Charges électriques dans les matériaux, composants et systèmes pour les grands réseaux d'énergie

Jérôme Castellon

▶ **To cite this version:**

Jérôme Castellon. Charges électriques dans les matériaux, composants et systèmes pour les grands réseaux d'énergie. Energie électrique. Université de Montpellier 2, 2013. tel-02063566

HAL Id: tel-02063566
https://hal.science/tel-02063566

Submitted on 11 Mar 2019

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.

ACADEMIE DE MONTPELLIER

UNIVERSITE MONTPELLIER II

- SCIENCES ET TECHNIQUES DU LANGUEDOC -

Habilitation à Diriger des Recherches

Charges électriques dans les matériaux, composants et systèmes pour les grands réseaux d'énergie

Jérôme CASTELLON

Maître de Conférences – 63ème section

Soutenue le 20/06/2013

A. BEROUAL	**Professeur, École Centrale de Lyon**	**Rapporteur**
O. LESAINT	**Directeur de Recherches CNRS, Grenoble**	**Rapporteur**
J. MARTINEZ-VEGA	**Professeur, Université de Toulouse**	**Rapporteur**
F. HENN	**Professeur, Université Montpellier 2**	**Président**
T. PAILLAT	**Maître de Conférences HDR, Université de Poitiers**	**Examinateur**
S. AGNEL	**Professeur, Université Montpellier 2**	**Examinateur**
A. TOUREILLE	**Professeur émérite**	**Invité**

TABLE DES MATIÈRES

1ÈRE PARTIE : CURRICULUM VITAE, TITRES ET TRAVAUX

1. CURRICULUM VITAE……... 5
1.1. SITUATION PERSONNELLE …… 5
1.2. SITUATION PROFESSIONNELLE ……..…….. 5
1.3. THÈMES DE RECHERCHE ACTUELS ……..…….. 5
1.4. DIPLÔMES ET TITRES UNIVERSITAIRES ……..…….. 6

2. ACTIVITÉS PÉDAGOGIQUES…… 7
2.1. INTRODUCTION…… 7
2.2. ENSEIGNEMENTS……... 8
2.3. IMPLICATIONS PÉDAGOGIQUES…….. 11

3. ACTIVITÉS DE RECHERCHE…… 12
3.1. INTRODUCTION…… 12
3.2. PÉRIODE 1994 À 1997 : DOCTORANT……..... 15
3.3. PÉRIODE 1997 À 2005 : CHERCHEUR POST-DOCTORANT ET ATTACHÉ TEMPORAIRE À L'ENSEIGNEMENT ET LA RECHERCHE (ATER) ……... 17
3.4. PÉRIODE SEPTEMBRE 2005 À 2012 : MAÎTRE DE CONFÉRENCES À L'UM2 (MONTPELLIER) ……..……. 23
3.5. ENCADREMENTS SCIENTIFIQUES DE CHERCHEURS…… 33

4. RELATIONS AVEC LE MONDE INDUSTRIEL……... 41

5. COLLABORATIONS ET ACTIVITÉS INTERNATIONALES……..... 45
5.1. INTRODUCTION…… 45
5.2. PROJETS EUROPÉENS……..... 46
5.3. PROJET VAMAS…….. 47
5.4. PROJET CMCU…… 48
5.5. PROJET DE SCIENCES OTAN ……..... 48
5.6. PROJET DE RECHERCHE ECO-NET……... 48

6. ACTIVITÉS DIVERSES……... 49
6.1. ACTIVITÉ D'ANIMATION……... 49
6.2. ORGANISATION DE CONFÉRENCES……..... 49
6.3. ACTIVITÉS EXERCÉES DANS DES CONSEILS, COMITÉS ET REVUES SCIENTIFIQUES……..……..... 51
6.4. DISTINCTIONS / PRIX DIVERS……..... 52

7. PUBLICATIONS…… 52
7.1. THÈSE DE DOCTORAT……..... 52
7.2. CONTRIBUTION À DES OUVRAGES ET BROCHURES TECHNIQUES…..... 52
7.3. ARTICLES DE REVUES INTERNATIONALES AVEC COMITÉ DE LECTURE ……..... 53
7.4. ARTICLES DE REVUES NATIONALES AVEC COMITÉ DE LECTURE…….. 56
7.5. COMMUNICATIONS DANS DES CONFÉRENCES INTERNATIONALES AVEC PUBLICATION DES ACTES……..... 57

7.6. Communications Dans des Conférences Nationales avec Publication des Actes……... 67
7.7. Conférences invitées et Communications dans des manifestations internationales sans publication d'actes……..… 69
7.8. Brevet d'invention national……..... 70

2ème Partie : Présentation des thèmes et résultats de recherche

1. Introduction ……... 72

2. Développement d'une technique non destructive de mesure du champ électrique réel dans l'isolation d'un câble de transport d'énergie et présentation des principaux résultats obtenus ……. 73
2.1. Introduction…… 73
2.2. Présentation des techniques de mesures de charges d'espace et de champ électrique interne …… 74
2.3. Principe de la Méthode de l'Onde Thermique (MOT) en conditions de court-circuit ……. 76
2.4. Évolution de la MOT – Mesures sous champ electrique appliqué continu …… 82
2.5. Traitement mathématique d'un signal MOT ……..…… 84
2.6. Transfert de technologie vers l'industrie et principaux résultats associés …… 90
2.7. Résultats de mesures de charges d'espace sur câble HT à courant Alternatif ……... 92
2.8. Mesures de champ électrique sur câbles HT à courant ……... 100
2.9. Conclusion …… 120
2.10. Perspectives …… 121

3. Caractérisation et développement de matériaux nanodiélectriques innovants destinés à l'isolation des grands systèmes du génie électrique du futur…….. 123
3.1. Introduction…… 123
3.2. Matériaux polymères nanocomposites pour l'isolation des câbles du futur ……..……..…….. 125
3.3. Analyse des propriétés diélectriques des matériaux polymères nanodiélectriques pour les isolations des alternateurs de puissance du futur.……..... 132

4. Conclusion générale et Perspectives …….. 156
4.1. Conclusion …… 156
4.2. Perspectives …….. 157

5. Bibliographie …….. 160

3ème Partie : Annexes

1ÈRE PARTIE

CURRICULUM VITAE – TITRES ET TRAVAUX

1. CURRICULUM VITAE

1.1. SITUATION PERSONNELLE

Nom patronymique :	CASTELLON
Prénom :	Jérôme
Date et lieu de naissance :	30 octobre 1970 à Lodève (34)
Nationalité :	Française
Situation de famille :	Divorcé, 2 enfants
Adresse personnelle :	30 rue Lamartine, 34110 Mireval
N° de téléphone :	04 67 74 80 71

1.2. SITUATION PROFESSIONNELLE

• Enseignant à l'Université Montpellier 2, Faculté des sciences, département Électronique, Électrotechnique, Automatique (EEA) (titulaire, classe normale, 6ème échelon), 63ème section CNU

• Chercheur à l'Institut d'Électronique du Sud (IES) au sein du Groupe Énergie et Matériaux (GEM)

N° de téléphone :	04 67 14 34 85
Fax :	04 67 04 21 30
E-mail :	jerome.castellon@ies.univ-montp2.fr

1.3. THÈMES DE RECHERCHE ACTUELS

• Développement, conception et mise au point de techniques non destructives pour la localisation et la quantification des charges d'espace dans les isolants solides;

• Études générales sur les propriétés diélectriques des matériaux isolants solides (polymères, oxydes, composites et nanocomposites) pour l'optimisation des performances des grands systèmes isolés (câbles de transport de l'énergie, barres de stator d'alternateur, disjoncteur…;

1.4. DIPLÔMES ET TITRES UNIVERSITAIRES

1.4.1. FORMATION INITIALE

• **1991** D.U.T. en Génie Électrique et Informatique Industrielle, Option Électronique à l'IUT de Montpellier

• **1992** Licence Ingénierie Électrique (IE) à l'Université Montpellier 2, mention Assez Bien

• **1993** Maîtrise Électronique - Électrotechnique - Automatique (EEA) à l'Université Montpellier 2, mention Assez Bien

1.4.2. FORMATION À LA RECHERCHE

• **1994** **Diplôme d'Études Approfondies** (D.E.A.) d'Électronique - Université Montpellier 2

• **Sujet du stage** (réalisé au sein de l'équipe Matériaux Isolants et Composites Semi-conducteurs pour l'Électrotechnique du Laboratoire d'Électrotechnique de Montpellier) **:** Mesures de la densité de charges d'espace dans l'isolant des barres de stators de machines par la méthode de l'onde thermique

• **1997** **Thèse de Doctorat** de l'Université Montpellier 2, Laboratoire d'Électrotechnique de Montpellier (LEM)

Spécialité : Électronique, Optronique et Systèmes, soutenue le 26 novembre 1997

Sujet : Optimisation et caractérisation des matériaux composites utilisés pour l'isolation des bobines de stators de machines électriques et le raccordement de composants haute tension

Mention : Très Honorable avec Félicitations orales du Jury composé de :

J.P. REBOUL Professeur, Université Montpellier 2 (Président)

T.G. HOANG Directeur de Recherche, Université Paul Sabatier Toulouse 3 (Rapporteur)

G. TOUCHARD Professeur, Université de Poitiers (Rapporteur)

A. ANTON Ingénieur R&D, GEC-ALSTHOM MS, Meyzieux (Examinateur)

J.L. BESSEDE Ingénieur R&D, GEC-ALSTHOM DTH, Villeurbanne (Examinateur)

J.L. STEINLE Ingénieur R&D, GEC-ALSTHOM GTA, Belfort (Examinateur)

A. TOUREILLE Professeur, Université Montpellier 2 (Directeur de Thèse)

Résumé :

Aujourd'hui, le critère charge d'espace est considéré comme essentiel pour la caractérisation des isolants électriques. Pour ce faire, nous avons utilisé la Méthode de l'Onde Thermique (M.O.T.) qui permet d'obtenir la distribution du champ électrique et des charges d'espace dans les composants isolants à géométrie diverse. Cette méthode est très sensible, reproductible et non destructive pour les charges. Afin de compléter la caractérisation, nous couplons la M.O.T. avec la Méthode des Courants de Dépolarisation ThermoStimulés (C.D.T.S.) qui nous informe sur les différents phénomènes de dépiégeage des charges.

