences. La variation du champ résiduel est, dans ce cas, plus grande entre 3,9 kV/mm et 10,1 kV/mm qu'entre 1,8 kV/mm et 3,9 kV/mm, et le phénomène de saturation lié au gradient de polarisation est moins visible. Il est donc probable que l'injection, la conduction et le piégeage commencent à affecter les répartitions. Les différences au niveau des charges d'espace pour les contraintes électriques les plus faibles sont peu marquées, laissant penser au phénomène de saturation évoqué précédemment. Il faut en effet tenir compte du fait que, la température de 105°C étant proche de la température de transition vitreuse du matériau (autour de 115°C), la mobilité moléculaire devient importante, facilitant les orientations des différentes entités polaires. Néanmoins, une augmentation significative du champ électrique et de la densité d'hétérocharges est observée après conditionnement sous 10,1 kV/mm, laissant penser à un déplacement de porteurs intrinsèques vers les électrodes de signe opposé, qui se superposent à la polarisation. On voit ainsi se dessiner un scénario dans lequel les profils observés après le conditionnement sous 10,1 kV/mm seraient la combinaison d'effets de polarisation d'orientation inhomogène et de déplacement de porteurs internes vers les électrodes de signes opposés.

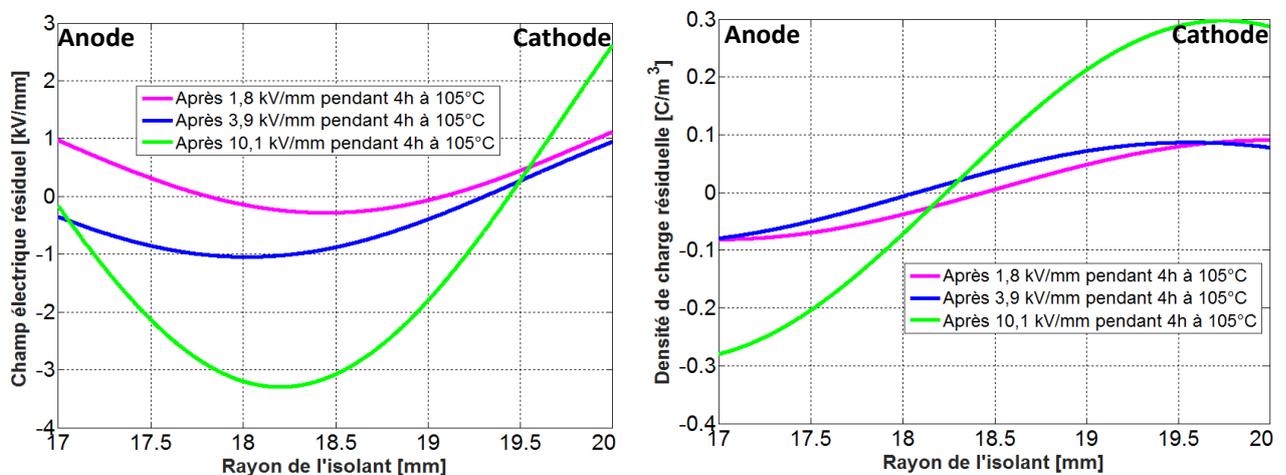


Figure 5.38 : Distributions de champs électriques et de densités de charges d'espace après conditionnement électrique (1,8, 3,9 et 10,1 kV/mm) à 105°C pendant 4 heures

Compte tenu des résultats obtenus sur des matériaux du même type ^[YAYHAOUI2015], qui montrent une augmentation importante de l'injection et de la conduction à 105°C, on peut s'interroger sur la contribution des porteurs externes, qui n'est pas visible dans les courbes présentées. Nous rappelons que la MOT met en évidence le bilan net des charges dans une « peau » cylindrique concentrique aux électrodes, qui est en fait la résultante des différents types de porteurs présents dans cette « peau ». Il n'est donc pas exclu que des charges injectées soient piégées dans des pièges relativement profonds, invisibles sur les courbes présentées en raison d'une contribution moins importante que celle des mécanismes évoqués ci avant. D'autre part, l'amplitude de ces phénomènes est fortement influencée par l'interface électrode/isolant. Il est ainsi envisageable que ces phénomènes puissent être mis en évidence pour des temps de conditionnement électrique plus élevés.

Les répartitions de champ résiduel présentées se traduisent, lorsque l'échantillon est mis sous tension, par des distorsions de la contrainte électrique à travers le composite, qu'il convient d'étudier. Pour cette raison, nous avons superposé ces répartitions sur deux répartitions théoriques : l'une correspondant à une distribution capacitive du champ (champ de Laplace), l'autre en faisant l'hypothèse (plus proche de la réalité physique en régime continu) d'une répartition résistive. Elles sont présentées dans les figures 5.39, 5.40 et 5.41.

En considérant la superposition des distributions de champ dû aux charges d'espace avec le champ de Laplace (équation 5.4), on constate globalement que les charges d'espace abaissent le champ à l'anode et dans le volume et le renforcent au voisinage de la cathode.

$$E(r) = \frac{U}{r \ln\left(\frac{R_e}{R_i}\right)} \quad (5.4)$$

A 25°C et sous très faible champ appliqué (1,8 kV/mm), il n'y a presque pas de modification de la répartition du champ de Laplace, en raison de la faible valeur du champ résiduel. Sous 3,9 kV/mm et 10,1 kV/mm, les distorsions du champ sont plus visibles. Le champ à l'anode baisse légèrement par rapport à sa valeur initiale ; il atteint son minimum dans le volume de l'échantillon (autour de 18 mm de rayon) et le renforcement du champ à la cathode est d'environ 40% sous 3,9 kV/mm et de 32% sous 10,1 kV/mm.

A 60°C et sous 3,9 kV/mm et 10,1 kV/mm, les renforcements de champ restent dans les mêmes ordres de grandeur que ceux enregistrés à 25°C : augmentation à la cathode de 30% sous 3,9 kV/mm et de 33% sous 10,1 kV/mm. A très faible champ appliqué (1,8 kV/mm), la distorsion du champ apparaît plus marquée qu'à 25°C.

Pour la température de conditionnement la plus élevée (105°C), les renforcements du champ à la cathode pendant la mise sous contrainte à 3,9 kV/mm et 10,1 kV/mm restent du même ordre de grandeur que ceux estimés à 25°C et 60°C. Par contre, pour la contrainte électrique la plus faible (1,8 kV/mm), on observe un renforcement du champ sur les deux électrodes d'environ 50% de la valeur initiale. Ces renforcements restent toutefois acceptables au regard des valeurs estimées, qui sont au maximum de l'ordre de 3 kV/mm.

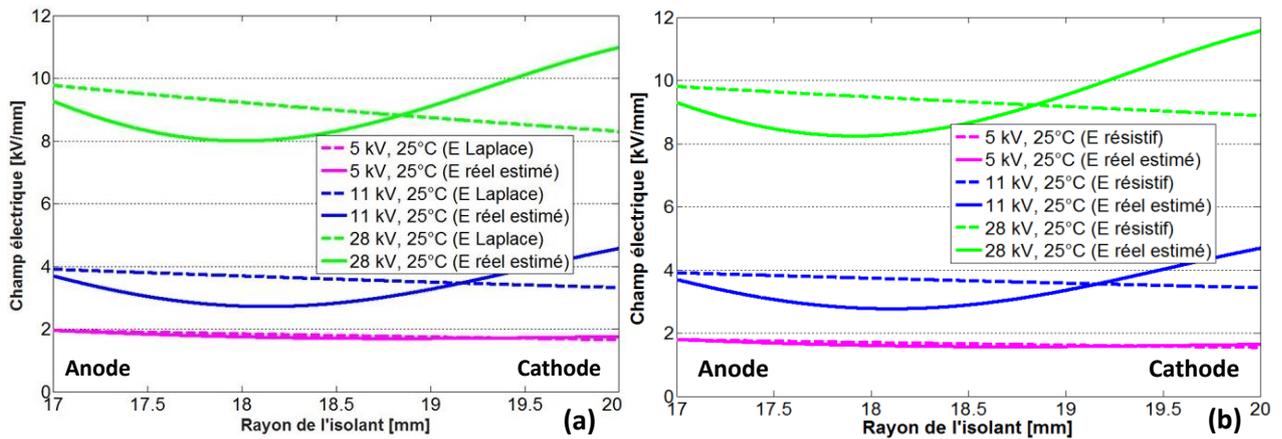


Figure 5.39 : Distributions de champs électriques sous tension appliquée durant un conditionnement à 25°C :
(a) en supposant un champ de Laplace et (b) en supposant un champ résistif

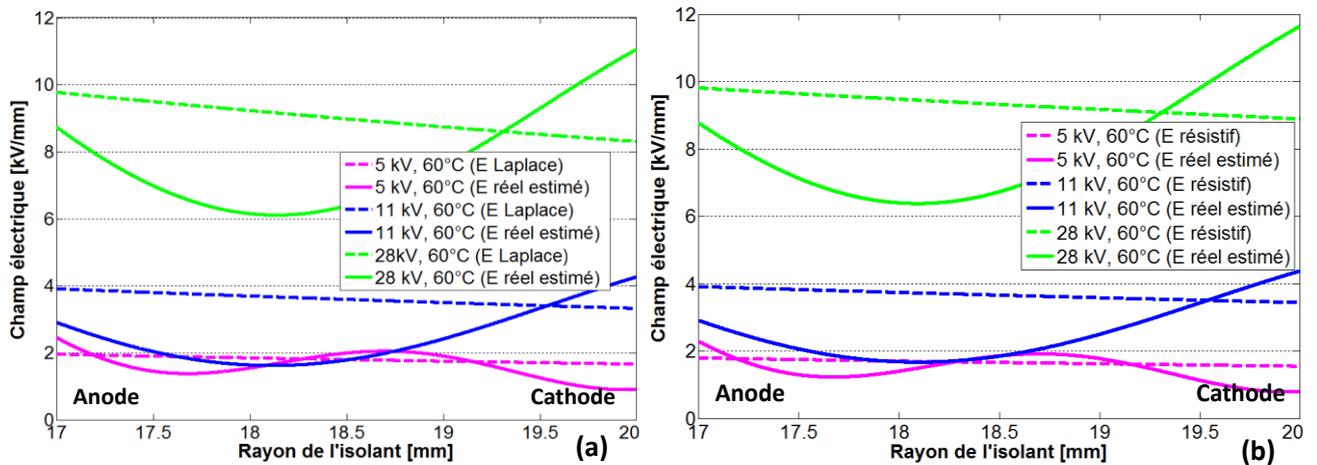


Figure 5.40 : Distributions de champs électriques sous tension appliquée durant un conditionnement à 60°C :
(a) en supposant un champ de Laplace et (b) en supposant un champ résistif

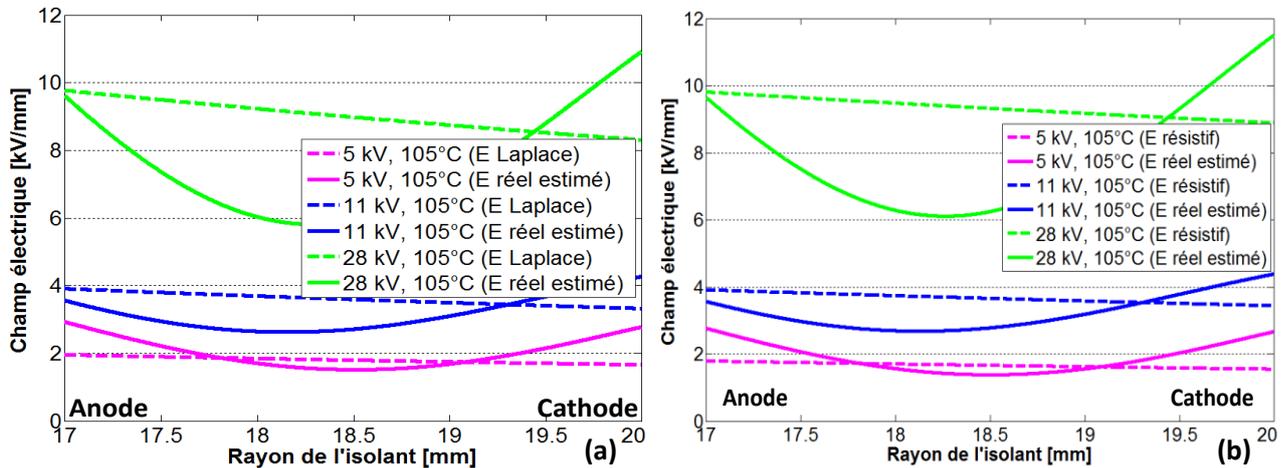


Figure 5.41 : Distributions de champs électriques sous tension appliquée durant un conditionnement à 105°C :
(a) en supposant un champ de Laplace et (b) en supposant un champ résistif

Afin de se rapprocher davantage des conditions réelles, une autre estimation de la répartition du champ a été faite en considérant non plus une distribution capacitive, mais une distribution résistive du champ appliqué (équation 3.2). Dans le modèle considérant la température uniforme dans toute l'épaisseur du composite, la conductivité électrique du matériau dépend uniquement du champ électrique local, soit $\sigma = \sigma(E) \approx \sigma_0 \exp(\beta E)$. L'expression du champ résistif dans l'épaisseur d'isolant, en absence de charge d'espace injectée aux électrodes, est donnée par ^[EOLL1975, YAHYAOUJ2012] :

$$E(r) = \frac{\delta \cdot U \cdot r^{-1/(\gamma+1)}}{R_e^\delta - R_i^\delta} \quad (5.5)$$

où $\gamma = \beta \cdot U / (R_e - R_i)$ et $\delta = \gamma / (\gamma + 1)$, avec U la tension appliquée, r le rayon, R_e et R_i respectivement le rayon externe et interne de l'isolant et β un paramètre lié au matériau.