Nous avons étudié les isolations des barres de stators des grosses machines électriques. Nous donnons des résultats sur deux matériaux isolants composites sous forme de plaques constituées de tissus de verre, de papier de mica et de résine époxyde, conditionnés sous contraintes électriques continues et alternatives.

Nous avons pu appliquer alors, la méthode directement sur des barres réelles de stator et corréler les phénomènes de vieillissements (électriques et thermiques) avec le critère charge d'espace. En effet, ces mesures nous ont permis de détecter et situer le début du vieillissement électrique des barreaux par rapport à leur durée de vie. Les résultats confirment l'applicabilité de la M.O.T. in-situ.

Nous avons élargi la gamme des matériaux testés par notre technique en l'appliquant sur d'autres matériaux composites utilisés dans les disjoncteurs H.T. tels que des systèmes à base de résine époxyde et des PTFE renforcés par des charges minérales. Les résultats ont montré l'importance du processus de fabrication des isolants sur l'apparition des charges d'espace et l'influence de la charge minérale.

Dans l'avenir, le critère charge d'espace devrait devenir un indicateur de qualité des matériaux électriques pouvant conduire à la détermination de leur durée de vie.

2. ACTIVITÉS PÉDAGOGIQUES

2.1. INTRODUCTION

Durant la période 1994-1997, en tant que doctorant, puis 1997-2004, en tant que chercheur ADER L.R., j'ai effectué de nombreux **enseignements vacataires** (Cours Magistraux, Travaux Dirigés et Travaux Pratiques) essentiellement en électronique, électrotechnique, électronique de puissance au sein des départements EEA (UFR), Sciences Physiques (UFR), Génie Mécanique (UFR), ISIM MEA et IUT GEII de l'Université Montpellier 2 (UM2).

Suite à la demande auprès de notre laboratoire d'un enseignant "EEA" par La Compagnie de Formation de Montpellier (LCF), j'ai pu assurer des cours d' A.T.S. (Analyse et Technologie des Systèmes) à travers un **contrat de travail de Formateur en électrotechnique, automatique, maintenance et hydraulique/pneumatique à temps partiel, en CDD** dans un premier temps, puis en **CDI** de 1995 à 1998, en BTS section HPE (Hygiène Propreté Environnement). Cet enseignement m'a été très bénéfique car j'ai mis en place des cours d'Electrotechnique, d'Automatique, de Maintenance et d'Hydraulique - Pneumatique : l'objectif était de développer chez les étudiants leur esprit d'analyse et de compréhension des systèmes industriels,

constitués de ces différents secteurs d'activité, en leur donnant les bases scientifiques et techniques correspondantes.

J'ai été nommé, en septembre 2005, Maître de Conférences à l'Université Montpellier 2 à l'issue d'une année, entre 2004 et 2005, d'Attaché Temporaire à l'Enseignement et la Recherche à temps complet pour renforcer l'équipe d'enseignants en génie électrique et assurer des enseignements essentiellement axés sur l'électrotechnique, l'électronique de puissance et la fiabilité des systèmes au sein de la Faculté des Sciences de l'Université de Montpellier 2.

J'ai acquis une expérience professionnelle précieuse durant les années passées au LEM (sujets de recherche étroitement liés aux problématiques de fiabilité des matériaux et systèmes développés, conçus et utilisés dans l'industrie du génie électrique). Cette expérience me permet, depuis 2002, d'assurer des cours de Méthodes de l'industrie et de fiabilité des systèmes en IUP GEII (Génie Electrique et Informatique Industrielle jusqu'en) et en DESS (Fiabilité En Génie Electrique "FEGE" et Optronique et Hyperfréquences "OH"). Ces enseignements se perpétuent encore aujourd'hui au sein du Master EEA spécialité Energie et Fiabilité.

Les détails des enseignements dispensés sont présentés ci-après au paragraphe 2.2.

2.2. ENSEIGNEMENTS

2.2.1. PÉRIODE 1994-1997 - DOCTORANT UM2

Matière	*Formation*	*Cours/TD/TP*	*Volume*	*Années*
Electronique	*IUT GEII (UM2) - 1ère année*	*TP*	*72 h*	*94/96*
Electrotechnique – Electronique de puissance	*IUT GEII (UM2) - 1ère année*	*TD* *TP*	*32 h* *81 h*	*96/97* *94/96*
	ISIM MEA (UM2) - 1ère année	*TP*	*54 h*	*94/96*
	Licence IE (UM2)	*TD* *TP*	*48 h* *24 h*	*96/97* *95/96*
	IUP Génie Mécanique (UM2) – 2ème année	*TD*	*25 h*	*96/97*
Electrotechnique	*BTS Hygiène-Propreté-Environnement (La Compagnie de Formation Montpellier)*	*CM/TD*	*180 h*	*95/97*
Automatique		*CM/TD*	*80 h*	*95/97*
Maintenance		*CM/TD*	*120 h*	*95/97*

Hydraulique/Pneumatique	*1ère et 2ème année*	*CM/TD*	*80 h*	*95/97*

2.2.2. Période 1997-2004 – Enseignant vacataire UM2 (chercheur post-doctorant ADER)

Matière	*Formation*	*Cours/TD/TP*	*Volume*	*Années*
Fiabilité des systèmes	*DESS FEGE et OH (UM2)*	*CM*	*98 h*	*02/04*
Méthodes de l'Industrie - Fiabilité	*IUP GEII (UM2) – 2ème et 3ème année*	*CM*	*10 h*	*03/04*
Electrotechnique – Electronique de puissance	*ISIM MEA (UM2) - 1ère année*	*CM* *TD* *TP*	*32 h* *80 h* *99 h*	*02/03* *98/03* *98/03*
	Licence IE (UM2)	*TD*	*150 h*	*97/01*
	Licence Science Physique (UM2)	*TD* *TP*	*29 h* *75 h*	*00/02* *97/02*
Electrotechnique – Electronique de puissance	*IUT GEII (UM2) - 1ère année*	*TD*	*18 h*	*93/96*
Electrotechnique	*BTS Hygiène-Propreté-Environnement (La Compagnie de Formation de Montpellier) 1ère et 2ème année*	*CM/TD*	*45 h*	*97/98*
Automatique		*CM/TD*	*20 h*	*97/98*
Maintenance		*CM/TD*	*120 h*	*97/98*
Hydraulique/Pneumatique		*CM/TD*	*80 h*	*97/98*

2.2.3. Période 2004-2005 – Attaché Temporaire d'Enseignement et de Recherche UM2 (ATER)

Matière	*Formation*	*Cours/TD/TP*	*Volume*	*Années*
Fiabilité des systèmes	*DESS FEGE (UM2)*	*CM*	*25 h*	*04/05*
Méthodes de l'Industrie - Fiabilité	*IUP GEII (UM2) – 2ème année*	*CM* *TD*	*30 h* *40 h*	*04/05* *04/05*
Physique appliquée	*DEUG STPI (UM2) - 2ère année*	*TD* *TP*	*11 h* *15 h*	*04/05* *04/05*

Courant alternatif - Energie	*Licence STPI EEA (UM2) – 1ère année*	*TD*	*7 h*	*04/05*
Conversion Energie Electrique	*IUP GEII (UM2) – 2ème année*	*TD*	*28 h*	*04/05*

2.2.4. Période 2005-2013 – Maître de Conférences UM2

Matière	*Formation*	*Cours/TD/TP*	*Volume*	*Années*
Fiabilité des systèmes	*M2 E&F (UM2)*	*CM* *TP*	*169 h* *12 h*	*05/13* *12/13*
Méthodes de l'Industrie – Fiabilité en aéronautique	*IUP GEII (UM2) – 2ème et 3ème année*	*CM* *TD*	*76 h* *26 h*	*05/07*
Energie - Electrotechnique - Electronique de puissance	*Licence STPI EEA (UM2) – 2ème année*	*CM* *TD* *TP*	*23 h* *32 h* *60 h*	*06/11* *06/11* *06/11*
	Licence IE (UM2) – 3ème année	*TP*	*30 h*	*05/06*
	Licence Science Physique (UM2) – 3ème année	*CM* *TD* *TP*	*40 h* *41 h* *75 h*	*06/11* *06/11* *06/11*
	Licence Mécanique STM (UM2) 2ème année	*CM* *TD* *TP*	*24h* *24h* *15h*	*11/13* *11/13* *11/12*
Conversion Energie Electrique	*Licence STPI EEA (UM2) – 3ème année*	*TD* *TP*	*105 h* *144 h*	*05/11* *05/11*
Courant alternatif - Energie	*Licence STPI EEA (UM2) – 1ère année*	*CM* *TD*	*40 h* *60 h*	*05/11* *05/11*
Electronique – analyse de circuits	*Licence STPI EEA (UM2) – 2ème année*	*TD*	*68 h*	*07/11*
Outils informatiques	*Licence STPI EEA (UM2) – 2ème année*	*TP*	*81 h*	*08/10*

Logique – énergie électrique	*Licence GEEA (UM2) – 1ère année*	*CM/TD*	*100 h*	*11/13*
Puissances - énergie	*Licence GEEA (UM2) – 2ème année*	*CM* *TD*	*24 h* *14 h*	*11/13* *11/13*

2.3. IMPLICATIONS PÉDAGOGIQUES

J'ai bien entendu assuré les fonctions « naturelles » liées à mon statut de Maître de Conférences, telles que la mise en place et la gestion des enseignements qui m'ont été confiés. J'ai, de ce fait, eu l'opportunité d'être responsable de nombreuses unités d'enseignements (UE).

En tant qu'intervenant dans les formations professionnelles (IUP, DESS, Licences Professionnelles et Masters professionnels), j'ai activement participé à la recherche de stages en usant de mes nombreuses relations avec le monde industriel. J'ai également fortement œuvré dans la proposition de sujets de stages et de projets adaptés aux besoins des industriels et dans le recrutement des candidats.

Ce lien étroit entre la formation et le monde industriel se perpétue encore aujourd'hui à travers mes enseignements et mes encadrements ou co-encadrements de stages et de projets dispensés au sein du master Énergie et Fiabilité porté par le département EEA de l'UM2 et des licences professionnelles électricité et électronique spécialités Maîtrise et Intégration des Énergies (MIE), Chargé d'affaires en ingénierie électrique et électronique (CAIE) et Chargé de Maintenance Industrielle (OSSI), portées par l'IUT de Montpellier.

Je participe donc régulièrement aux soutenances de stages et de projets mais également aux jurys d'attribution des diplômes des étudiants de ces formations.

Après 4 années (de 2006 à 2010) en tant que responsable de la 2ème année de la licence STPI EEA, j'ai été nommé en 2010 Directeur des études pour la mention Licence EEA et j'ai fortement œuvré dans l'établissement de l'offre de formation du LMD3.

En tant que responsable d'année, ma mission a été :

- de définir avec l'équipe de Direction de la Licence et les responsables de parcours et d'UE des propositions d'organisation de l'année et du semestre qui seront présentées au Conseil de la Formation ;
- d'être le référent officiel pour toute aide ou contact aux étudiants inscrits dans l'année ou le semestre correspondant ;
- d'émettre des avis préalables sur les dossiers étudiants, en lien avec les responsables de parcours et d'UE ;

- d'aider les responsables de parcours et les responsables d'UE dans la gestion des parcours et des UE de l'année ou du semestre ;

Une fois Directeur des études, j'ai œuvré dans :

- la mise en place des nouvelles offres de formation LMD3 et LMD4 ;
- la préparation et la gestion budgétaire annuelle de la mention ;
- la préparation et la gestion des dossiers de toute nature de la mention ;
- la préparation, l'animation et le suivi de décision du Conseil de la formation ;
- l'animation et la gestion du Bureau de la Licence ;
- la représentation de l'équipe de formation au sein des instances et auprès des responsables politiques et administratifs de la Faculté des Sciences et de l'Université Montpellier 2 ;
- la présidence des jurys de Licence ;
- la préparation, l'animation du Conseil de perfectionnement de la mention L EEA ;

De par mon intérêt envers la qualité de notre formation, j'assure depuis 2006 la responsabilité des évaluations des enseignements en 2ème et 3ème année de Licence EEA.

Mon investissement dans notre composante « la Faculté des sciences », m'a amené à être élu au Conseil de la Faculté des sciences pour la période 2010 à 2014.

J'assure régulièrement la présidence des jurys de baccalauréats, cela me permet notamment d'avoir une vue sur les étudiants que nous recrutons post-baccalauréat.

3. ACTIVITÉS DE RECHERCHE

3.1. INTRODUCTION

3.1.1. CONTEXTE GÉNÉRAL

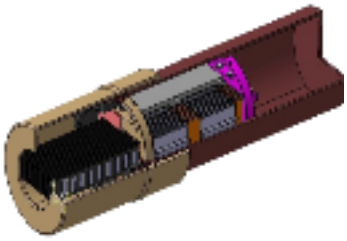
De 1994 à 2007, mes activités de recherche ont été réalisées au sein de l'équipe « Structures et Matériaux Isolants pour le Génie Électrique » du Laboratoire d'Electrotechnique de Montpellier (LEM) dirigé par le Professeur Christian GLAIZE (jusqu'en 2003) puis par le Professeur François FOREST (de 2003 à 2007).

En 2007, les trois laboratoires montpelliérains dont les activités concernaient essentiellement l'électronique et le génie électrique (le CEM2, le LAIN et le LEM) ont fusionné et donné naissance à l'Institut d'Electronique du Sud (IES, UMR5214) dirigé successivement par Daniel GASQUET jusqu'en 2010 et Alain FOUCARAN depuis 2011.

J'effectue donc, depuis sa création en 2007, mes recherches au sein du Groupe Energie et Materiaux (GEM) de l'IES sous les directions successives du Pr. François FOREST jusqu'en 2008 et du Pr. Serge AGNEL depuis 2009. Les activités de recherche du GEM se développent toujours dans le domaine de la fiabilité des matériaux, des composants et systèmes liés au transport et au traitement de l'énergie électrique et s'organisent selon deux axes historiques qui sont, d'une part, l'étude des isolants électriques, avec une forte compétence relative aux câbles de transport de l'énergie, d'autre part l'étude de chaînes d'énergie incluant des actionneurs électriques, des convertisseurs de l'électronique de puissance et les ensembles de contrôle-commande associés.

Câble de transport de l'énergie

Module de conversion d'énergie



Actionneur électrique linéaire

Mes activités de recherche trouvent leur place, essentiellement, dans la fiabilité des isolants électriques solides pour systèmes haute tension soumis à de fortes contraintes et notamment l'influence de celles-ci sur le comportement, le vieillissement et la durée de vie du matériau, du composant ou du système. Les techniques d'études développées permettent, sur le plan fondamental, de mieux comprendre l'origine et l'influence des charges d'espace et ainsi d'établir le lien avec les phénomènes de dégradation des matériaux pouvant conduire à la rupture diélectrique. La mesure de ces charges d'espace est rendue possible grâce à la Méthode de l'Onde Thermique (MOT) inventée, développée et mise au point par notre équipe. Sur le plan pratique, les relations avec les divers industriels contribuent au choix des matériaux les mieux adaptés, à leur dimensionnement, au contrôle des procédés de fabrication et au suivi du vieillissement des systèmes du Génie Electrique.

L'amélioration de la fiabilité des isolants dans les divers composants et systèmes du génie électrique passe par la compréhension des phénomènes de rupture diélectrique en relation avec les phénomènes de vieillissement. Les techniques d'études développées au GEM permettent, sur le plan fondamental, de mieux comprendre l'origine des charges d'espace et ainsi d'établir le lien qualitatif et quantitatif avec la rupture diélectrique.

Au fil du temps, l'axe historique « Isolants pour systèmes haute tension » de l'équipe « Structures et matériaux isolants », sera poursuivi à travers différentes études en relation avec les industriels du génie électrique : pour les études sur matériaux et dispositifs dans le cadre du développement des systèmes HVDC (High Voltage Direct Current) ou bien encore dans le cadre des isolants pour alternateurs de forte puissance.

L'émergence des nanotechnologies dans le domaine des isolants pour l'ingénierie électrique impose la recherche et le développement de matériaux avancés. Ces matériaux appelés « nanodiélectriques » nécessitent une caractérisation diélectrique exhaustive en fonction des propriétés des nanoparticules et des matrices polymères utilisées dans la mise en oeuvre du polymère nanocomposite. Nous pouvons dès lors considérer qu'un nouvel axe est né : les études sur isolants « nanodiélectriques » du futur pour les grands systèmes.

3.1.2. ACTIVITÉS DE L'EQUIPE

L'origine des thèmes de recherche menés actuellement par l'équipe remonte à une vingtaine d'années. Il s'agissait, à l'époque, de thèmes spécifiques de l'ancien Laboratoire d'Électricité concernant l'étude des propriétés électriques des matériaux isolants et notamment des polymères, dont l'usage était déjà très répandu en électrotechnique (polyéthylène basse densité, polyéthylène haute densité, polyéthylène réticulé chimiquement, polypropylène, polyester, etc.).

Le rôle important des phénomènes de charges d'espace dans la tenue et le comportement électrique des polymères avait déjà été pressenti par les plus anciens de l'équipe : non linéarités et oscillations de courants avant claquage (Alain TOUREILLE, thèse d'État, 1974), répartition non uniforme des gradients de tension à l'intérieur des matériaux (Jean Pierre REBOUL, thèse d'État, 1973).

Par la suite, deux thèmes ont été plus particulièrement développés :

- l'étude des propriétés électriques des matériaux hétérogènes et des composites (pertes diélectriques associées à des changements de phase et à des mesures d'humidité, phénomènes de conduction non linéaires, percolation). Ce thème a débouché successivement sur plusieurs applications (matériaux antistatiques, écrans anti-corona des câbles, matériaux d'électrode);

- l'étude des phénomènes de charge d'espace dans les polymères en utilisant les méthodes de courants thermostimulés et des techniques nouvelles. Cette dernière étude a été ainsi à l'origine d'une nouvelle méthode de mesure, développée par Alain TOUREILLE à partir de 1986, qui est basée sur un échauffement ou un refroidissement non uniforme des éprouvettes. Cette méthode permet d'obtenir la distribution des charges d'espace à partir des courants transitoires que provoque le passage du front thermique dans le matériau isolant.

Aujourd'hui, l'équipe « Structures et Matériaux Isolants pour le Génie Électrique » effectue ses recherches sur la fiabilité des composants et structures, ainsi que sur les matériaux isolants solides pour le Génie Électrique. Ses travaux concernent plus particulièrement les matériaux polymères et les oxydes diélectriques. Les études portent sur les phénomènes de vieillissement des structures d'isolation (câbles de transport de l'énergie, barres d'alternateurs, condensateurs, structures MOS pour la microélectronique et l'électronique de puissance,...) en relation avec la nature des matériaux et des associations de matériaux (interfaces).

Les principaux thèmes de recherche portent ainsi sur les matériaux soumis à de forts gradients électriques continus ou alternatifs :

- étude des phénomènes de piégeage et d'évolution des charges dans les isolants (détermination des quantités des charges d'espace et de champs électriques résiduels) ;
- influence des interfaces et matériaux d'électrode sur le vieillissement des isolants et des composants ;
- caractérisation des matériaux ou structures isolantes par mesure de conductivité électrique en régime continu, détermination de la permittivité et des pertes diélectriques, tests de rigidité diélectrique (champ électrique de claquage), mesure des distributions locales de potentiel et des champs électriques et mesure de la conductivité thermique;
- les polymères composites, nano-composites et conducteurs intrinsèques (non linéarités courant – tension, réalisation d'électrodes non injectantes, phénomènes de percolation, piézo-conductivité, thermo conductivité, …).