Dans ces conditions-là, la distribution du champ résistif est très légèrement redressée par rapport à celle du champ capacitif, comme nous pouvons le voir dans les figures 5.39, 5.40 et 5.41. Les différences sont si faibles que nous pouvons estimer que les distorsions du champ appliqué restent identiques à celles obtenues en considérant le champ de Laplace. Toutefois, les valeurs de champ réel estimées s'avèrent légèrement plus élevées au voisinage de la cathode (avec une augmentation comprise entre 2% et 5%) bien que ces différences soient faibles.

Ces distorsions et amplifications de champ, essentiellement observées à la cathode, pourront faire l'objet de réflexions lors du dimensionnement des isolateurs pour PSEM en HTCC. On note que les distorsions les plus importantes (50% d'amplification du champ) ont été observées sous très faible champ (< 2 kV/mm). Sous la contrainte électrique la plus élevée (10,1 kV/mm), les mesures ont relevé une amplification du champ jusqu'à 33% de la valeur initiale, et ce pour les trois températures étudiées (25, 60 et 105°C).

5.2.2.1.2 Relaxation de la charge d'espace

Après chaque contrainte électrothermique, il a été nécessaire de « décharger » les échantillons afin de les placer dans un état électrique le plus proche possible de celui du début de l'étude (court-circuit sous 80°C / 50 mbar). Après chaque niveau de contraintes appliquées, la décroissance des courants MOT a été observée, afin d'étudier l'influence de la contrainte électrique et thermique sur le (ou les) processus de relaxation de la charge.

Dans les paragraphes suivants, nous nous sommes focalisés sur la décroissance de l'amplitude des courants MOT, pouvant être considérés comme représentatifs du champ électrique résiduel dans le composite. Comme déjà discuté au § 5.1.2., nous supposons que la variation de l'amplitude de signal obéit à une loi exponentielle (équation 5.3).

Les figures 5.42 à 5.44 représentent l'évolution de l'amplitude du courant MOT en fonction de la durée de mise en court-circuit à 80°C / 50 mbar, avec des mesures effectuées tous les 2 à 4 jours. Dans certains cas, le nombre de points de mesure s'est avéré insuffisant pour déterminer une loi d'évolution du courant de type exponentiel, à cause des constantes de temps de relaxation trop courtes par rapport à la fréquence de mesures. Toutefois, des approximations ont été faites afin de donner des ordres de grandeur, essentiellement dans le but de comparer les relaxations après les différents conditionnements électrothermiques.

Les figures 5.42 à 5.44 montrent que les durées de relaxation augmentent avec les contraintes appliquées. Après les conditionnements réalisés à 25°C, cette durée varie entre 10 h et 120 h. Elle augmente pour 60°C et est comprise entre 40 h et 200 h. A 105°C, l'augmentation est encore plus marquée : les durées sont 4 fois plus grandes que celles mesurées à 60°C, allant de 300 h jusqu'à environ 800 h.

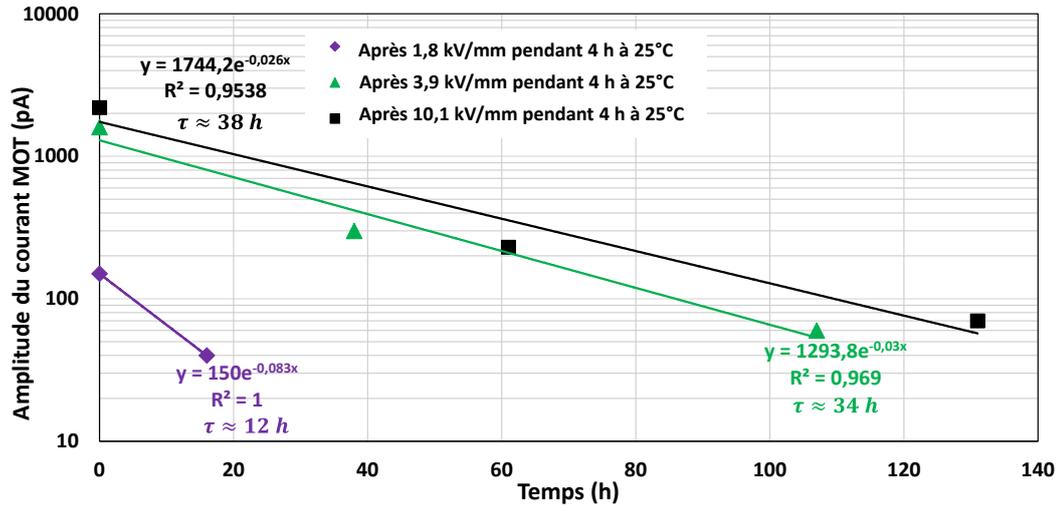


Figure 5.42 : Représentation logarithmique de $I_{MOTmax} = f(t)$ pendant la relaxation de la charge d'espace à 80°C / 50 mbar après conditionnement électrique à 25°C

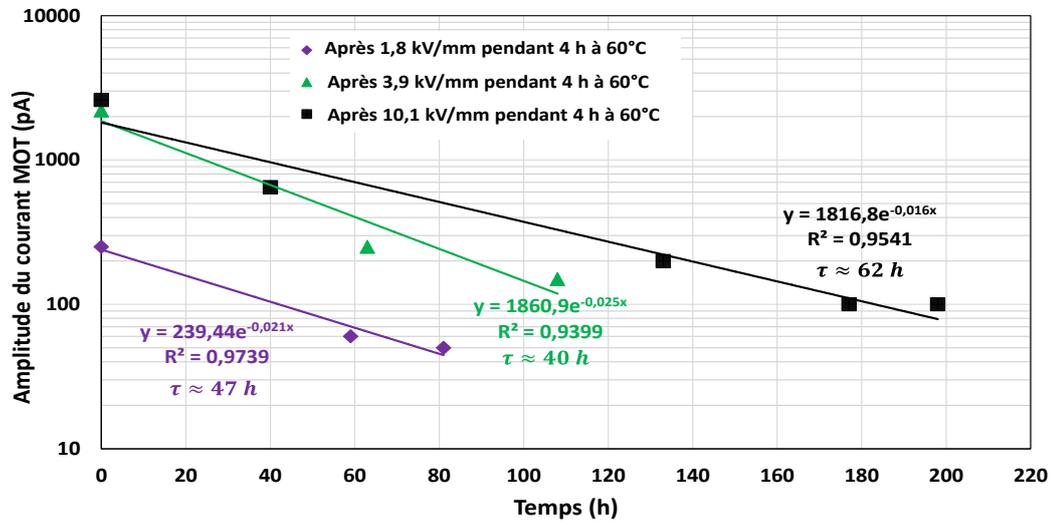


Figure 5.43 : Représentation logarithmique de $I_{MOTmax} = f(t)$ pendant la relaxation de la charge d'espace à 80°C / 50 mbar après conditionnement électrique à 60°C

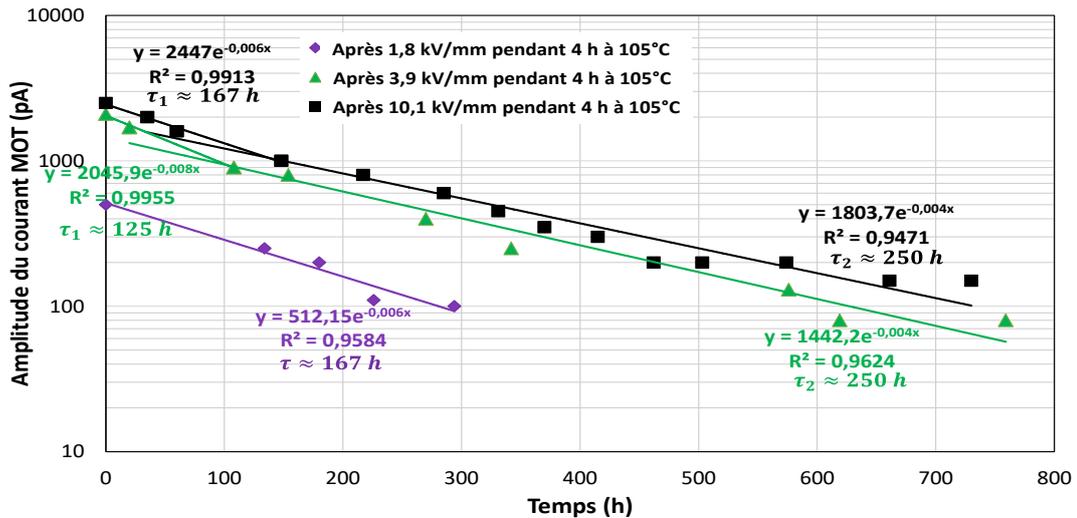


Figure 5.44 : Représentation logarithmique de $I_{MOTmax} = f(t)$ pendant la relaxation de la charge d'espace à 80°C / 50 mbar après conditionnement électrique à 105°C

Dans le cas des relaxations présentées dans la figure 5.42, si l'on écarte la courbe pour laquelle le nombre de points n'est pas suffisant pour faire une analyse raisonnable (1,8 kV/mm appliqué), on observe

des constantes de temps similaires (34 et 38 h) pour les deux autres courbes, ce qui soutient l'hypothèse de mécanismes similaires (gradient de polarisation) à 25°C pour les champs supérieurs à 3,5 kV/mm, tel que nous l'avons indiqué auparavant.

A 60°C (figure 5.43), après 1,8 kV/mm et 3,9 kV/mm appliqués, on retrouve toujours des courbes de relaxation avec des constantes de temps uniques du même ordre de grandeur qu'à 25°C, ce qui confirme bien les hypothèses faites lors de l'analyse des mesures de charges d'espace. On observe néanmoins une augmentation de τ pour le champ le plus fort pouvant être reliée à une désorientation plus difficile des dipôles, et ou à la superposition d'un autre mécanisme sur le gradient de polarisation.

En revanche, le modèle à une seule constante de temps ne suffit plus pour représenter les données issues des mesures de relaxation après les conditionnements à 105°C (figure 5.44), sauf pour le champ très faible (1,8 kV/mm). Les données pour les champs supérieurs ou égaux à 4 kV/mm sont beaucoup mieux modélisées par des lois à deux constantes de temps, l'une (au début de la relaxation) autour de 167 h et l'autre (après 100 h de relaxation) de 250 h. On est donc clairement en présence de deux mécanismes avec des énergies d'activation différentes, pouvant correspondre à des phénomènes liés à la relaxation de porteurs liés, pour l'un à des entités de plus faibles dimensions ou ayant besoin de moins d'énergie pour se désorienter, et pour l'autre à des processus probablement reliés à une évolution structurale du matériau pouvant avoir lieu pendant le conditionnement à 105°C, proche de la T_g .

On peut ainsi conclure que, lors des conditionnements aux champs et températures les plus faibles, les répartitions observées sont induites essentiellement par des phénomènes d'orientation/désorientation de gradients de polarisation. Lorsque la température et le champ de conditionnement augmentent, la mobilité moléculaire augmentant, l'orientation dipolaire est facilitée.

Cette théorie permet de bien relier les résultats obtenus après conditionnement à ceux donnés par les courbes de relaxation. Il serait intéressant de la conforter dans le futur à l'aide de mesures physico-chimiques, qui pourraient notamment apporter des éclaircissements supplémentaires sur les transformations initiées dans le matériau lors des divers conditionnements thermiques.

5.2.2.2 Influence de la durée de conditionnement électrique à 105°C

Pour cette étude, les contraintes électriques appliquées ont été identiques à celles précédemment utilisées. Nous avons fait varier la durée d'application de la contrainte électrique jusqu'à 72 heures. Les distributions de champ électrique et de la charge d'espace obtenues sont données dans les figures 5.45 à 5.47.