Les domaines d'application de ces études concernent :

- les câbles de transport de l'énergie à isolation synthétique extrudée (moyenne, haute et très haute tension) ;
- l'isolation en général (composants de puissance, structures, machines électriques,...) ;
- les capacités et structures MOS pour la microélectronique (détermination des valeurs de champs électriques dans les oxydes de passivation et localisation des charges électriques) ;
- les cartes imprimées et la câblerie embarquée dans le domaine de l'aviation ;
- les structures isolantes embarquées dans les satellites ;
- les matériaux isolants « nanodiélectriques » du futur.

3.2. Période 1994 à 1997 : Doctorant

J'ai débuté mes activités de recherche en 1994 lors de mon stage de D.E.A. Electronique au sein de l'équipe "Structures et matériaux isolants pour le Génie Electrique" du Laboratoire d'Electrotechnique de Montpellier (LEM) à l'Université Montpellier II, dirigée par le Professeur Alain Toureille. Au cours de ce stage, j'avais pour mission de démontrer la faisabilité d'une technique de mesure de charge d'espace dans l'isolant des stators de machines électriques : la Méthode de l'Onde Thermique (MOT).

Cette première étude concluante a initié mon travail de thèse de doctorat intitulée "Application des mesures de charges d'espace à la caractérisation de composants et matériaux composites industriels isolants" demandée et financée par la société GEC-ALSTHOM [T1].

Mon premier objectif fut donc d'étudier le comportement diélectrique de nouvelles structures isolantes, telles que des composites Verre - Mica - Résine époxy soumis à des contraintes électriques continues et alternatives [CI4, 5] [CN2]. Deux aspects ont ainsi été abordés :

- Un premier expérimental pour lequel, après avoir automatisé et adapté les outils de mesures existant à ce type de structures afin d'obtenir des signaux expérimentaux reproductibles et exploitables, j'ai développé un nouvel appareillage dit « banc de mesures à géométrie variable » permettant d'appliquer la méthode directement sur des composants tels que des tronçons de câbles (géométrie cylindrique) ou bien sur des barres réelles de stator de machines électriques (géométrie rectangulaire).

- Un autre scientifique qui consistait à corréler les phénomènes de vieillissements de l'isolation des barres d'alternateur (électrique et thermique) avec le critère charge d'espace. En effet, les mesures expérimentales ont permis de détecter et de situer le début du vieillissement électrique des barres statoriques par rapport à leur durée de vie [CI10, 17].

Durant ma thèse, la gamme des matériaux testés a été élargie à d'autres types de matériaux composites utilisés dans les disjoncteurs Haute Tension et les câbles à isolation gazeuse, tels que des systèmes à base de résine époxy [RI1] [CI2, 3, 17] renforcés par des charges minérales et de Polytétrafluoréthylène "PTFE" [CI6]. Les résultats ont montré l'importance du processus de fabrication des isolants et l'influence de la charge minérale sur les charges d'espace. De plus, les résultats de ces travaux ont permis de confirmer le choix et le dimensionnement des matériaux isolants composites étudiés pour la réalisation de certains composants ou systèmes développés par GEC-ALSTHOM.

Pour la première fois, des résultats de charges d'espace par la MOT ont pu ainsi être donnés sur des systèmes et des matériaux isolants composites à multiples applications industrielles (isolations des barres de stator des machines électriques, câbles à isolation gazeuse et cônes de traversée de disjoncteurs).

Les résultats de ces recherches qui ont été discutés le 26 novembre 1997 lors de ma soutenance de thèse, présentaient ainsi un caractère totalement novateur et un fort intérêt industriel.

Durant ces trois années de thèse, j'ai également eu l'opportunité de participer à des projets de recherche sur les câbles Haute tension avec des industriels nationaux et internationaux tels que les sociétés Câbles PIRELLI, Alcatel Câble et Boréalis [RI1,3, 4] [CI5-7]. Cela m'a permis d'élargir mes connaissances vers d'autres matériaux et d'autres systèmes isolants à base de polymères. J'ai ainsi été lauréat du prix JICABLE'95,

session Jeunes Chercheurs, au travers de travaux qui ont permis, pour la première fois, de mettre en évidence les hétérogénéités radiales et angulaires d'un câble haute tension à isolation synthétique par des mesures de charges d'espace [CI1].

3.3. PÉRIODE 1997 À 2005 : CHERCHEUR POST-DOCTORANT ET ATTACHÉ TEMPORAIRE À L'ENSEIGNEMENT ET LA RECHERCHE (ATER)

En septembre 1997, j'ai été employé en contrat à durée indéterminée au sein du LEM en tant que chercheur post-doctorant ADER. J'ai effectué et participé à de nombreux projets de recherche en relation avec l'industrie du génie électrique principalement axés autour de l'étude et la caractérisation des matériaux et des systèmes isolants du génie électrique, dans leurs conditions spécifiques d'utilisation.

Ces travaux, très souvent confidentiels, ont été menés en relation avec le monde industriel (voir liste détaillée ci-après) et ont permis de développer des matériaux isolants pour de nouvelles applications mais aussi des nouveaux appareils de caractérisation : le but principal étant d'optimiser les performances des systèmes et matériaux isolants en vue d'augmenter leur fiabilité.

Pour répondre à la demande de nos partenaires industriels, entre 1998 et 2003, j'ai participé à la création et été directeur technique d'une « start-up » émanant du LEM intitulée Am2e (Advanced Metrology for Electrical Engineering), qui était chargée de valoriser les thèmes de recherche et de les adapter aux besoins des industriels. Cette expérience m'a permis de tisser de nombreux et solides liens avec le monde industriel qui perdurent encore aujourd'hui. Nous avons effectué des travaux très innovants d'un point de vue expérimental et scientifique, comme en particulier le développement, la mise au point et l'installation d'un banc de mesure spécifique permettant l'étude de câbles isolés de transport d'énergie à courant continu au sein de la société Nexans France [CR16]. Cette installation intervient dans le cadre du remplacement des lignes aériennes pour le transport du futur par le câble extrudé à courant continu. Ce banc de mesure représente une évolution importante de la MOT. En effet, jusqu'alors, la méthode ne s'appliquait que sur des échantillons en court circuit et donnait la distribution résiduelle du champ électrique et des charges d'espace résiduelles dans l'isolant. Depuis 2000, cette méthode s'applique sous champ électrique appliqué : pendant la mesure, l'échantillon testé est soumis à un champ électrique connu. Le résultat de ces mesures associe donc le champ électrique appliqué au champ électrique résiduel dû à la présence de charges d'espace. Ceci permet d'étudier le comportement d'un matériau ou d'un système isolant lorsqu'il est soumis à une contrainte électrique extérieure. Le deuxième avantage des mesures sous champ électrique est la possibilité d'étalonnage de la technique. Cette étape d'étalonnage réalisée sous faible champ appliqué (faible valeur pour ne pas modifier l'état électrique du matériau), a permis de développer de nouvelles techniques de traitement du signal MOT, en vue d'optimiser la précision et la fiabilité des résultats. Cette installation qui n'a jamais cessé d'évoluer au travers de nombreux stages de fin d'études à Bac+5 et de contrats de recherches avec la société Nexans, a fait l'objet de la thèse de Nicolas DIDON [CR18], de plusieurs articles de revues et communications dans des actes de congrès nationaux et internationaux [RI6] [CI9, 14, 15]

[CN6] ainsi que d'un dépôt de brevet [B1]. J'ai également été lauréat du prix ADER Languedoc Roussillon 2001 "Innovation, Recherche, Entreprise" liant le LEM et la Société Am2e.

En 2000, Nicolas PARIS, durant son stage de DESS FEGE (Fiabilité en Génie Électrique), m'a assisté pour la mise au point du banc à Montpellier et surtout pour son installation sur le site de Nexans à Calais. Ensuite, les stages de fin d'étude Bac+5 en collaboration avec Nexans se sont succédés pour instrumentaliser et optimiser cette installation : **Sid-Amed LAKHEAL** et **Nicolas DIDON** en 2001, **Mohamed EL-GHAZOUANI** en 2002, **Olivier CHALAS** et **Mohammed Zouber EL-MALTI** en 2003, **Éric BEAUGUITTE** en 2004, **Imankali TAGIYEV** en 2005… J'assure encore aujourd'hui, en 2012, la mise à niveau de cet appareillage afin d'accroître ses performances et sa sensibilité pour une analyse encore plus précise et plus fine de l'isolation des futurs câbles de transport d'énergie à courant continu [CR17].

Les travaux de thèse de **Nicolas DIDON** qui ont été soutenus le 7 décembre 2004 ont eu pour objectif, dans le cadre du développement du câble à courant continu, de caractériser l'isolant du câble, lorsque celui ci est soumis à de fortes contraintes de tension et de température (gradient électrique et thermique), en utilisant à la fois les moyens de mesure du LEM et de NEXANS à Calais. A partir des lois de variation de la résistivité du polyéthylène avec le champ électrique et la température, il est également possible d'évaluer la répartition du champ électrique dans un câble à courant continu [RI6] [CI14]. Le gradient de résistivité régnant dans le diélectrique est à l'origine de l'établissement d'une charge d'espace intrinsèque qu'il est bon de connaître pour aider au dimensionnement correct du câble. De plus, en considérant les conditions expérimentales sur le site de NEXANS, une connaissance parfaite du potentiel appliqué sur l'âme centrale du câble permet d'accéder aux répartitions de champ et de charge d'espace dans différents systèmes soumis à différents environnements électriques et thermiques [CI15]. La dynamique d'évolution de la charge d'espace et du champ électrique a pu ainsi être modélisée et analysée dans les conditions quasi réelles de fonctionnement d'un câble enterré à courant continu [CI19] (le câble à courant continu est clairement identifié aujourd'hui pour assurer le transport de l'énergie du futur).

Entre 1999 et 2000, j'ai oeuvré dans le domaine de l'aéronautique au travers d'un projet pluriannuel CEM2 (compatibilité électromagnétique de classe 2) liant le LEM, la DGA et la société THALES (ex DASSAULT Électronique). Ce projet a permis d'étudier le comportement diélectrique de films de Kapton (matériau utilisé pour l'isolation des câbles embarqués dans les aéronefs) lorsqu'ils sont soumis à des contraintes combinées électriques (chocs de foudre), thermiques et atmosphériques. En effet, les aéronefs peuvent subir entre 1000 et 2000 foudroiements lors de leur utilisation (durée de vie). Pour mener à bien ce projet, j'ai participé au développement d'un générateur d'ondes de chocs bi-exponentielles et oscillatoires amorties « unique en son genre », avec comme particularité que la charge (échantillon de matériau isolant électrique de capacité C) faisait partie intégrante du générateur [CR13]

Durant les années 1998 à 2002, j'ai assuré une forte activité internationale au travers du projet Européen Brite-Euram « ARTEMIS » visant à étudier le vieillissement des câbles haute tension de transport d'énergie en alternatif sur les sites de EDF Les Renardières, Nexans Benelux de Charleroi et Câbles Pirelli de Gron [CR9]. Ce projet a nécessité, dans un premier temps, le développement d'un appareillage capable de mesurer les charges d'espace directement sur une boucle de câble haute tension de plusieurs mètres de long. La technique utilisée consistait à chauffer l'âme centrale du câble par effet Joule en injectant un fort courant pendant un temps très court. Pour ce faire, j'ai fait évoluer la technique, déjà mise au point par José SANTANA pendant sa thèse entre 1991 et 1994, en utilisant un tore de chauffage tel que les câbliers l'utilisaient dans l'industrie. Une fois ce système opérationnel, j'ai coordonné l'ensemble des caractérisations sur câbles en grandeur réelle directement sur site industriel [CI13] et animé les discussions des résultats qui ont révélé la charge d'espace comme marqueur du vieillissement.

Par souci d'établir un suivi du parc de câbles d'énergie installés en Benelux, j'ai été impliqué dans la réalisation d'une banque de données des câbles en service sur le réseau belge, la détermination des températures optimales de fonctionnement permettant l'augmentation de la puissance transmise en service tout en améliorant les propriétés diélectriques de l'isolant, ainsi que l'étude de l'évolution des charges dans l'isolant en régime alternatif pour la compréhension et la modélisation des phénomènes de vieillissement pour le compte de la société LABORELEC (centre de recherche de ELECTRABEL, exploitant des réseaux électriques en Belgique).

En 2002, l'exploitant de l'énergie électrique belge ELECTRABEL nous a contactés, après avoir subi deux défaillances inattendues : une première liée à la corrosion (vieillissement chimique prématuré) de l'isolant d'un alternateur de secours diesel (7.5 MVA) de la centrale nucléaire de Tihange et la deuxième liée à des décharges partielles dans l'isolant d'un alternateur Turbine Gaz Vapeur "TGV" (180 MW) de la centrale au gaz de Herdersbrug.

En effet, s'appuyant sur mon expérience vis à vis des isolations statoriques de machines électriques de fortes puissances et suite à mes travaux sur site industriel, la société LABORELEC m'a sollicité pour évaluer et étudier la faisabilité de la MOT directement sur un alternateur de centrale nucléaire sur son site d'exploitation.

C'est ainsi qu'en 2003, j'ai réalisé pour la première fois un diagnostic de l'isolation des phases d'un alternateur de secours diesel de 7.5 MVA dans la centrale nucléaire de Tihange par la MOT en utilisant la technique intitulée "chauffage par le conducteur (effet Joule)" déjà utilisée pour des mesures dans l'isolant des câbles d'énergie sur site industriel. Cette technique adaptée aux essais sur site permet d'évaluer le niveau de vieillissement de l'isolation de chaque phase des alternateurs tels qu'ils sont utilisés en exploitation (en présence du rotor). De par la forte composante réactive d'une phase statorique, j'ai été amené à développer une autre façon d'appliquer la MOT, non plus en injectant un courant alternatif dans le conducteur, mais en injectant un courant continu. Pour ce faire, je me suis appuyé sur les compétences en électronique de puissance du LEM afin de mettre au point un hacheur abaisseur à pont pour contrôler l'injection du courant continu. Cette nouvelle

approche, jamais exploitée auparavant, si ce n'est pour chauffer des films isolants de 20 mm d'épaisseur (Thèse de Philippe ENRICI entre 1993 et 1996), a permis de s'affranchir d'une forte consommation de puissance réactive. Pour commencer, nous avons eu accès à 2 alternateurs diesel identiques sur deux sites nucléaires différents de Belgique, à Tihange et Doel. Les premiers résultats ont révélé jusqu'à 100% de différence des niveaux de vieillissement entre chaque phase et entre les 2 alternateurs (résultats publiés dans la revue interne Laborelec news n°54 novembre 2004). Ces premiers résultats très satisfaisants ont été à l'origine de la mise en place d'un projet novateur et d'envergure au cours duquel 42 alternateurs ont été analysés au total, au cours de leur maintenance préventive. Le but de ce projet était d'établir une base de données recensant l'état électrique (niveau de vieillissement) des alternateurs du parc nucléaire belge afin de planifier plus efficacement leurs étapes futures de maintenance préventive, dans le but de maîtriser ou au mieux d'accroître leur durée de vie et surtout afin d'éviter des incidents comme celui recensé en 2002 [CR28].

Dans la lignée des incidents apparus en 2002 sur l'alternateur 180 MW de la centrale d'Herdersbrug [CR26], la société LABORELEC m'a également chargé d'étudier, en laboratoire, le vieillissement électrique et thermique de l'isolation d'une barre de stator identique à celles présentes dans l'alternateur ayant subi l'incident [CI17]. Avant tout, il a fallu développer un diffuseur thermique permettant l'analyse de l'intégralité du tronçon de barre d'alternateur à étudier, à savoir les parties non planes telles que les bords où les rayons de courbure sont les plus faibles et le ruban isolant le plus étiré. Je rappelle que mes travaux de thèse ont révélé que les bords des barres statoriques étaient, de loin, les zones les plus contraintes du composant et qu'il était nécessaire d'analyser cette zone. Une fois le diffuseur thermique au point, cette étude a eu pour but d'établir une échelle de durée de vie de l'isolant relatant l'évolution des charges d'espace dans le temps. Au cours de l'année 2005, j'ai été chargé d'évaluer l'applicabilité de la MOT et de dimensionner les moyens nécessaires pour le diagnostic d'un alternateur 180 MW directement sur son site d'exploitation afin de situer son niveau de vieillissement par rapport à l'échelle de durée de vie établie en laboratoire. Malheureusement, ce diagnostic n'a pas vu le jour pour causes de restrictions budgétaires dans un mode de production d'énergie moins sensible que le nucléaire.

Pour répondre à l'une des principales préoccupations de nos partenaires industriels qui concerne la fiabilité de leurs composants, nous avons proposé d'établir une corrélation entre le vieillissement et l'évolution des charges d'espace dans les isolants, afin d'intégrer le facteur charge d'espace dans la modélisation de la durée de vie des matériaux isolants. J'ai ainsi œuvré dans un autre projet portant sur l'étude du vieillissement de films de PET utilisés dans les bus bars (circuits imprimés pour l'implantation des composants de l'électronique de puissance) fabriqués par la société FCI du groupe AREVA [CR25]. Ma mission a été, outre l'encadrement du stage de DESS de Laurent PARRAT en 2000 sur cette thématique, de mesurer l'évolution des charges d'espace dans le temps, et d'établir une corrélation avec le vieillissement des films de PET assurant l'isolation électrique des bus bars. Ici encore, la MOT a du être adaptée à de telles géométries complexes pour en permettre la caractérisation.

Néanmoins, bien que souvent confidentiels, ces travaux de recherches effectués en étroite collaboration avec l'industrie, jouent un rôle scientifique fondamental et indispensable. En effet, les essais effectués en grandeur nature sur des composants dans l'industrie permettent d'atteindre des conditions expérimentales souvent inaccessibles en laboratoire. Ainsi, ces fortes contraintes permettent de mettre en évidence et d'expliquer des phénomènes physiques difficilement décelables en laboratoire.

Les liens étroits que j'ai pu tisser avec l'industrie m'ont amené à intégrer, en 2002, le comité d'étude D1 "Matériaux et Technologies émergentes" du Conseil International sur les Grands Réseaux électriques "CIGRE", dont l'activité est orientée vers le suivi et l'évaluation des matériaux pour l'électrotechnologie, existants ou nouveaux, les techniques de diagnostics et les règles de connaissance associées ainsi que les technologies émergentes ayant un impact potentiel à moyen et long termes sur les réseaux (http://www.cigre-d1.org/). Depuis 2002, je suis intervenu activement, en tant qu'expert français, dans les « groupes de travail » (WG) ou « task forces » (TF) listés ci-dessous, en apportant ma maîtrise des techniques de caractérisation électrique des matériaux isolants soumis à de forts champs électriques.

WG D1-12 (2002-2005) : « Materials for dc applications » dans lequel nous avons traité principalement les problèmes liés à la présence de charges d'espace dans les matériaux. Nous avons ainsi oeuvré pour la normalisation des mesures de charges d'espace dans les matériaux isolants solides [O1] [RI5].

WG D1-07 (2003-2006) : Solid insulating materials for rotating machines" qui traite des outils de diagnostics des isolations des grosses machines électriques (principalement des alternateurs de centrales) [CI17].