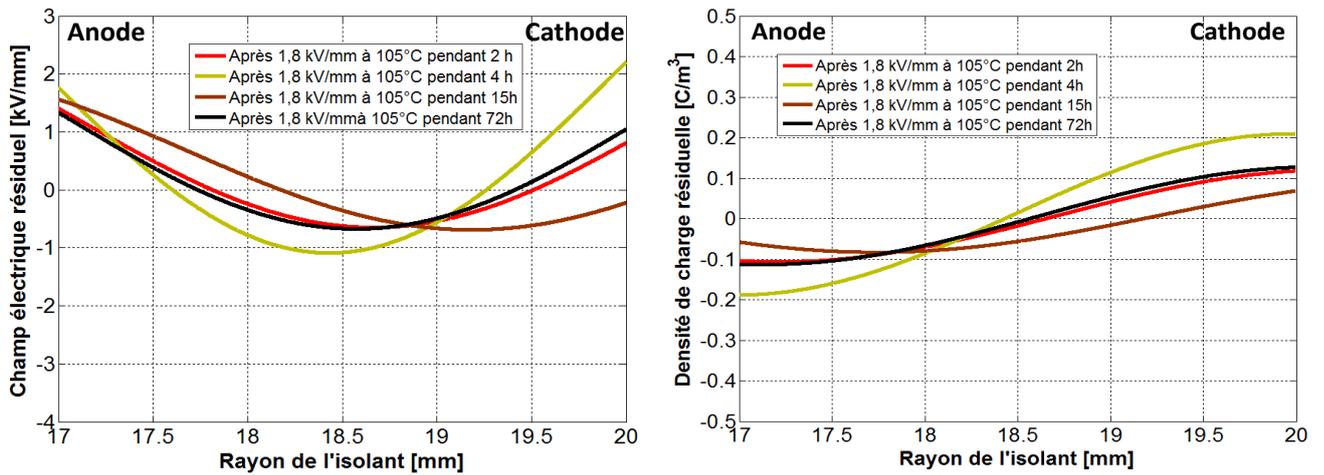


Figure 5.45 : Distributions de champs électriques et de densités de charges d'espace après conditionnement électrique sous 1,8 kV/mm (près l'anode) sous 105°C pendant 2 h, 4 h, 15 h et 72 h

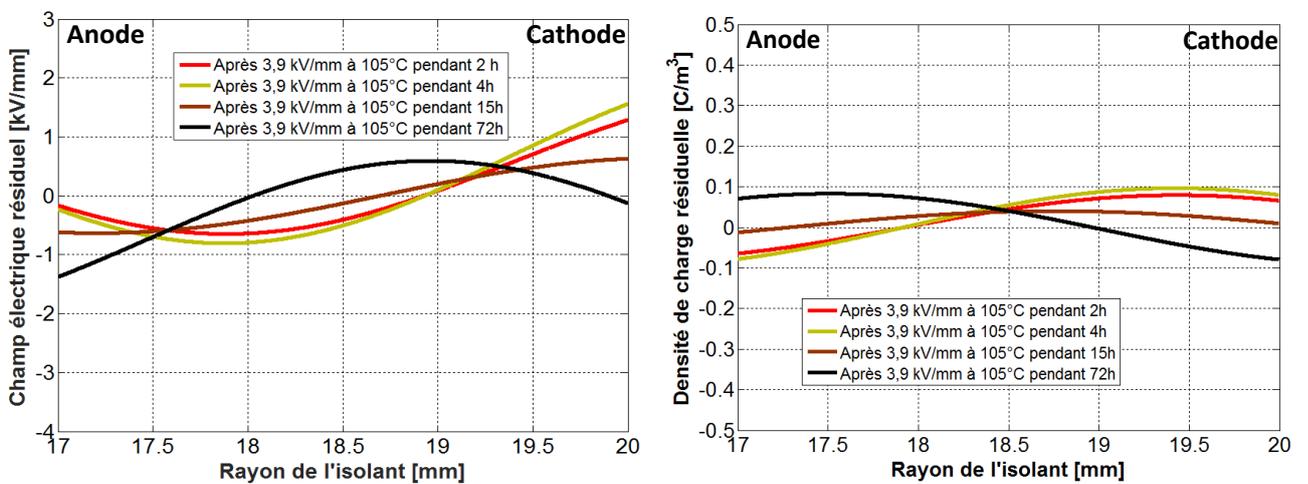


Figure 5.46 : Distributions de champs électriques et de densités de charges d'espace après conditionnement électrique sous 3,9 kV/mm (près l'anode) sous 105°C pendant 2 h, 4 h, 15 h et 72 h

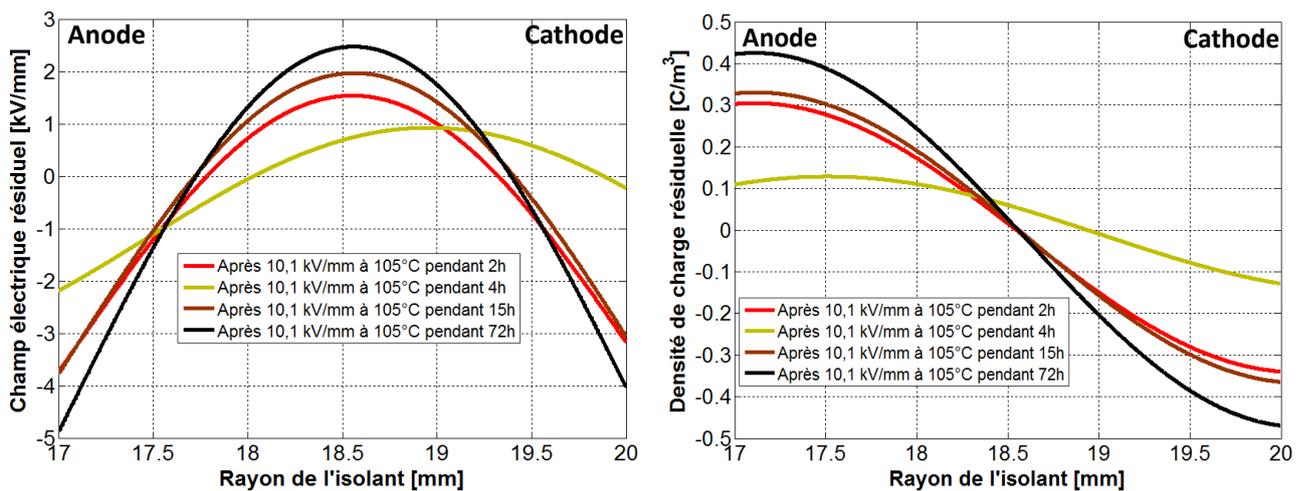


Figure 5.47 : Distributions de champs électriques et de densités de charges d'espace après conditionnement électrique sous 10,1 kV/mm (près l'anode) sous 105°C pendant 2 h, 4 h, 15 h et 72 h

Pour la contrainte la plus faible (1,8 kV/mm), le champ résiduel et la densité de charges augmentent dans les premières heures d'application de la tension, puis on observe une diminution et une stabilisation avec le temps (figure 5.45). Les valeurs de champ et de charges sont sensiblement équivalentes à celles de la figure 5.38, pour la même contrainte appliquée durant 4 h. La forme des distributions est identique à celle du

§ 5.2.2.1.1. Les répartitions sont de type hétérocharges. Les densités de charges restent plutôt faibles, avec des valeurs autour de $0,1 \text{ C/m}^3$ après 72 h de conditionnement.

Au début des conditionnements électriques réalisés sous $3,9 \text{ kV/mm}$ (2 et 4 h), les distributions de champ et de charges sont toujours de type hétérocharges (figure 5.46). A partir de 15 h, le champ résiduel commence à diminuer et à changer de signe du côté de l'anode. La tendance à l'inversion est nettement plus marquée après 72 h ; les distributions s'inversent totalement, avec toutefois des valeurs de champ et de charges encore faibles (respectivement inférieures à $1,5 \text{ kV/mm}$ et à $0,1 \text{ C/m}^3$). Il semble donc qu'un changement de comportement se produise dans le matériau avec un basculement progressif d'un phénomène majoritaire de polarisation vers un phénomène majoritaire représentatif de charges injectées aux électrodes (homocharges). Même si la polarisation reste certainement toujours présente, elle devient minoritaire par rapport à l'injection, à la conduction et au piégeage des charges.

Après les conditionnements réalisés sous $10,1 \text{ kV/mm}$, les distributions de champ et de charges sont toutes de type homocharges. Pour ce niveau de contraintes, les phénomènes d'injection et de piégeage de charges deviennent donc majoritaires sur le phénomène de polarisation. Durant les premières heures de mise sous contraintes, nous pouvons observer des variations en termes de niveaux sur les distributions de champ et de charges. Ces variations sont vraisemblablement reliées à des manifestations périodiques des mécanismes de piégeage et de dépiégeage. Une tendance à l'augmentation est néanmoins observée après 72 h. Il est à noter que ces distributions et celles que nous avons observées pour 4 h de conditionnement au § 5.2.2.1.1 ne sont plus identiques ; pour rappel, nous avons relevé dans ce dernier cas des répartitions de type hétérocharges. Il est probable que cette différence de comportement entre les échantillons soit reliée à l'interface électrodes/isolant, pas forcément identique pour les échantillons analysés, et qui aurait tendance à favoriser l'injection de charges dans le cas présent. Au-delà de 15 h de conditionnement, les niveaux des distributions de champ et de charges augmentent pour atteindre des valeurs proches de 5 kV/mm et de $0,5 \text{ C/m}^3$ près des électrodes. Cette fois, si l'on considère le champ estimé sous tension (somme du champ résistif et du champ résiduel), celui-ci aurait tendance à augmenter dans le volume et à diminuer au voisinage des électrodes (effet caractéristique des homocharges). Au-delà de ces durées de mise sous contraintes à 105°C , il est probable que ces phénomènes périodiques de piégeage/dépiégeage de charges se poursuivent dans le temps, tels qu'ils ont pu être mis en évidence dans les travaux de Yahyaoui sur le même type de matériau ^[YAHYAOUÏ2015].

Pour conclure, lorsque les champs électriques appliqués à l'échantillon ne dépassent pas 4 kV/mm , les champs résiduels restent relativement faibles, même après des durées de conditionnement importantes. En revanche, lorsqu'on dépasse ces valeurs et l'on s'approche de la température de transition vitreuse, on peut s'attendre, après plusieurs heures de mise sous contraintes, à des champs résiduels de 5 kV/mm , ce qui nécessite sans aucun doute des études plus approfondies.

Les durées de conditionnement que nous avons étudiées restent néanmoins faibles par rapport aux durées réelles de fonctionnement des isolateurs de PSEM. Il serait donc intéressant de poursuivre ce type d'étude sur des durées plus importantes, afin d'étudier l'évolution de ces charges en fonction de l'éventuel vieillissement du matériau, notamment à forts champs et à la température de 105°C .

5.2.2.3 Influence de la reprise d'eau du composite sur l'accumulation des charges d'espace

Comme nous l'avons vu au § 5.1.1., les résultats de spectroscopie diélectrique et de charges d'espace ont montré qu'un prétraitement thermique du matériau permet d'éliminer une partie de l'eau contenue dans le matériau, tout en améliorant ses propriétés diélectriques (baisse de la permittivité et du facteur de

pertes, relaxation des charges d'espace). Afin d'étudier de façon plus précise l'influence de cette présence d'eau, nous avons fait subir à un échantillon différents cycles de perte et reprise d'eau, que nous avons associés à des mesures de masse, de spectroscopie diélectrique et de charges d'espace après mise sous contrainte électrique. L'échantillon préalablement séché sous 80°C / 50 mbar, a ensuite été placé sous 60°C et 80% HR pendant 500 heures.

La courbe de prise de masse de l'échantillon (correspondant à la prise d'eau) et les spectres diélectriques sont donnés dans les figures 5.48 et 5.49. On note bien une évolution de la permittivité et du facteur de pertes, correspondant à la reprise de l'eau dans la partie utile de l'échantillon, qui retrouvent leurs valeurs initiales à réception, avant l'application du traitement thermique.