TF D1-16-1 (2004-2006) : Interfaces in HVDC Extruded Cables" dans lequel sont traités les problèmes liés aux interfaces dans les câbles et accessoires pour le transport du courant continu : isolant/conducteur qui sont fortement impliquées dans l'injection de charges d'espace et isolant/isolant où sont bien souvent localisées les charges d'espace, sources de très forts champs électriques internes ;

TF D1-16-3 (2004-2006) : Nanodielectrics" dans lequel sont traités plus particulièrement les nanocomposites et la nanostructure des polymères pour de nouvelles applications du génie électrique [RI7].

Ces deux dernières « Task Forces » ont découlé sur plusieurs groupes de travail qui seront plus amplement détaillés dans le paragraphe suivant.

Parallèlement aux contrats de recherche industriels, j'ai été impliqué dans quelques projets académiques. L'un d'eux a été mené en collaboration avec l'équipe "Fractionnement et Génie Particulaire" de l'UMR IATE "Ingénierie des Agropolymères et Technologies Emergentes" visait à préciser les propriétés électriques et diélectriques des différents tissus du grain de blé, à trouver les conditions optimales permettant d'amplifier les différences de propriétés entre les tissus, et à mettre en œuvre des procédés de séparation et de tri électrostatique

innovants. Ces travaux orientés vers le projet Bio-Stics ont permis de mettre en évidence des différences significatives de propriétés électriques et diélectriques des différents tissus périphériques du grain [RI3].

Je me suis également investi dans la thématique "Mesures de charges d'espace" dans l'opération "Synergie des contraintes et durabilité des isolants organiques" du GDR de la communauté Génie Electrique (Thème Matériaux diélectriques). L'objectif de cette opération, pour laquelle 9 laboratoires universitaires français étaient partenaires (LGE Toulouse, LEMD Grenoble, IFOS Lyon, LMS Poitiers, ESPC Paris, CEGELY Lyon, DTI Reims, SUPELEC et le LEM Montpellier) était d'étudier l'influence des contraintes combinées (électriques, thermiques et mécaniques) sur l'évolution des propriétés de matériaux modèles utilisés dans l'industrie du génie électrique pour les câbles de transport d'énergie, les condensateurs, les moteurs [RI4] [CI6] [CN5].

De 2004 à 2005, en tant qu'ATER, j'ai poursuivi les projets et contrats de recherche nationaux et internationaux lancés en tant que post-doctorant.

En particulier, j'ai abordé une problématique basée sur la compréhension des phénomènes liés à la présence d'arborescences d'eau dans les câbles. Cette étude fait également suite à un constat de défaillance sur le parc de câbles de transport d'énergie belge : le claquage d'un tronçon de liaison souterraine. Déjà, en 1999, j'avais montré que la méthode de l'onde thermique permettait de distinguer deux câbles, avec et sans arborescences, en collaboration avec LABORELEC [CI7]. Le but de ce projet était d'évaluer l'applicabilité de notre technique en réseau afin de diagnostiquer le niveau de vieillissement des câbles moyenne tension et de prévenir d'éventuels incidents futurs. J'ai commencé par analyser des tronçons en laboratoire puis des longueurs de 70 mètres sur le site de LABORELEC [O7]. Les résultats de cette étude sont actuellement utilisés pour l'établissement d'un modèle de vieillissement intégrant l'influence de la charge d'espace sur la progression des arborescences d'eau dans l'isolant des câbles moyenne tension [CI18]. J'ai ainsi œuvré dans le dimensionnement d'une source permettant d'injecter un courant dans l'âme centrale de plusieurs kilomètres de câble pour générer l'onde thermique.

La société LABORELEC a alors passé commande au laboratoire d'un banc de mesures de charges d'espace sur câbles moyenne tension, que j'ai été chargé de développer et de mettre au point. Son installation sur le site de LABORELEC, réalisée en juillet 2005, constituera le second transfert technologique de la MOT sur site industriel [CR31].

Toujours dans la thématique des grands systèmes haute tension, dans le cadre de l'éco-conception, j'ai participé à l'encadrement du stage de DEA en 2004 de Mounir HAIROUR pour le compte de la société AREVA T&D [CR27], sur l'influence d'une électrode isolée sur le comportement diélectrique d'un système à isolation gazeuse. Ces travaux qui ont été poursuivis dans le cadre d'une thèse CIFRE avec la société AREVA T&D entre 2004 et 2007 seront détaillés dans la suite de mon Curriculum Vitae.

3.4. PÉRIODE SEPTEMBRE 2005 À 2012 : MAÎTRE DE CONFÉRENCES À L'UM2 (MONTPELLIER)

Depuis ma nomination au poste de Maître de Conférences de l'Université Montpellier 2 en septembre 2005, la majorité de mes activités de recherche ont été réalisées au travers de projets supportés, soit par des subventions attribuées par les organismes institutionnels ou les collectivités locales, soit par des contrats de collaboration mis en place avec le monde industriel (voir § Contrats de recherche). Ces travaux, dont certains s'inscrivent dans la continuité des années précédentes, sont principalement destinés aux systèmes isolants de grande dimension et ont permis de développer des matériaux isolants pour de nouvelles applications mais aussi de nouveaux appareils de caractérisation : le but principal étant d'optimiser les performances des systèmes et matériaux isolants en vue d'augmenter leur fiabilité.

Mes principales activités de recherche peuvent être décomposées en trois parties:

- le développement de technique non destructive pour mesurer le champ électrique dans les isolants solides ;
- les études des propriétés diélectriques des structures et matériaux isolants des grands systèmes du génie électrique ;
- la caractérisation et le développement de matériaux nanodiélectriques innovants destinés à l'isolation des grands systèmes du génie électrique du futur.

Une présentation générale de ces thèmes de recherche et du déroulement des travaux associés est résumée ci-après. Les principaux résultats des études réalisées sur ces thèmes seront détaillés dans la 2ème partie de ce mémoire (Développement des Thèmes et Résultats de Recherche Associés) et illustrés dans un recueil de publications.

3.4.1. THÈME 1 : DÉVELOPPEMENT DE TECHNIQUE NON DESTRUCTIVE POUR MESURER LE CHAMP ÉLECTRIQUE DANS LES ISOLANTS SOLIDES

CONTEXTE

L'isolant dit « parfait » devrait être électriquement neutre (équilibre entre la charge électrique de l'atome et celle des électrons environnants). Or, nous le savons, la perfection n'existe pas. En effet, les isolants, en fonction de leur nature, contiennent plus ou moins de charges qui vont rompre la neutralité de la matière. Ces charges, généralement localisées dans des défauts (ou pièges) structuraux, sont communément appelées « **charges d'espace** ». Cependant, ces charges d'espace engendrent un champ électrique résiduel qui va augmenter le champ électrique local et sur-solliciter localement l'isolant. C'est pourquoi il est admis aujourd'hui que la baisse des performances des isolants est liée à l'accumulation de la charge d'espace en volume et en

surface de l'isolant. Toutefois, il n'y a pas que l'accumulation des charges d'espace qui peut être néfaste, la façon dont le matériau relaxe les charges piégées doit être considérée.

L'amélioration des performances des systèmes isolés et la tendance actuelle de développer des matériaux innovants exigent une connaissance complète des phénomènes physiques qui ont lieu dans les diélectriques soumis à de forts champs électriques. Ainsi, quand un isolant est soumis à un fort champ électrique élevé, des régions chargées se développent dans son volume et modifient la répartition des contraintes tant en volume qu'aux interfaces. Les augmentations locales de l'énergie électrostatique interne du diélectrique par la charge piégée sont également probables et accélèrent la dégradation du matériau à travers des processus physiques et chimiques peu désirés. Un dépiégeage de la charge stockée peut également libérer une énergie considérable et contribuer au claquage du diélectrique.

L'étude expérimentale des effets des charges d'espace a été rendue possible par le développement de techniques permettant la mesure du champ électrique dans les isolants solides. Ces méthodes sont basées sur l'application d'un stimulus externe à l'échantillon contenant la charge d'espace et sur l'analyse de la tension ou du courant résultant.

Parmi les techniques développées, l'une d'entre elles est issue de notre laboratoire et s'intitule méthode de l'onde thermique (MOT). Elle est basée sur la diffusion d'une onde de température produisant un déséquilibre de type diélectrique et géométrique. Ce déséquilibre se traduit par une variation des charges d'influence aux électrodes donnant un courant de « déplacement », qui permet de déterminer la distribution du champ électrique résiduel et la densité de charges résiduelles dans l'isolant. La MOT est applicable à tout type d'échantillon présentant une géométrie pour laquelle la distribution spatio-temporelle de la température peut être connue ou calculée, comme les matériaux spécimens plans et les composants industriels tels que les câbles de transport d'énergie, les barres de stator d'alternateur, les disjoncteurs...

Depuis son invention en 1986, la MOT, qui n'a jamais cessé d'être développée par les chercheurs de l'équipe du LEM puis du GEM, permet aujourd'hui de mesurer le champ électrique interne dans un isolant en court-circuit ou sous champ électrique continu appliqué. La thématique relative au développement de cette technique constitue donc pour l'ensemble des chercheurs de l'équipe un souci prioritaire, aussi bien pour les aspects académiques qu'industriels. Chaque aspect de la technique utilisée, soit en court circuit, soit sous champ électrique appliqué présente des avantages et des inconvénients :

- En condition de court-circuit, l'état électrique interne du matériau est stable (état statique) et de part son aspect non destructif sans modification de l'état électrique interne pendant la mesure, il est possible de suivre aisément l'évolution de l'état électrique du matériau avant et après application de la contrainte. Par contre, il n'est pas possible d'observer les phénomènes se produisant sous contrainte appliquée, soit la non observation du champ électrique interne réel ($E_{appliqué} + E_{résiduel}$).

- Sous champ électrique appliqué, pour de faibles champs électriques, la technique permet de séparer la contribution du champ externe de celle du champ interne résiduel et devient alors utile pour l'étalonnage de la technique. Puis, pour de forts champs appliqués, la MOT « sous champ » peut permettre de suivre la dynamique des charges d'espace sans supprimer la contrainte.

DÉROULEMENT DES TRAVAUX

Le développement de la méthode était uniquement concentré à Montpellier jusqu'en 2000, date à laquelle la société Am2e a été sollicitée par la société Nexans pour assurer l'installation d'un équipement capable de mesurer le « véritable » champ électrique présent dans l'isolation d'un câble, en présence d'un champ électrique appliqué. Dès lors, les activités de développement de la MOT ont pris place sur deux sites : le premier toujours à Montpellier où nous n'avons cessé d'optimiser la sensibilité, la résolution et la reproductibilité des mesures et le second chez Nexans à Calais où l'appareillage n'a pas cessé d'être instrumentalisé, sécurisé et optimisé pour des mesures en présence de très forts champs électriques à l'échelle industrielle.

A travers différents projets et en fonction des besoins expérimentaux associés, plusieurs actions ont donc été menées.

Dans le cadre des analyses d'alternateurs de puissance sur site industriel, **Stéfan ZURA** a œuvré, durant son stage de Master en 2005, sur l'optimisation de la gestion du temps d'injection de courant continu pour chauffer le conducteur des systèmes isolés. Il a également abordé la faisabilité d'un convertisseur de puissance permettant l'analyse par la MOT de charges fortement inductives (grandes longueurs de câbles ou enroulement de machines électriques de fortes puissances), ainsi que l'étude des perturbations liées à l'utilisation de convertisseurs sur les très faibles signaux expérimentaux obtenus par la MOT [CR28].

La même année, nous avons développé un nouveau banc de mesures dédié aux câbles moyenne tension (MT). Celui ci à fait l'objet d'un transfert technologique sur le site de LABORELEC en Belgique pour évaluer l'influence des arborescences d'eau dans les câbles MT sur la charge d'espace. Un lien, confirmé par des mesures de résonnance magnétique nucléaire, a pu être établi entre la profondeur des arborescences et la distribution des charges d'espace dans l'isolant [CI18]. Par la suite, ce banc de mesure sera couplé a un système original, développé par l'équipe du professeur NOTINGHER en Roumanie, permettant de produire rapidement des arborescences d'eau directement sur des tronçons de câbles sur lesquels seront mesurées les charges d'espace [CI21, 23, 24, 29].

Lors de son stage Master en 2007, **Yann LE NUFF**, a participé au développement d'un diffuseur thermique destiné aux analyses de composants rectangulaires tels que les barres statoriques d'alternateurs de puissance. Pour ce faire, par souci de sensibilité, il a adapté le principe, déjà existant pour les câbles d'énergie,

de circulation du liquide frigoporteur directement sur l'isolant de la barre afin d'optimiser le transfert thermique dans l'isolant [CI17].

Plus récemment en 2008, **Hung HA HUY** (Stage Master) s'est intéressé à la sensibilité de la méthode pour l'analyse d'alumines polycristallines utilisées comme substrat de composants d'électronique de puissance. Lui aussi s'est préoccupé d'améliorer le transfert thermique dans l'isolant en développant un diffuseur thermique sans pastille de cuivre. Dans ce cas, une fois les problèmes d'étanchéité résolus, l'échantillon pouvait être également en contact avec le liquide frigoporteur [CI37] [CN11].

Afin de comprendre les phénomènes de charges d'espace aux interfaces dans les accessoires pour le transport de l'énergie en courant continu (plus particulièrement au niveau des jonctions), nous avons développé en collaboration avec la société NEXANS un nouveau traitement mathématique des signaux obtenus sur des systèmes d'isolation multicouches polyéhylène réticulé « PRC » / élastomère « EPDM » que l'on retrouve dans les jonctions de câble d'énergie développés par la société NEXANS [CI42, 45]. Ces travaux ont également débouché sur une évolution de l'instrumentation de l'appareillage sur le site de Calais.

Cependant, l'essentiel de mes travaux dans cette thématique ont concerné des évolutions de la technique pour son utilisation directement dans l'industrie.

A ce titre, je coordonne actuellement pour l'Université Montpellier 2, deux transferts technologiques de bancs de mesures sur câbles en grandeurs « nature » avec des épaisseurs d'isolants jusqu'à 27 mm, des sections de conducteurs pouvant atteindre 2000 mm2 et soumis à des champs électriques appliqués jusqu'à 320 kV avec un gradient thermique de plusieurs degrés. Les premiers essais sont prévus, dans un premier temps sur le site de Nexans France à Calais [CR45] pendant le dernier trimestre 2012 suivi du site d'Alstom Grid à Stafford (Angleterre) au second trimestre 2013 [CR46]. Le développement de ces bancs de mesures s'appuient sur celui déjà installé à Calais (2000) pour des câbles modèles (avec 5 mm environ d'épaisseur d'isolant et 240 mm^2 de conducteur) [CR16]. Cependant ce projet est totalement novateur aux vues des caractéristiques « gigantesques » des câbles à étudier et au protocole d'essais de types orchestré par de nombreuses inversions de polarités, conformes aux recommandations Cigré du comité d'étude B1, qu'ils vont subir. Deux publications traitants de ces installations, uniques au monde, de mesures de champ électrique interne dans les câbles grandeurs « nature » (Full Size) seront dévoilées en mai et août 2013 [CI63, 66].

3.4.2. THÈME 2 : ETUDE DES PROPRIÉTÉS DIÉLECTRIQUES DES STRUCTURES ET MATÉRIAUX ISOLANTS DES GRANDS SYSTÈMES DU GÉNIE ÉLECTRIQUE

DESCRIPTION

L'amélioration de la fiabilité des isolants dans les divers composants et systèmes du génie électrique passe par la compréhension des phénomènes de rupture diélectrique en relation avec les phénomènes de vieillissement. Les techniques d'études développées au GEM permettent, sur le plan fondamental, de mieux comprendre l'origine des charges d'espace et ainsi d'établir le lien qualitatif et quantitatif avec la rupture diélectrique. En effet, les propriétés diélectriques des structures et matériaux isolants des grands systèmes du génie électrique se dégradent dans le temps de manière irréversible, sous l'action de nombreux facteurs extérieurs (champ électrique, durée, température, humidité, radiations…). Malgré les progrès réalisés au cours des dernières années, le mécanisme de ce phénomène, appelé vieillissement, est encore peu compris aujourd'hui. Il est aujourd'hui admis que les problèmes de baisse des performances et de claquage des isolants sont liés à la présence et à l'accumulation des charges d'espace en volume et en surface.

Sur le plan pratique, les collaborations industrielles permettent d'optimiser les structures et de choisir les matériaux les mieux adaptés pour des applications spécifiques. Les liens importants créés avec les industriels du câble de transport de l'énergie et des alternateurs de production d'électricité (fabricants et exploitants) font que les activités de recherche du groupe dans ce secteur sont en constante progression : avec NEXANS, pour les études d'optimisation des structures et le choix de matériaux pour câbles à courant continu du futur, et avec EDF R&D pour l'étude du vieillissement de l'isolation des câbles de transport d'énergie en courant continu HVDC (High Voltage Direct Current) [CR44].

Plusieurs études originales ont pu ainsi être réalisées ces dernières années ou sont actuellement en cours.

DÉROULEMENT DES TRAVAUX

Les projets scientifiques avec NEXANS et LABORELEC ont abouti, en plus des contrats de recherche, aux transferts technologiques de deux bancs de mesure des charges d'espace sur site industriel [CR16, 31]. Ces installations nous permettent aujourd'hui d'appréhender les phénomènes régissant les charges d'espace dans des conditions réelles d'exploitation, notamment dans le cadre du transport d'énergie en courant continu.

Le premier transfert technologique réalisé par la société Am2e, pour le compte de la société NEXANS, était dédié au développement des isolants pour câbles HVDC. J'ai donc étroitement suivi l'ensemble des travaux menés dans cette thématique qui est aujourd'hui devenue incontournable et génère encore de nombreuses collaborations. Jérôme MATALLANA, pendant sa thèse de doctorat financée par NEXANS et le CEA, soutenue en novembre 2001, a contribué au choix d'isolants pour le câble à courant continu en permettant d'optimiser la

teneur en polymère conducteur à introduire lors de la fabrication du polyéthylène afin de permettre l'évacuation des charges d'espace piégées sous champ continu. Il fallait donc que la Société NEXANS fasse l'acquisition d'un banc de mesure permettant d'évaluer la quantité de charges d'espace piégée dans les câbles sous contrainte continue. Ensuite, c'est Nicolas DIDON, toujours pour le compte de la société NEXANS, qui lors de ses travaux de thèse défendus en 2004 a montré qu'il était possible, à partir des lois de variation de la résistivité du polyéthylène avec le champ électrique et la température, d'évaluer la répartition du champ électrique dans un câble à courant continu. Ces travaux n'auraient pas été possibles sans l'existence d'un banc permettant de mesurer les charges d'espace des tronçons de câbles sous gradients électriques et thermiques. En 2005, lors de son stage DEA, Nadjim KALI s'est intéressé à l'étude et la modélisation du vieillissement des matériaux isolants pour câbles de transport d'énergie en établissant la notion de matrice d'essais. Depuis 2005 et encore aujourd'hui, nous sommes sollicités par plusieurs centres de recherche de la société NEXANS de Calais, Lyon et Halden en Norvège pour étudier les matériaux qu'ils développent pour les câbles et accessoires dédiés à l'HVDC [CR33, 40] [CI47]. Des études sur l'évolution du champ électrique interne dans l'isolant de câbles sous contrainte continue ont également été menées sur le site de NEXANS à Calais lors de leurs phases de qualification [RI11] [CI14, 15, 19, 31]. D'ailleurs, vue l'importance de cette collaboration, une convention cadre entre l'IES et la société NEXANS a été récemment mise en place.