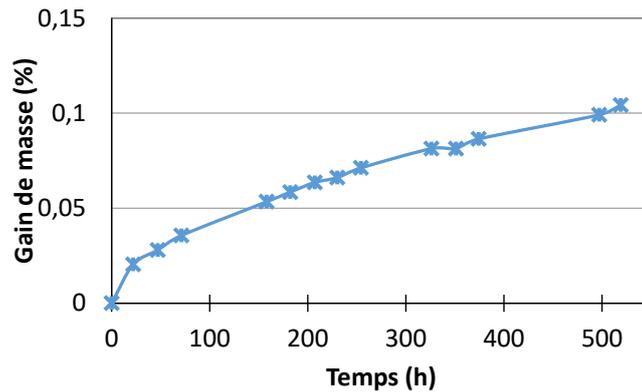


Figure 5.48 : Evolution de la masse de l'échantillon cylindrique avec la reprise d'eau sous 60°C / 80% HR

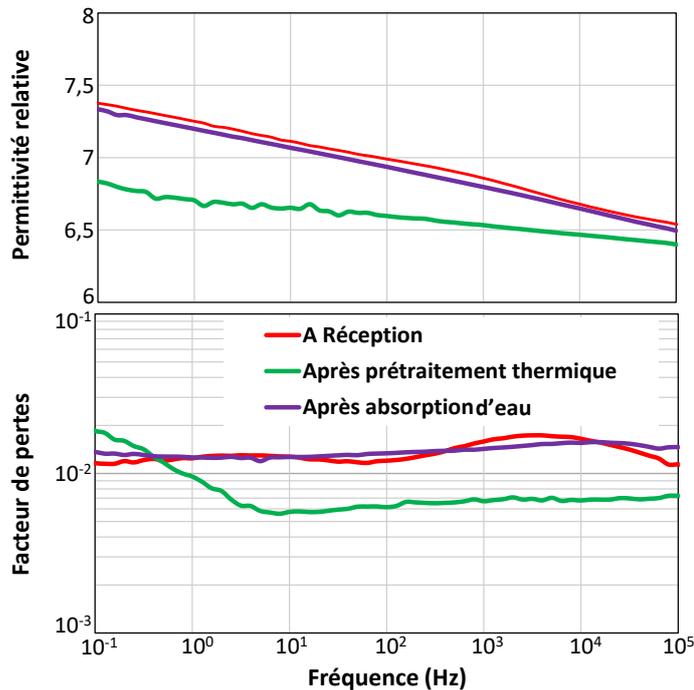


Figure 5.49 : Evolution du spectre diélectrique du matériau composite (échantillon à réception, après prétraitement thermique sous 80°C / 50 mbar, et après absorption d'eau sous 60°C / 80% HR)

De façon à corrélérer l'influence de cette présence d'eau au comportement du matériau en termes de charges d'espace, nous avons également réalisé une série de mesures par la MOT, toutes précédées par la phase de prétraitement thermique en court-circuit (permettant de sécher le matériau et de relaxer les charges d'espace précédemment formées) :

- Mesure MOT 1 (résultat déjà montré au § 5.2.2.1) : après application de 3,9 kV/mm (près de l'anode) à 25°C pendant 4 h ;
- Mesure MOT 2 (résultat déjà montré au § 5.2.2.1) : après application de 10,1 kV/mm à 25°C pendant 4 h ;
- Mesure MOT 3 : après absorption d'eau (environ 500 heures sous 60°C / 80% HR) et application de 3,9 kV/mm à 25°C pendant 4 h ;
- Mesure MOT 4 : après absorption d'eau (environ 500 heures sous 60°C / 80% HR) et application de 10,1 kV/mm à 25°C pendant 4 h.

Les distributions de champ électrique issues des Mesures 1, 2, 3 et 4 sont présentées dans les figures 5.50.a et 5.50.b. Pour les deux contraintes électriques appliquées (3,9 kV/mm et 10,1 kV/mm), on peut noter une légère augmentation du niveau de champ interne résiduel. Elle est surtout observable pour la plus forte contrainte appliquée, où les niveaux de champ apparaissent plus élevés dans le volume. Même s'il aurait été intéressant de poursuivre ce type d'étude sur des durées de mise sous contraintes plus importantes, il semble probable que l'absorption d'eau par le matériau favorise une augmentation du champ interne résiduel, sans doute par des mécanismes liés à la dissociation de molécules d'eau et à l'accumulation des charges aux interfaces, en raison de la forte polarité des molécules d'eau favorisant l'injection.

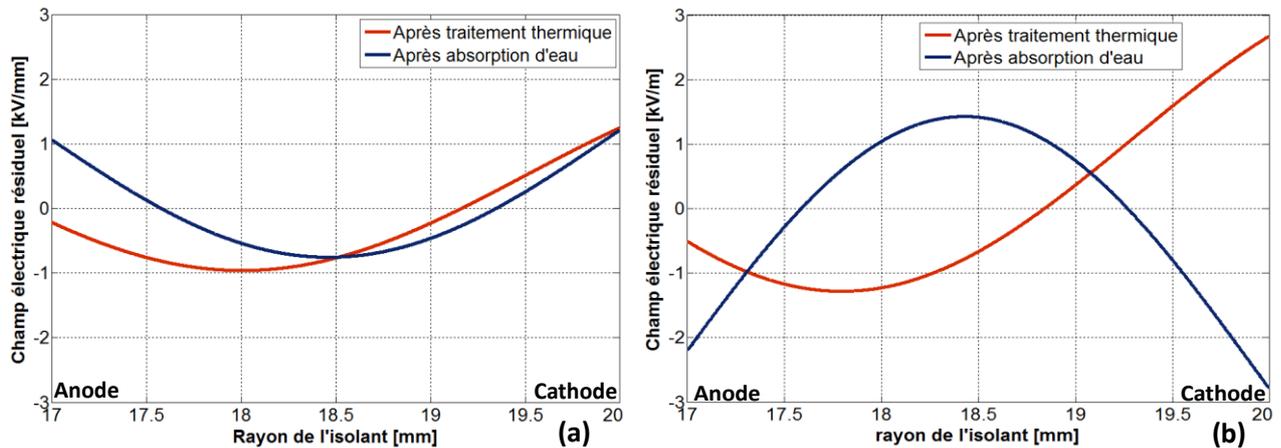


Figure 5.50 : Distributions de champs résiduels sur un échantillon séché à 80°C / 50 mbar et sur le même échantillon conditionné à 60°C / 80% HR après un conditionnement à 25°C pendant 4 h sous (a) 3,9 kV/mm et (b) 10,1 kV/mm

Ces résultats confirment ainsi l'intérêt de procéder dans la mesure du possible, à une phase de prétraitement thermique pour ce type de matériau, avant application de contrainte électrique continue.

5.3 Conclusions

Ce chapitre a été consacré aux études sur le comportement de la résine époxyde chargée d'alumine, du point de vue de la charge d'espace, lorsque le matériau est soumis à des champs électriques continus pouvant atteindre 10 kV/mm et sous des températures comprises entre 25°C et 105°C.

Des études préliminaires ont tout d'abord été réalisées dans le but de définir un protocole expérimental adapté à notre travail de recherche ; l'objectif étant de placer le matériau dans des conditions permettant d'assurer une reproductibilité des résultats. En effet, comme nous l'avons observé dans un premier temps sur des échantillons plans, la permittivité relative et le facteur de pertes du matériau peuvent varier de façon significative avec la teneur en eau du composite : une absorption d'eau, correspondant à un gain de masse de seulement de 0,26%, peut conduire à une augmentation de la permittivité relative allant jusqu'à 40% et à une augmentation du facteur de pertes d'un facteur 5.

Des mesures MOT effectuées sur des échantillons vierges (n'ayant vu aucune contrainte électrothermique) ont révélé que des champs résiduels de l'ordre du kV/mm étaient observés sur l'ensemble des échantillons. Ceci a été attribué à la fois à la présence d'eau (molécules polaires), mais également et surtout à des contraintes internes liées à la fabrication des échantillons ayant induit des zones de charges d'espace. Afin de garantir un même état électrique avant toute étude supplémentaire, les échantillons ont donc été traités thermiquement sous 80°C / 50 mbar, en court-circuit, pendant une durée minimale de 100 heures, conditions permettant de sécher le composite et de relaxer efficacement les charges initialement présentes.

Après fabrication et sélection d'échantillons similaires à travers un processus impliquant une analyse par la tomographie à rayons X, des mesures de DP et de charges d'espaces, nous avons par la suite observé les champs électriques résiduels dans l'isolant suite à l'application d'une contrainte électrique.

Trois champs électriques ont été appliqués sous trois températures pendant une durée relativement courte (4 heures). Nous avons pu observer que le champ résiduel et la densité de charges d'espace augmentent avec la contrainte appliquée tout en gardant des répartitions de charge d'espace de type « hétérocharges ». Cette répartition semble être la résultante d'un gradient de polarisation lié à l'existence d'un gradient de matière dans l'épaisseur de l'isolant, suite au processus de fabrication. A 25°C, le champ résiduel est apparu particulièrement faible pour un champ appliqué inférieur à 2 kV/mm (de l'ordre de 0,1 kV/mm), alors qu'une augmentation des niveaux a été relevée avec la contrainte électrique, notamment lorsque le champ appliqué atteint 10,1 kV/mm (champs résiduels proches de 2,5 kV/mm).

Après conditionnement électrique à 60°C, les champs résiduels ont atteint des valeurs légèrement supérieures à 3 kV/mm pour la contrainte électrique la plus élevée. Suite aux conditionnements réalisés à 105°C, bien que le phénomène prédominant semble toujours être le gradient de polarisation, il se manifeste différemment qu'à 25°C et 60°C. Cette évolution est l'image d'injection et d'accumulation des charges aux électrodes, masquée par la polarisation majoritaire. En superposant des distributions du champ électrique idéales (sans charge d'espace) aux distributions de champ résiduel, la répartition du champ interne durant l'application des contraintes a été approchée. Il a ainsi été observé, de façon générale, qu'à champ fort (10,1 kV/mm), la charge d'espace pouvait entraîner un renforcement du champ électrique appliqué près de l'électrode externe allant jusqu'à 33% du champ appliqué.

Dans le même temps, la relaxation de la charge a été observée. En modélisant la décharge par une loi de type exponentiel, les constantes de temps de relaxation pour les contraintes appliquées à 25°C varient entre la dizaine d'heures et la trentaine d'heures, en fonction du champ électrique appliqué. Ces constantes augmentent légèrement après le conditionnement électrique à 60°C. Par contre, elles peuvent atteindre jusqu'à 250 h suite aux conditionnements à 105°C.

Pour observer l'influence de la durée d'application de la contrainte électrique, une étude a été réalisée à 105°C, pour trois contraintes électriques ayant été appliquées pendant des durées allant de 2 h jusqu'à 72 h. La durée d'application ne semble pas avoir une influence très marquée lorsque le champ appliqué ne dépasse pas 2 kV/mm. Les répartitions de charges restent de type « hétérocharges » (gradient de polarisation). Pour des champs appliqués plus élevés (≥ 4 kV/mm), une diminution puis une inversion des profils de champ et de charges est constatée à partir de 15 h de mise sous contraintes ; les distributions de champ et de charges deviennent alors de type « homocharges », avec toutefois des valeurs de champ et de charges relativement faibles (autour de 1,5 kV/mm et de 0,1 C/m³). Enfin, au-delà de 10 kV/mm appliqués, les distributions de champ et de charges sont, pour toutes les durées de conditionnement, de type homocharges, avec des valeurs de champs proches de 5 kV/mm près des électrodes, pour 72 h de

conditionnement. Les phénomènes d'injection et de piégeage de charges deviennent ainsi majoritaires sur le phénomène de polarisation, avec toutefois des cycles de piégeage / dépiégeage qu'il serait intéressant d'étudier à plus long terme.

Pour finir, une étude a été menée pour observer l'influence de la reprise d'eau sur l'accumulation de la charge d'espace. Après application d'une contrainte électrique, nous avons observé des champs résiduels plus élevés dans les échantillons ayant absorbé de l'eau. Ces résultats confirment l'intérêt d'appliquer un prétraitement thermique au matériau composite avant une mise sous tension.

Conclusions et perspectives

La notion de « Supergrid » concerne le développement de réseaux de transport d'électricité permettant d'acheminer l'énergie électrique sous haute tension sur de longues distances. Suite au développement actuel des centrales de production intégrant les énergies renouvelables, de plus en plus éloignées des sites de consommation, et au besoin croissant d'interconnexion des réseaux transfrontaliers, la mise en place de réseaux Haute Tension à Courant Continu (HTCC) est actuellement en plein essor. En effet, le transport de l'énergie en HTCC offre des avantages par rapport à la Haute Tension à Courant Alternatif (HTCA), lorsque la distance d'acheminement devient supérieure à environ 50 km. L'utilisation de matériaux isolants dans les appareillages pour la HTCC nécessite à l'heure actuelle d'étudier et de mieux comprendre leur comportement diélectrique, lorsque ceux-ci sont soumis à de fortes contraintes électriques et thermiques, imposées par le fonctionnement des systèmes.

Les matériaux composites à base de résine époxyde sont depuis de nombreuses années utilisés comme isolants électriques dans les postes électriques sous enveloppe métallique (PSEM) pour la HTCA, où leur comportement est déjà connu et maîtrisé. Aujourd'hui, la volonté est aussi de les employer comme matériau des isolateurs dans les futurs appareillages pour la haute tension continue. En raison des mécanismes pouvant se produire dans le matériau sous contraintes continues, des travaux de recherche sont requis pour étudier son comportement diélectrique, en particulier du point de vue de l'accumulation de la charge d'espace, faisant l'objet de ce travail de thèse.

Ce mémoire présente les travaux menés sur le développement d'une méthode pour mesurer et suivre l'évolution de la charge d'espace dans la résine époxyde chargée d'alumine, pour une application dans les postes sous enveloppe métallique pour la HTCC. D'après le cahier des charges défini par rapport au dispositif expérimental à développer (technique adaptée à des matériaux composites, non destructive, à résolution spatiale et à sensibilité élevée, utilisable sur des épaisseurs de quelques millimètres et adaptable en configuration cylindrique), le principe de mesure choisi est celui d'une méthode dite à stimulus, ayant déjà fait ses preuves pour les matériaux et systèmes pour câbles de transport de l'énergie : la méthode de l'onde thermique (MOT).

Afin d'atteindre cet objectif, une première phase de l'étude a été dédiée à la conception d'échantillons spécifiques, dont la géométrie a été définie afin de reproduire les valeurs du champ électrique dans les isolateurs installés dans les PSEM, notamment au voisinage de l'âme conductrice où la contrainte électrique est censée être la plus élevée. Ainsi, la forme cylindrique des isolateurs réels a été maintenue et l'épaisseur de composite (3 mm) a été validée pour les échantillons tests. Des optimisations ont été apportées à la configuration, notamment afin de diminuer les effets de bord lors de l'application de la contrainte électrique. Les échantillons ont été obtenus par moulage et réalisés au sein de SuperGrid Institute, selon un procédé représentatif de celui des isolateurs réels. Si des études ont déjà été menées sur des échantillons en composite de forme plane, celles sur structures cylindriques sont à ce-jour pratiquement inexistantes, constituant l'originalité de ces travaux.

Dans la suite du travail, un banc de mesure utilisant le principe de la MOT a été conçu spécifiquement pour la configuration des échantillons cylindriques, dans le but d'étudier les phénomènes d'accumulation de la charge d'espace. Le banc de mesure développé utilise la circulation d'un fluide caloporteur, ici un mélange d'eau et d'éthanol, pour générer l'échelon thermique sur la face intérieure de l'échantillon (électrode interne), qui joue ainsi le rôle de diffuseur thermique. Le dispositif expérimental est composé principalement de deux thermorégulateurs, pour les deux sources de température indispensables pour générer l'échelon thermique, ainsi que de pompes et de vannes pour gérer la circulation et la trajectoire du liquide. Chaque composant a été minutieusement sélectionné ou dimensionné pour respecter les exigences imposées par le banc de mesure : il s'agit notamment de la compatibilité du composite avec l'éthanol, de la réduction

d'émission de perturbations électromagnétiques durant la mesure et de la possibilité du banc d'effectuer deux mesures à la suite de façon autonome. Le principe de mesure du banc de test repose sur trois phases de fonctionnement : une première phase servant à placer l'échantillon à la température initiale (25°C), une deuxième phase dite de roue libre qui a pour objectif de ramener au plus près de l'échantillon le liquide à la température désirée pour la mesure, et la dernière étape qui est la phase de mesure proprement dite, pendant laquelle l'échelon thermique est appliqué à l'échantillon.

Après des tests ayant servi à valider le bon fonctionnement du dispositif expérimental, les travaux sur le développement du système de mesure se sont terminés par une phase d'optimisation, concernant l'amélioration du rapport signal/bruit avec la conception d'une cellule de mesure faible bruit et l'intégration de capteurs de température. Le banc de mesure ainsi développé a ensuite été utilisé pour étudier le comportement du matériau vis à vis de la charge d'espace, en fonction de différentes contraintes électriques et thermiques, représentatives des conditions de fonctionnement dans les futurs PSEM HTCC.

En se basant sur des études antérieures qui ont montré que les propriétés diélectriques de la résine époxyde dépendaient sensiblement de sa teneur en eau, et afin d'assurer la reproductibilité des résultats, nous avons effectué un travail préliminaire pour définir un protocole expérimental adapté à notre étude. Pour cela, une étude comparative a été réalisée concernant l'influence de deux types de traitement thermique réalisés à 80°C (l'un à pression ambiante et l'autre sous vide primaire) sur les propriétés diélectriques du composite. Ce travail a été mené dans un premier temps sur échantillons plans, pour des raisons de facilité de mise en œuvre, puis sur les échantillons cylindriques. Nous avons pu observer que, le séchage des échantillons permet d'améliorer les propriétés du matériau (permittivité et facteur de pertes), et plus particulièrement en basse fréquence. La spectroscopie diélectrique, réalisée à 25°C et après séchage des échantillons, a révélé en BF des valeurs de permittivité relative du matériau autour de 6,5 et de facteurs de pertes entre 0,01 et 0,1. Aucun des deux traitements ne se démarquant de façon significative, une étude de leur impact sur la charge d'espace a été réalisée. Elle a montré que, lorsque les échantillons sont mis en court-circuit sous 50 mbar, le phénomène de relaxation de la charge d'espace est favorisé par rapport au traitement thermique à 80°C sous pression atmosphérique : c'est donc cet environnement (80°C / 50 mbar) qui a été sélectionné pour la suite de l'étude.

Avant d'appliquer le traitement défini précédemment et de débiter les études sur les phénomènes d'accumulation de la charge d'espace en lien avec l'application de contraintes électrothermiques, les échantillons ont d'abord subi des tests préliminaires servant à sélectionner ceux présentant le plus d'homogénéité, en termes de conception et de comportement diélectrique.

Les analyses par tomographie à rayons X et les mesures de décharges partielles ont servi à détecter les éventuels défauts présents dans les échantillons. Avec une résolution de 75 μm , la tomographie à rayons X a permis de recenser trois types de défauts : des délaminations, des vacuoles gazeuses et des inclusions d'aluminium dans la résine. Les premières observations faites à l'aide de cette technique d'imagerie non destructive ont permis d'effectuer une première sélection des échantillons. Les échantillons présélectionnés ont été par la suite examinés avec la technique de mesure des décharges partielles (DP). Il a été observé, pour tous les échantillons, une tension d'apparition des DP comprise entre 4 et 4,5 kV. Si la tomographie à rayons X a permis d'éliminer certains échantillons, cela n'a pas été le cas avec les mesures de DP. Le dernier critère de sélection des échantillons, et certainement le plus décisif, reste leur comportement diélectrique et principalement du point de vue de l'accumulation de la charge d'espace. Après l'application d'une contrainte électrothermique identique aux échantillons présélectionnés (6,9 kV/mm pour le champ de Laplace supposé près de l'électrode interne, à 25°C pendant 14 heures), les mesures MOT ont permis d'identifier les

échantillons les plus homogènes quant à leur niveau résiduel de charges d'espace, qui ont été par la suite utilisés pour étudier l'évolution de champ électrique interne dû à la charge d'espace.

La dernière partie du mémoire est ainsi entièrement consacrée aux études menées sur le comportement de la résine époxyde chargée d'alumine, du point de vue de la charge d'espace, lorsque le matériau est soumis à des champs continus pouvant atteindre 10 kV/mm et sous des températures comprises entre 25°C et 105°C. Les résultats que nous avons obtenus font ressortir les éléments suivants :

- Pour des durées de mise sous contraintes de 4 heures :
 - Pour les 3 températures de mise sous contraintes (25, 60 et 105°C), les valeurs de champ résiduel et de densité de charges d'espace augmentent avec la contrainte électrique appliquée ;
 - Les répartitions de charge d'espace sont de type « hétérocharges », résultant vraisemblablement d'un gradient de polarisation lié à l'existence d'un gradient de matière dans l'épaisseur d'isolant, généré par le processus de fabrication des échantillons ;
 - A 25°C, les niveaux de champ résiduel sont particulièrement faibles (de l'ordre de 0,1 kV/mm) pour le champ appliqué le plus faible (1,8 kV/mm près de l'électrode interne), alors qu'ils atteignent 2,5 kV/mm pour le champ appliqué le plus élevé (10,1 kV/mm près de l'électrode interne). Il est à noter que les densités de charges d'espace ne dépassent pas 0,15 C/m³. L'évolution de la charge d'espace est l'image de phénomènes d'injection et d'accumulation des charges aux électrodes, masquées par la polarisation majoritaire observée par la MOT ;
 - A 60°C, les champs résiduels atteignent des valeurs légèrement supérieures à 3 kV/mm pour la contrainte électrique la plus élevée (10,1 kV/mm), alors que les densités maximales de charges d'espace sont de l'ordre de 0,25 C/m³ ;
 - A 105°C, bien que le phénomène majoritaire observé soit toujours le gradient de polarisation, il se manifeste différemment qu'aux deux autres températures ;
 - Une estimation des valeurs de champ interne sous tension a également été réalisée. Pour cela, nous avons superposé les distributions de champs résiduels aux distributions idéales (sans charges d'espace). Il a ainsi pu être mis en évidence que, sous fort champ (10,1 kV/mm), la charge d'espace était susceptible de provoquer un renforcement de champ dans le composite près de l'électrode externe, pouvant aller jusqu'à 33 % du champ appliqué ;
 - Après chaque mise sous contraintes, la relaxation de la charge a également été étudiée sous 80°C / 50 mbar, en conditions de court-circuit. En modélisant la décharge par des lois de type exponentiel, les constantes de temps de relaxation sont apparues d'autant plus élevées que le niveau de champ et de température augmente. Ainsi, les valeurs les plus importantes ont été relevées pour les contraintes les plus fortes (105°C sous 10,1 kV/mm), avec des valeurs pouvant atteindre jusqu'à 250 heures ;
- Pour observer l'influence de la durée d'application de la contrainte électrique, une étude a été réalisée à la température la plus contraignante (105°C), pour des durées de mise sous contraintes allant jusqu'à 72 heures. On a ainsi pu constater :
 - Pour le champ appliqué le plus faible (1,8 kV/mm), la durée d'application ne semble pas avoir une influence très marquée sur l'évolution des niveaux de champ et de charges d'espace. Les répartitions de charges sont toutes de type « hétérocharges » (gradient de polarisation).
 - Pour 3,9 kV/mm appliqué, une diminution, puis une inversion des profils de champ et de charges est observée à partir de 15 heures de conditionnement électrothermique ; à ce moment-là, les distributions deviennent de type « homocharges », avec des niveaux

relativement faibles (1,5 kV/mm pour le champ résiduel et 0,1 C/m³ pour la densité de charges).

- Pour le champ appliqué le plus élevé (10,1 kV/mm), les distributions sont toutes de type « homocharges », quelle que soit la durée de mise sous contraintes, mettant en évidence des phénomènes d'injection et de piégeage qui deviennent majoritaires sur le phénomène de polarisation. Les valeurs de champ résiduel atteignent 4-5 kV/mm près des électrodes au bout de 72 heures.
- Afin de mesurer l'impact de la teneur en eau sur l'accumulation de la charge d'espace, une étude complémentaire a été menée sur un échantillon préalablement séché et ensuite placé dans une étuve à humidité contrôlée (80% HR – 60°C). La reprise d'eau a entraîné une faible augmentation du champ résiduel lorsque l'échantillon a été conditionné sous 3,9 kV/mm à 25°C. A champ plus élevé, soit 10,1 kV/mm, une inversion du champ a été observée, certainement due à la dissociation des molécules d'eau et à l'accumulation des charges aux interfaces, en raison de la forte polarité des molécules d'eau favorisant l'injection.

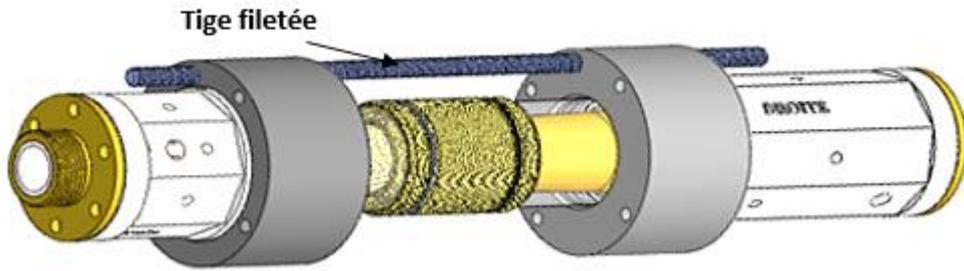
L'ensemble des études que nous avons menées ont ainsi permis de mettre en évidence qu'une prise d'eau, même faible (correspondant à une augmentation de masse d'environ 0,2%), peut affecter de façon significative les propriétés diélectriques de la résine époxyde chargée d'alumine, conduisant à une augmentation de la permittivité et du facteur de pertes, mais également du champ électrique interne suite à l'application d'une contrainte électrique continue. Nous avons également pu montrer, grâce au banc de mesure de charges d'espace spécifiquement développé dans le cadre de ce travail, l'influence du champ électrique et de la température sur les phénomènes d'accumulation de la charge d'espace. Jusqu'à 60°C, c'est surtout le mécanisme de polarisation qui apparaît majoritaire alors qu'à 105°C, les mécanismes d'injection, de conduction et de piégeages de charges interviennent de façon significative, générant des élévations localisées de champ interne, qu'il conviendrait de considérer pour le dimensionnement des isolateurs des futurs appareillages pour la HTCC.

A l'issue de notre travail, en utilisant l'outil de caractérisation qui a été développé spécifiquement pour ce type d'isolateur, il serait intéressant d'approfondir les recherches dans différentes directions. On pourrait notamment s'intéresser :

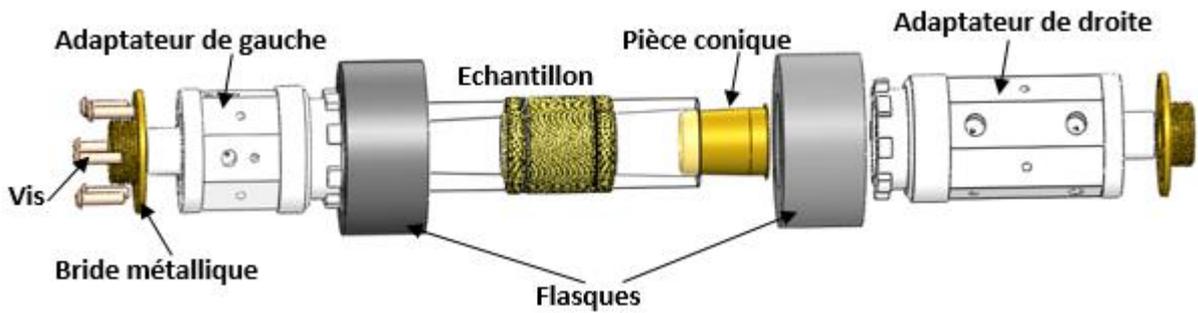
- Au vieillissement électrothermique du matériau, en prolongement des travaux sur la durée de mise sous contraintes ;
- A l'influence de l'application d'un champ électrique continu en présence d'un gradient de température ;
- A l'influence du type de contact isolant/électrode sur les mécanismes d'apparition et d'évolution de la charge d'espace, en faisant varier la nature des électrodes (argent, aluminium, chrome, or) et le type d'électrodes (par dépôt, moulées et avec différentes rugosités) ;
- A l'influence de la nature du matériau isolant sur les phénomènes de charges d'espace. Il pourrait s'agir de matériau composite à base de résine époxyde avec différentes proportions de charge d'alumine ou bien de matériaux d'autres types ;
- A l'impact de la présence de défauts (vacuoles, délaminations) sur la formation de la charge d'espace, en contrôlant dans ce cas leur présence et leur répartition dans l'isolant ;
- Aux niveaux de pièges et aux mécanismes de mouvement des porteurs, voire à l'utilisation des différentes données expérimentales à des fins de modélisation analytique et numérique.

Annexes

Annexe 1 : Système de connexion de l'échantillon



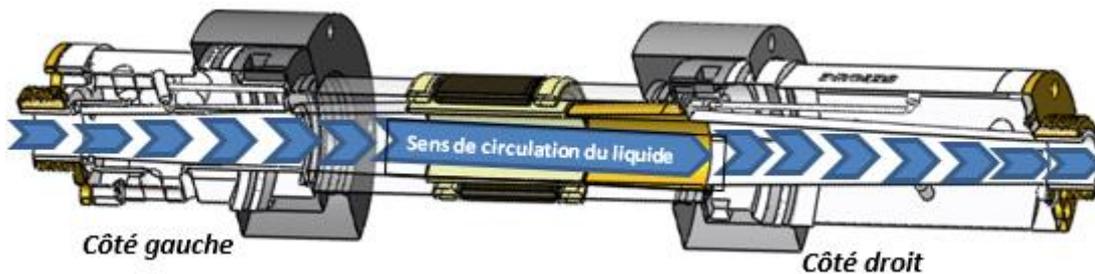
Représentation 3D de l'assemblage du système de connexion complet



Vue éclatée du système de connexion complet

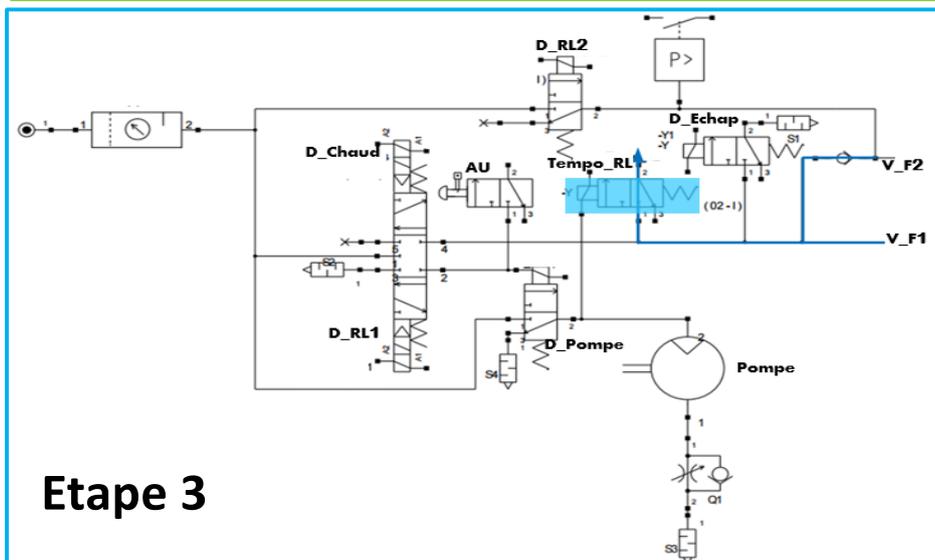
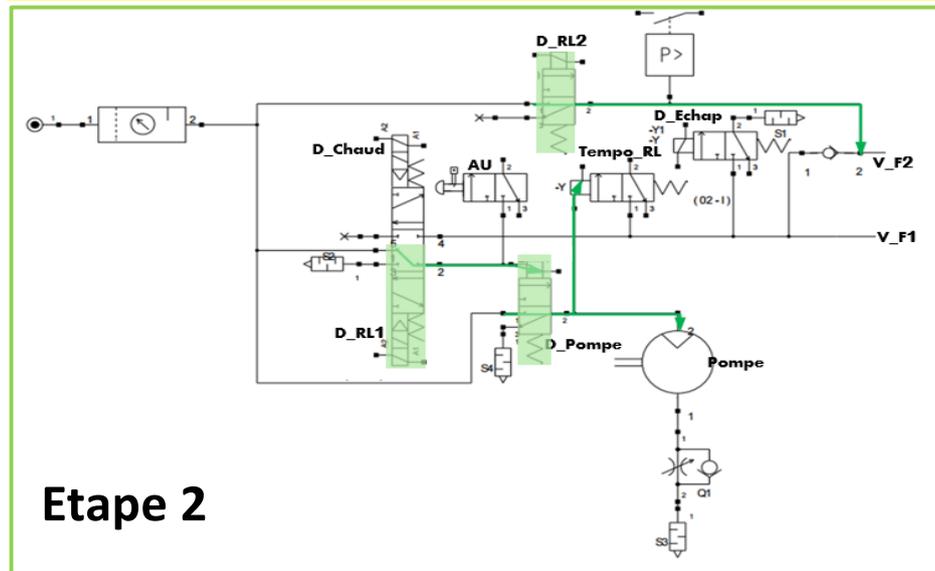
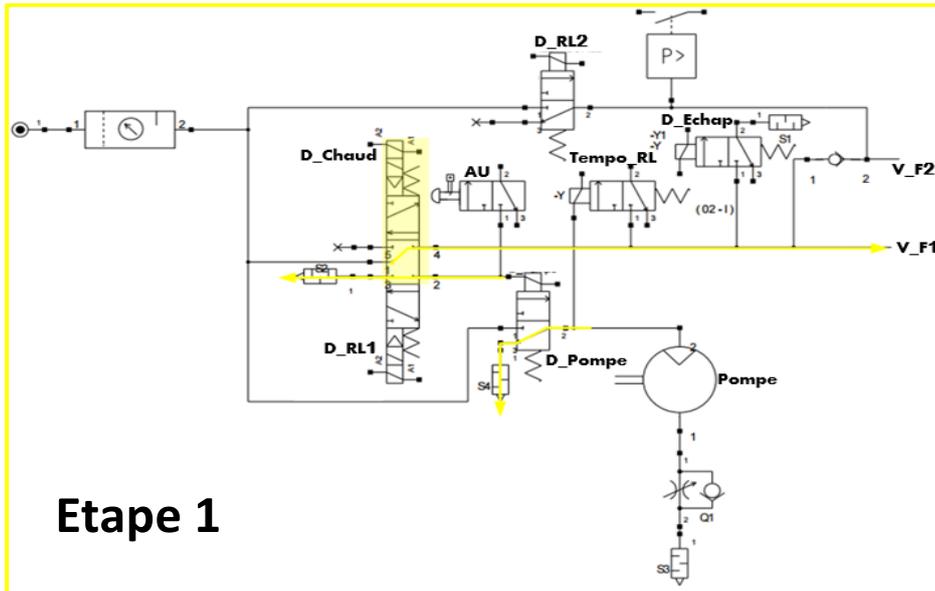


Photographie du système de connexion complet



Sens de circulation du liquide

Annexe 2 : Cycles de fonctionnement du circuit pneumatique



Annexe 3 : Les deux onglets de l'interface utilisateur du programme de commande et d'acquisition

The screenshot displays two main tabs: 'MESURE MOT' and 'CONNECTIONS DAQ'. The 'MESURE MOT' tab contains several sub-panels: 'ACQUISITION COURANT MOT' (1), 'DONNEES DES CRYOSTATS' (2), 'TEMPERATURES ECHANTILLON' (3), 'PRESSIONS CIRCUIT HYDRAULIQUE' (5), and 'ENREGISTREMENT DES DONNEES DANS LE FICHIER' (6). The 'CONNECTIONS DAQ' tab shows configuration settings for temperatures, current, and acquisition parameters (4). A 'START' button and a 'CYCLE DE MESURE' progress bar (7) are also visible.

- ①- Affichage du courant
- ②- Affichage données des thermocryostats
- ③- Affichage température dans le circuit et dans l'échantillon
- ④- Ecriture des paramètres de mesure
- ⑤- Affichage des pressions
- ⑥- Enregistrement des données
- ⑦- Suivi de l'évolution de la mesure

This screenshot shows the 'Etat des entrées' section with two columns: 'Sorties numériques' (output ports) and 'Entrées numériques' (input ports). A red circle highlights the 'COEFFICIENTS CAPTEURS DE TEMPERATURE' and 'COEFFICIENTS CAPTEURS DE PRESSION / DEBIT' sections, which include gain and offset settings for various sensors.

Les ports de sortie (de commande) des équipements

Les entrées numériques (acquisition) des équipements

Gain et Offset des différents capteurs

Références bibliographiques

- [AGNEL2001] S. Agnel, P. Notinger, A. Toureille, « *Space charge measurements on power cable length* », Proceedings of the 2001 IEEE 7th International Conference on Solid Dielectrics, pp 390-393, 2001.
- [BARDONNET1992] P. Bardonnnet, « *Résines époxydes (EP) – Composants et propriétés* », Techniques de l'ingénieur, Ref. A3465 V1, 1992.
- [BARRERE1997] C. Barrère, F. Dal Maso, « *Résines époxy réticulées par des polyamines : structure et propriétés* », Revue de l'Institut Français du Pétrole, Vol. 52, N° 3, 1997.
- [BAUDON2013] S. Baudon, « *Etude de l'influence des contraintes appliquées sur l'évolution des propriétés diélectriques des couches minces isolantes dans les composants semi-conducteurs de puissance* », Thèse de doctorat, Montpellier : Université de Montpellier 2, 188 pages, 2013.
- [BEHAVESH2012] V. Behraves, N. Abbaspour, « *New Comparaison of HVDC and HVAC Transmission system* », International Journal of Engineering Innovation & Research, Vol. 1, Issue 3, pp 300-304, 2012.
- [BENASLA2011] M. Benasla, « *Apport du SMES comme stockage d'énergie aux performances de l'HVDC pour améliorer la stabilité d'un réseau électrique* », Thèse de doctorat, Tiaret : Université Ibn Khaldoun Tiaret en Algérie, 125 pages, 2011.
- [BERQUEZ2016] L. Berquez, A. Salazar-Velazquez, D. Marty-Dessus, « *Mesures de charge d'espace par FLIMM : Derniers développements* », 7ème Colloque Interdisciplinaire en Instrumentation, 2016.
- [BLYTHE2005] A.R. Blythe, D. Bloor, « *Electrical Properties of Polymers* », 2nd Edition, Cambridge University Press, 2005.
- [BRAUN1987] J.M. Braun, F.Y. Chu, R. Seethapathy, « *Characterization of GIS Spacers Exposed to SF₆ Decomposition Products* », IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. E1-22, N° 2, pp 187-193, 1987.
- [BRUN2009] E. Brun, « *Vieillessement hygrothermique d'un composite résine époxyde silice et impact sur sa rigidité diélectrique* », Thèse de doctorat, Grenoble : UNIVERSITE Joseph Fourier Grenoble I, 286 pages, 2009.
- [BUREAU2016] J.M. Bureau, « *Propriétés diélectriques des polymères* », Techniques de l'ingénieur, Ref. E1815 V4, 2016.
- [CHERIFI1992] A. Cherifi, A. Toureille, M. Abou Dakka, « *The Validation of the Thermal Step Method* », IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. 27, N° 6, pp 1152-1158, 1992.
- [CHRISTOPHOROU] L.G. Christophorou, « *Research and Findings on Alternatives to Pure SF₆* », National Institute of Standards and Technology, USA.
- [CHU1986] F.Y. Chu, « *SF₆ Decomposition in Gas-Insulated Equipment* », IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. E1-21, N° 5, pp 693-725, 1986.
- [COELHO1983] R. Coelho, « *Sur la relaxation d'une charge d'espace* », Revue de Physique Appliquée, N°18, pp 137-146, 1983.
- [COELHO1993] R. Coelho, B. Aladenize, « *Les diélectriques – Propriétés diélectriques des matériaux isolants* », Paris. Editions Hermès, 1993.
- [CRISCI1998] A. Crisci, B. Gosse, J. Gosse, V. Ollier-Dureault, « *Surface-potential decay due to surface conduction* », EPJ Applied physics, vol. 4, pp. 107–1116, 1998.

- [DELMAS2011] G-H. Delmas, « *La biolignineTM : Structure et Application à l'élaboration de résines époxy* », Thèse de doctorat, Toulouse : Institut National Polytechnique de Toulouse, 164 pages, 2011.
- [DEREGGI1982] A.S. De Reggi, F.I. Mopsik, « *Numerical Evaluation of the Dielectric Polarization Distribution for Thermal Pulse Data* », Journal of Applied Physics, Vol. 53, pp 4333-4339, 1982.
- [DODD2010] S.J. Dodd, N. Chalashkanov, L.A. Dissado, J.C. Fothergill, « *Influence of Absorbed Moisture on the Dielectric Properties of Epoxy Resins* », Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP), 2010 Annual Report Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, pp 1-4, 2010.
- [DOULET2013] A. Doulet, P. Bornard, « *Réseaux électriques – Avant-propos* », Techniques de l'ingénieur, traité Génie électrique. Ref. D 4 000v2, 2013.
- [EOLL1975] C.K. Eoll, « *Theory of stress distribution in insulation of high-voltage DC cables* », IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. EI-10, N°1, 1975.
- [FOTHERGILL2008] J.C. Fothergill, L.A. Dissado, « *Electrical Degradation and Breakdown in Polymers* », U.K. IET, 2008.
- [FOURNIE1986] R. Fournie, « *Les isolants en électrotechnique. Concepts et théories* », Editions Eyrolles, 1986.
- [FRANCESCHI1997] J-L. Franceschi, V. Hass, « *Laser thermo-acoustic Modulation Method for Space charge Measurements* », Applied Physics Letters, Vol. 70, Issue 17, 1997.
- [FUJINAMI1989] H. Fujinami, T. Takuma, M. Yashima, T. Kawamoto, « *Mechanism and effect of DC charge accumulation on SF₆ gas insulated spacers* », IEEE Transactions on Power Delivery, Vol. 4, N° 3, pp 1765–1772, 1989.
- [GALLAY] R. Gallay, Garmanage, « *Propriétés diélectriques* », [en ligne], disponible sur : http://www.garmanage.com/atelier/index.cgi?path=public&B&Teaching&B&EPFL&B&4_Dielectrique , (consulté le 27/03/2015).
- [GALLOT-LAVALLEE2004] O. Gallot-Lavallée, « *Etude de la charge d'espace et des phénomènes luminescents comme précurseurs du vieillissement électrique d'une résine époxy utilisée dans l'isolation haute tension* », Thèse de doctorat, Toulouse : Université Paul Sabatier (Toulouse III, 195 pages), 2004.
- [GALLOT-LAVALLEE2005] O. Gallot-Lavallée, V. Griseri, G. Teyssedre, C. Laurent, « *The pulsed electro-acoustic technique in research on dielectrics for electrical engineering - Today's achievements and perspectives for the future* », RS – RIGE, Vol. 8, N° 5-6, pp 749-772, 2005.
- [GRISERI2000] V. Griseri, « *The Effects of High Electric Field on an Epoxy Resin* », Thèse de doctorat, Leicester : University of Leicester, 230 pages, 2000.
- [GUILLERMIN2004] C. Guillermin, « *Vieillissement électrique et thermique d'un composite résine époxyde-silice : étude des charges d'espace et de la conduction* », Thèse de doctorat, Grenoble: Université Joseph Fourier Grenoble I, 192 pages, 2004.
- [HE2015] M. He, D. Qiang, N. Liu, G. Chen, P.L. Lewin, « *Investigation of Charge Injection Threshold Field in Epoxy Resin* », Electrical insulation Conference (EIC), pp 49-52, 2015.
- [HILL1971] R.M. Hill, « *Poole-Frenkel conduction in amorphous solids* », Philosophical Magazine, Vol. 23, pp 59-86, 1971.

- [HOLÉ2003] S. Holé, T. Ditchi, J. Lewiner, « *Non-destructive methods for space charge distribution measurements: what are the differences?* », IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, vol. 10(4), pp 670–677, 2003.
- [HOLTZHAUSEN] J. Holtzhausen, « *High Voltage Insulators* », in Electrical IDC technologies, [en ligne], disponible sur : <http://www.idc-online.com/control/highvoltage.pdf> (consulté le 11/10/2017).
- [JONCQUEL2005] E. Joncquel, « *Transport d'énergie en courant continu à haute tension* », Techniques de l'ingénieur, Ref. D4761 V1, 2005.
- [JOUCLAR1988] P. Jouclar, « *Postes sous enveloppe métallique (PSEM)* », Techniques de l'ingénieur, Ref. D4590 V1, 1988.
- [JOUCLAR2001] P. Jouclar, « *Postes à Haute et Très Haute Tensions – postes sous enveloppe métallique (PSEM)* », Techniques de l'ingénieur, Ref. D4590, 2001.
- [KACHI2014] M. Kachi, L. Dascalescu, « *Mécanismes d'écoulement des charges à la surface des polymères granulaires* », Mediterranean Journal of Modeling and Simulation, pp 1-7, 2014.
- [KAHOULI2016] A. Kahouli, « *Spectroscopie diélectrique appliquée aux polymères* », Techniques de l'ingénieur, Ref. D2308 V1, 2016.
- [KALAIR2016] A. Kalair, N. Abas, N. Khan, « *Comparative study of HVAC and HVDC transmission systems* », Renewable and Sustainable Energy Reviews, Vol. 59, pp 1653-1675, 2016.
- [KAO2004] K. Kao, « *Dielectric Phenomena in Solids* », San Diego: Elsevier Academic Press, vol. 1, 2004.
- [KIKUCHI2014] S. Kikuchi, S. Mizutani, H. Miyake, Y. Tanaka, « *Effect of Heat Treatment on Space Charge Accumulation in Epoxy Resin under High DC Stress* », Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, pp 808-811, 2014.
- [KINDERSBERGER2008] J. Kindersberger, C. Lederle, « *Surface charge decay on insulators in air and sulfurhexafluorid part i: Simulation* », IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 15, N° 4, pp 941-948, 2008.
- [KIEFFEL2015] Y. Kieffel, F. Biquez, « *SF₆ Alternative Development for High Voltage Switchgears* », IEEE Electrical Insulation Conference, pp 379-383, 2015.
- [KOCH2003] D. Koch, « *Propriétés et utilisations du SF₆ dans les appareils MT et HT* », Cahiers Techniques Schneider Electric, CT N° 188, 2003.
- [KREUGER1990] F.H. Kreuger, « *Partial discharge detection in high voltage equipments* », Butterworth-Heinemann, 1990.
- [KREUGER1993] F.H. Kreuger, E. Gulski, A. Krivda, « *Classification of partial discharges* », IEEE Transaction on Electrical Insulation, Vol. 28, N°6, pp 917-931, 1993.
- [KUFFEL2000] J. Kuffel, E. Kuffel, W. S. Zaengl, « *High Voltage Engineering Fundamentals* », Newnes, 2000.
- [KURNIANTO2007] R. Kurnianto, Y. Murakami, N. Hozumi, M. Nagao, « *Characterization of Tree Growth in Filled Epoxy Resin: The Effect of Filler and Moisture Contents* », IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 14, N° 2, pp 427-435, 2007.

- [LANG1986] S.B. Lang, D.K. Das-Gupta, « *Laser - intensity - modulation method: A technique for determination of spatial distributions of polarization and space charge in polymer electrets* », Journal of Applied Physics, Vol. 56, pp 2151-2160, 1986.
- [LAURENCEAU1977] P. Laurenceau, G. Dreyfus, J. Lewiner, Physical Review Letter 38, 46, 1977.
- [LAURENT1999] C. Laurent, « *Diélectriques solides et charge d'espace* », Techniques de l'ingénieur, traité Génie électrique, Ref. D2305, 1999.
- [LUTZ2009] B. Lutz et J. Kindersberger, « *Influence of absorbed water on volume resistivity of epoxy resin insulators* », 10th IEEE International Conference on Solid Dielectrics (ICSD), pp 1-4, 2010.
- [MAEDA1991] M. Maeda, et al., « *Observation of charge behavior in organic photoconductor using pressure wave propagation method* » Proceedings of the 3rd International Conference on Properties and Applications of Dielectric Materials, IEEE, 1991.
- [MAENO1988] T. Maeno, T. Takada, et al. « *Measurement of spatial charge distribution in thick dielectrics using the pulsed electroacoustic method* » IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. 23, N°3, pp 433-439, 1988.
- [MAGLIONE2010] M. Maglione, R. Decourt, « *Matériaux diélectriques* », Techniques de l'ingénieur, Ref. K722 V1, 2010.
- [MALIK1983] N.H. Malik, A.H. Qureshi, Y.A. Safar, « *DC Voltage Breakdown of SF₆-Air and SF₆-CO₂ Mixtures in Rod-plane Gaps* », IEEE Transactions on Electrical Insulation, vol. E1-18, N°6, pp 629-636, 1983.
- [MARTINEZ2007] J. Martinez-Vega, « *Matériaux diélectriques pour le génie électrique 1 – propriétés, vieillissement et modélisation* », Hermes Science, Lavoisier, Inc, 2007.
- [MARTINEZ2010] J. Martinez-Vega, « *Dielectric Materials for Electrical Engineering* », ISTE Ltd and John Wiley & Sons, Inc, 2010.
- [MATALLANA2001] J. Matallana, « *Etude des propriétés de transport et de charge d'un nouveau matériau à base de polyéthylène pour l'isolation des câbles haute tension à courant continu* », Thèse de doctorat, Montpellier : Université Montpellier 2, 181 pages, 2001.
- [MAZZANTI2016] G. Mazzanti, G. Stomeo, S. Mancini, « *State of the Art in Insulation of Gas Insulated Substations: Main Issues, Achievements, and Trends* », IEEE Electrical Insulation Magazine, vol. 32, N°5, pp 18-31, 2016.
- [MBOUNGOU2006] E. Mbougou, « *Etude des phénomènes liés à la dégradation des matériaux polymères sous champ électrique en présence d'humidité* », Thèse de doctorat, Besançon : Université de Franche-Comté, 178 pages, 2006.
- [MEAH2007] K. Meah, S. Ula, « *Comparative Evaluation of HVDC and HVAC Transmission Systems* », IEEE Power Engineering Society General Meeting, pp 1-5, 2007.
- [MEIJER2006] S. Meijer, J.J. Smiti, A. Girodet, « *Comparison of the Breakdown Strength of N₂, CO₂ and SF₆ using the Extended Up-and-Down Method* », IEEE 8th International Conference on Properties & Applications of Dielectric Materials, pp 653-656, 2006.

- [MENDIK1999] M. Mendik, S.M. Lowder, F. Elliott, « *Long Term Performance Verification of High Voltage DC GIS* », IEEE Transmission and Distribution Conference, Vol. 2, pp 484-488, 1999.
- [MESSERER2000] F. Messerer, W. Boeck, « *Gas Insulated Substation (GIS) for HVDC* », Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, pp 698-702, 2000.
- [MESSERER2002] F. Messerer, M. Finkel, W. Boeck, « *Surface Charge Accumulation on HVDC-GIS-Spacer* », Conference Record of the 2002 IEEE International Symposium on Electrical Insulation, pp 421-425, 2002.
- [MOLINIE2000] P. Molinie, P. Llovera, « *Surface Potential Measurements: Implementation and Interpretation* », Dielectric Materials, Measurements and Applications Conference, Publication No. 473, pp 253-258, 2000.
- [MOTT1940] N.F. Mott, R.W. Gurney, « *Electronic Processes in Ionic Crystals* », Oxford University Press, New York, 1940.
- [NAKANISHI1983] K. Nakanishi, A. Yoshioka, Y. Arahata, Y. Shibuya, « *Surface Charging on Epoxy Spacer at DC Stress in Compressed SF₆ Gas* », IEEE Transactions on Power Apparatus and Systems, Vol. 102, pp 3919-3927, 1983.
- [NITTA1991] T. Nitta, K. Nakanishi, « *Charge Accumulation on Insulating Spacers for HVDC GIS* », IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. 26, N° 3, pp 418-427, 1991.
- [NORAS2013] M.A. Noras, « *Charge Detection Methods for Dielectrics – Overview* », Trek Application Note, Number 3005, 2013.
- [NOTINGHER2009] P. Notingher, S. Agnel, A. Toureille, 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, N° 1, pp 67-74, 2009.
- [OKUBO2011] H. Okubo, A. Beroual, « *Recent trend and future perspectives in electrical insulation techniques in relation to sulfur hexafluoride (SF₆) substitutes for high voltage electric power equipment* », IEEE Electrical Insulation Magazine, vol. 27, N°2, pp 34-42, 2011.
- [OLLIER-DUREAULT1995] V. Ollier-Duréault, « *Vieillessement de surfaces d'isolateurs en résine-anhydride : rôles respectifs des UV et du champ électrique* », Thèse de doctorat, Grenoble : Université Joseph Fourier, 1995.
- [PEYRIN1996] F. Peyrin, L. Garnero, I. Magnin, « *Introduction à l'imagerie tomographique 2D et 3D reposant sur une propagation en ligne droite. Cas de la tomographie par rayon X, par émission et par ultrasons* », Vol. 13, N° 4, 1996.
- [POLYMERIC2017] « *Anhydride cured-epoxy matrices* », Applied Polymeric, [en ligne], disponible sur : <http://www.appliedpolymeric.com/wp-content/uploads/2015/05/API-TECH-NOTE-3-Anhydride-Cured-Epoxy-Matrices.pdf>, (consulté le 20/06/2017).
- [REBOUL2000] J.M. Reboul, A. Cherifi, R. Carin, « *Mesure de charges d'espace dans les films diélectriques par des méthodes thermiques. Etude des performances de nouveaux dispositifs expérimentaux* », Proceedings of SFE 2000, Montpellier, France, pp 51-60, 2000.
- [REBOUL2006] J.M. Reboul, F. Mady, « *Mesures simultanées de charges d'espace et de courants de dépolarisation thermostimulés sur des polymères* », Journal of Electrostatics, Vol. 64, N°7, pp 520-524, 2006.

- [REMADNIA2007] M. Remadnia, M. Nemamcha, L. Herous, « *Etude du Déclin de Potentiel d'une Surface Chargée par une Décharge Electrique de Type Couronne* », 4th International Conference on Computer Integrated Manufacturing CIP'2007, 2007.
- [ROKUNOHE2007] T. Rokunohe, Y. Yagihashi, K. Aoyagi, T. Oomori, F. Endo, « *Development of SF₆-Free 72.5 kV GIS* », IEEE Transactions on Power Delivery, vol. 22, N°3, pp 1869-1879, 2007.
- [ROSS1953] J. Ross Macdonald, « *Theory of AC space charge polarization effects in photoconductors, semiconductors, and electrolytes* », Physical review letters, Vol. 92, N°1, pp 4-17, 1953.
- [SATO1987] S. Sato, W. Zaengl, A. Knecht, « *A Numerical analysis of accumulated surface charge on dc epoxy resin spacer* », IEEE Transactions on Electrical Insulation, pp 333-340, 1987.
- [SCHMIDT1996] G. Schmidt, B. Fiegl, S. Kolbeck, « *HVDC transmission and the environment* », Power Engineering Journal, pp 204-210, 1996.
- [SEGUI2000] Y. Segui, « *Diélectriques – Courants de conduction* », Techniques de l'ingénieur. Doc. D 2301, 2000.
- [TAILLEBOIS2001] J.P. Taillebois, « *Postes à Haute et Très Haute Tensions – postes sous enveloppe métallique (PSEM)* », Techniques de l'ingénieur, Ref. D4590 V2, 2001.
- [TALEB2011] M. Taleb, « *Phénomènes aux interfaces des isolants : mesure et simulation* », Thèse de doctorat. Toulouse : Université Paul Sabatier, Toulouse III, 212 pages, 2011.
- [TANAKA1992] A. Tanaka, M. Maeda, T. Takada, « *Observation of charge behavior in organic photoconductor using pressure-wave propagation method* », IEEE Transactions on Electrical Insulation, Vol. 27, N° 3, pp 440-444, 1992.
- [THIERY2013] C. Thiery, « *Tomographie à rayons X* », Techniques de l'ingénieur, Ref. P950 V3, 2013.
- [TOUREILLE1974] A. Toureille, « *Sur les phénomènes de conduction à champ électrique élevé dans les hauts polymères* », Thèse de doctorat. Université des sciences et techniques du Languedoc, 147 pages, 1974.
- [TOUREILLE1987] A. Toureille, « *Sur une méthode de détermination de la densité de charges d'espace dans le polyéthylène* », Conférence JICABLE 87, pp 89-103, 1987.
- [TOUREILLE1990] A. Toureille, A. Sabir, J.P. Reboul, J. Berdala, P. Merle, « *Determination of space charge densities in a high voltage thick insulated cable using the thermal step technique* », Revue de Physique Appliquée, Vol. 25, N°4, pp 405-408, 1990.
- [TOUREILLE1991] A. Toureille, « *Détermination des charges d'espace dans les isolants solides par la méthode de l'onde thermique* », Revue Générale de l'Électricité, N° 8/91, pp 15-20, 1991.
- [TOUREILLE2009] A. Toureille, « *Mesures électriques des matériaux diélectriques solides* », Techniques de l'ingénieur. Ref. R1115 V3, 2009.
- [VELLA1996] N. Vella, « *Etude de la nature et de l'origine des charges d'espace, dans les polymères soumis à de forts champs électriques* », Thèse de doctorat, Toulouse : INP Toulouse, 113 pages, 1996.
- [VOLPOV2004] E. Volpov, « *Dielectric Strength Coordination and Generalized Spacer Design Rules for HVAC/DC SF₆ Gas Insulated Systems* », IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, vol. 11, N° 6, pp 949–963, 2004.

[VU2011] A.T. Vu Thi, « *Propriétés diélectriques de matériaux isolants sous contraintes impulsionnelles répétitives. Application aux modules de commutation en électronique de puissance* », Thèse de doctorat, Grenoble : Université de Grenoble, 164 pages, 2011.

[WG2009] Work Group B3.17, « *GIS state of the art 2008* », CIGRÉ, technical procedure, Vol. 381, juin 2009 (ISBN 978-2-85873-068-1).

[WIKIPEDIA2017] « *Courant continu haute tension* », [en ligne], disponible sur : https://fr.wikipedia.org/wiki/Courant_continu_haute_tension , (consulté le 18/07/2017).

[WILS2011] P. Wils, « *Tomographie par rayons X : correction des artefacts liés à la chaîne d'acquisition* », Thèse de doctorat, Lyon : INSA de Lyon, 124 pages, 2011.

[XU2007] Z. Xu, W. Choo, G. Chen, « *DC electric field distribution in planar dielectric in the presence of space charge* », IEEE International Conference on Solid Dielectrics, pp 514-517, 2007.

[YAHYAOU2015] H. Yahyaoui, « *Matériaux isolants pour appareillages haute tension dans le domaine du courant continu – Comportement et vieillissement* », Thèse de doctorat, Montpellier : Université de Montpellier, 195 pages, 2015.

[ZAVATTONI2014] L. Zavattoni, « *Conduction phenomena through gas and insulating solids in HVDC Gas Insulated Substations, and consequences on electric field distribution*», Thèse de doctorat, Grenoble : Université de Grenoble, 171 pages, 2014.

[ZHANG2012] T. Zhang, « *Imagerie multi-résolution par tomographie aux rayons X : application à la tomographie locale en science des matériaux* », Thèse de doctorat, Grenoble : Université de Grenoble, 148 pages, 2012.

Productions scientifiques

Conférences internationales

Communications par poster :

P.S. Mbolo Noah, L. Zavattoni, S. Agnel, P. Notingher, J.C. Laurentie, A. Girodet and P. Vinson, « *Development of a space charge measurement method applied to HVDC GIS spacers* », Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP), 2016, pp. 295–298.

Communications orales :

P.S. Mbolo Noah, L. Zavattoni, S. Agnel, P. Notingher jr, J.C. Laurentie, A. Girodet and P. Vinson, « *Influence of thermal treatment on space charge in alumina-filled epoxy resin for HVDC GIS* », 13th International Electrical Insulation Conference (INSUCON), 2017, pp 1-6.

P.S. Mbolo Noah, L. Zavattoni, S. Agnel, P. Notingher, J.C. Laurentie, O. Guille, A. Girodet and P. Vinson, « *Measurement of Space Charge Distribution in Alumina-filled Epoxy Resin for Application in HVDC GIS* », Proceedings of Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP), 2017, pp. 613–616.

Résumé

En permettant la transmission de fortes puissances sur de grandes distances, les réseaux en haute tension à courant continu (HTCC) représentent l'avenir du transport de l'énergie électrique. Des équipements tels que les postes sous enveloppe métallique (PSEM) seront indispensables dans ces réseaux pour répartir le flux d'énergie, interrompre ou isoler certaines branches. Leur conception nécessite la prise en compte de phénomènes spécifiques liés à l'application de champs électriques continus, comme la dépendance de la résistivité des isolants solides avec le champ et la température, mais également l'accumulation de la charge d'espace qui contribue à augmenter sensiblement les risques de claquage. Dans le composite étudié (résine époxyde chargée d'alumine), ce phénomène commence à se manifester dès que les valeurs de champ excèdent quelques kV/mm, correspondant à l'ordre de grandeur des contraintes envisagées dans les futurs PSEM HTCC.

Bien que des techniques existent pour déterminer la répartition de ces charges dans les isolants solides, aucune n'est à ce jour directement applicable aux structures isolantes installées dans les PSEM HTCC.

L'objectif de ce travail est ainsi de concevoir et de mettre en place une technique de mesure des charges d'espace et du champ électrique interne qui soit à résolution spatiale, non destructive et adaptée à une géométrie d'isolateur cylindrique, de type support isolant de jeu de barres.

En utilisant le dispositif expérimental mis en place, le comportement du composite vis-à-vis de la charge d'espace est par la suite étudié, notamment en fonction de différentes contraintes électrothermiques représentatives du fonctionnement des PSEM. Le but final est d'aider à l'optimisation de la conception de ce type d'isolateur, en se basant sur l'analyse des résultats issus de mesures de charges d'espace.

Mots-clés : résine époxyde, charge d'espace, isolateur, poste électrique, haute tension à courant continu, méthode de l'onde thermique (MOT).

Abstract

The trend today is to develop high voltage direct current (HVDC) technology for the future electric networks, as HVDC offers substantial advantages for long distance power transmission. The development of HVDC networks leads to an increasing need of gas insulated substations (GIS). A problem to be dealt with when an insulator is subjected to a high DC stress and temperature gradients is the variation of the material's resistivity and the accumulation of space charges, which provoke field distortions and can affect the dielectric strength. In alumina-filled epoxy resin, used as insulating material for GIS spacer, the influence of space charge starts to come out as soon as the electric stress exceeds several kV/mm, corresponding to values envisaged for the future HVDC GIS.

Despite that several non-destructive methods exist to determine the space charge distribution in solid insulators, none of them are directly applicable to insulation structures installed in the HVDC GIS.

The main objective of this work is therefore to design and set up a measurement technique for observing the internal electric field and the accumulated charges. The developed method is non-destructive and adapted for a cylindrical geometry of an insulator used as a busbar insulation support.

By using the experimental bench set up, the behavior of the composite material regarding space charge is studied, in particular according to several thermoelectric constraints. The final aim is to contribute to the optimization of the design of this type of insulator by employing the results of space charge measurements.

Keywords: Epoxy resin, space charge, GIS spacer, gas insulated substation, high voltage direct current, thermal step method (TSM).