Toujours dans le cadre des systèmes HVDC, au sein du comité d'études D1 du CIGRE, la Task Force D1-16-1 (2004-2006), qui traitait des problèmes liés aux interfaces dans les câbles et accessoires pour le transport du courant continu, a débouché sur un nouveau groupe de travail D1.23 (2008-2012) intitulé « Diagnostics and Accelerated Life Endurance Testing of Polymeric Materials for HVDC Application ». Mon intervention dans ce groupe a concerné l'étude de la formation et de la dynamique des charges d'espace et leur rôle dans le vieillissement des polymères sous une contrainte HVDC.

Les premières liaisons en courant continu réalisées avec des câbles haute tension extrudés étant déjà mises en place, la société EDF R&D nous a sollicités pour étudier le vieillissement des isolants des câbles de transport d'énergie en HVDC. Une première étude basée sur l'état de l'art de la modélisation du champ électrique au sein des isolants synthétiques en courant continu a été faite par Yohan PUAGNOL lors de son stage de Master en 2011 et depuis janvier 2013, Aurélien HASCOAT, au travers de sa thèse sur financement CIFRE, œuvre sur l'étude du vieillissement des isolants synthétiques sous contraintes continues. Cette thèse s'inscrit dans une collaboration quadripartite entre notre laboratoire IES, le producteur d'électricité EDF, l'organisme chargé du transport de l'énergie RTE et le fournisseur de matière première isolante BOREALIS [CR44].

L'évaluation de l'état de dégradation des isolations des câbles d'énergie à courant alternatif, en raison du développement d'arborescences d'eau, est un problème de grand intérêt afin d'estimer les réserves de vie des câbles en service et d'éviter des claquages prématurés. Les travaux de thèse de Cristina STANCU, menés entre 2005 et 2008 (co-tutelle entre l'Université Polytechnique de Bucarest et l'UM2, dans le cadre d'un projet international ECO-NET) ont porté sur la caractérisation du vieillissement des isolations polymères par

arborescences d'eau, en tenant compte de la présence de la charge d'espace [RI9] [CI21, 23, 24, 29, 34, 42]. Ce travail et les travaux de stage de DEA de Azzedine BEN DAOUD en 2006 sur l'étude et modélisation de l'état de vieillissement des matériaux isolants pour câbles de transport et de distribution d'énergie en présence d'arborescences d'eau ont permis de mettre au point une méthodologie pour évaluer les isolations avec arborescences, basée sur une corrélation entre dimensions des arborescences et champ électrique réel dans l'isolation, mesurable par des techniques non destructives de charges d'espace [O2, 4]. Dimitri BEAUGUITTE effectuera en 2006 son stage de fin d'étude DESS FEGE sur la mise en évidence du phénomène de polarisation sous faible contrainte et du phénomène d'injection sous contrainte plus élevée dans l'isolation de câbles MT dont certains présentaient des arborescences d'eau.

A travers mon appartenance au comité d'étude D1 du CIGRE, j'ai contribué à l'identification des méthodes de détection des arborescences d'eau dans les câbles et à évaluer les paramètres qui y sont sensibles tels que la charge d'espace par exemple au sein de la Task Force TF D1.20 intitulée « Non-destructive Detection of Water Trees in XLPE Insulation » de 2006 à 2009 [O7].

L'ensemble de mes participations au sein de nombreux groupes de travail CIGRE et les nombreux travaux de recherche que j'ai pu mener sur les câbles de transport d'énergie m'ont amené à intégrer depuis 2011 le pool d'experts français du comité d'études B1 sur les « Câbles Isolés » qui couvre le large spectre des systèmes de câbles pour le transport de l'énergie électrique, en continu et en alternatif, terrestre et sous-marin (http://www.cigre-b1.org/).

De 2004 à 2007, les travaux de Mounir HAIROUR (thèse Cifre avec la société AREVA T&D [CR27]) ont visé à développer une technique d'isolation dite hybride en tant qu'alternative à l'utilisation du gaz hexafluorure de soufre SF_6 dans les postes de transformation Haute Tension blindés à isolation gazeuse. Les gaz dits simples, tels que l'azote (N_2), présentent une tenue diélectrique deux à trois fois plus faible que celle du SF_6. Dans le but d'améliorer la tenue diélectrique du système, un revêtement isolant à base de silicone a été appliqué sur les conducteurs, afin de limiter ou supprimer le rôle des électrons du métal. L'application du revêtement sur les conducteurs a toutefois montré, en présence de N_2, une diminution de la tenue diélectrique du système; la possibilité d'améliorer cette tenue diélectrique avec le revêtement, en présence de SF_6, a toutefois été démontrée en polarité négative [CI28, 33].

3.4.3. THÈME 3 : LA CARACTÉRISATION ET LE DÉVELOPPEMENT DE MATÉRIAUX NANODIÉLECTRIQUES INNOVANTS DESTINÉS À L'ISOLATION DES GRANDS SYSTÈMES DU GÉNIE ÉLECTRIQUE DU FUTUR

DESCRIPTION

L'émergence des nanotechnologies dans le domaine des isolants pour l'ingénierie électrique impose la recherche et le développement de matériaux avancés pour les isolations du futur. Ces matériaux appelés « nanodiélectriques » nécessitent une caractérisation diélectrique exhaustive en fonction des propriétés des nanoparticules et des matrices polymères utilisées dans la mise en oeuvre du polymère nanocomposite. La nanostructuration des matrices polymères par l'ajout de nanoparticules a pour effet d'agir sur les liaisons structurelles du matériau en vue d'améliorer leurs performances essentiellement mécaniques, électriques et thermiques. Au travers de nombreux projets de recherche, j'ai œuvré dans la compréhension des phénomènes diélectriques présents dans ces matériaux nanodiélectriques dans leur contexte d'utilisation. Toutefois, ces études nécessitent des liens étroits entre l'aspect matériau et leur caractérisation. En effet, il est important de considérer la structure chimique des matrices polymères mais aussi la nature, la taille, le contenu, la forme, le traitement, sans oublier le procédé de mise en œuvre des matériaux pour espérer améliorer les propriétés diélectriques des matériaux nanodiélectriques.

DÉROULEMENT DES TRAVAUX

Cette thématique a démarré en 2004 lorsque j'ai intégré une Task Force CIGRE en tant qu'expert français dans la caractérisation électrique des matériaux isolants solides. Cette Task Force TF D1-16-3 (2004-2006), intitulée « Nanodielectrics », traitait plus particulièrement des nanocomposites et de la nanostructure des polymères pour de nouvelles applications du génie électrique [RI7]. Suite aux résultats encourageants obtenus au sein de cette Task Force, Michel FRECHETTE, chercheur sénior à l'Hydro Québec, inventeur du concept « nanodiélectrique », et moi-même avons œuvré pour mettre en place depuis 2006, une collaboration de recherche avec le centre de recherche d'Hydro Québec (IREQ) sur la thématique des matériaux microcomposites nanostructurés à base de résine époxy [RI8] [CI25, 27, 32, 36, 38, 41]. Cette Task Force, à l'intérêt capital en matière de recherche sur les matériaux isolants dits avancés, a débouché en 2006 sur la création d'un Groupe de Travail CIGRE WG D1.24 intitulé « Potential of Polymer Nanocomposites as Electrical Insulation in Highly Stressed Insulation Material in AC and DC Application » dont les objectifs étaient d'établir une brochure technique CIGRE de 115 pages qui traite des performances des nano composites, de leurs applications potentielles et des routes technologiques à adopter [O6]. Ce groupe à mené de nombreux travaux, au travers de tests coopératifs, sur les matériaux nanodiélectriques à base d'époxy fournis par la société ABB [RI15] [CI39, 50] et à base de polyéthylène fournis par la société Dow [RI14]. Ces travaux ont démontré un fort potentiel des nanodiélectriques pour des applications en ingénierie électrique.

Lors de son stage de master M2R, Nam NGUYEN, en 2009, a contribué à une campagne de mesures coopératives entre les membres experts du groupe CIGRE et a permis de mettre en évidence l'influence du taux et de la taille des nanoparticules sur les propriétés diélectriques de résine d'époxy microcomposites nanostructurées. [RI13, 15] [CI38, 43].

Différents projets sont nés sur cette thématique de recherche, notamment un projet collaboratif VAMAS (Versailles project on Advanced Materials And Standards) réunissant des partenaires français (IES-GEM), italiens, canadiens et japonais, sur « la détermination des caractéristiques diélectriques des polymères nanocomposites » pour lequel j'ai été le co-leader de 2008 à 2010. En effet, ce projet était inscrit dans l'action technique de travail TW33 « Polymer Nanocomposites » et l'objectif majeur a été de positionner notre technique de caractérisation comme une technique potentielle pour mesurer les charges d'espace dans les polymères nano-composites.

Les nombreux travaux que j'ai menés sur les isolations d'alternateurs de puissance ainsi que sur les matériaux nano composites ont permis de contribuer au montage du projet Européen 7ème PCRD intitulé ANASTASIA (Advanced NAno-Structured TApeS for electrotechnical high power Insulating Applications) [CR38] [CI54, 61]. Les partenaires sont CEA-LITEN (France), ALSTOM et VON ROLL (Suisse), LABORELEC/ELECTRABEL (Belgique), HYDRO-QUEBEC (Canada) et les Universités de Nottingham et Southampton (G.B.), polytechnique de Turin (Italie). L'objectif de ce projet d'une durée de 3 ans (2010-2012), et pour lequel je suis le leader du Work Package intitulé « Tape characterization / process control », est de développer de nouveaux isolants électriques et des processus pour améliorer le rendement de conversion énergétique de systèmes électrotechniques. Aujourd'hui, le rendement de conversion énergétique des alternateurs de puissance est limité autant par les aspects thermiques qu'électriques en raison de leur type d'isolation électrique (bandes isolantes rubanées autour du conducteur). Les limitations actuelles des isolations rubanées viennent de la structure multicouche hétérogène réunissant des matériaux différents comme le tissu de fibres de verre (renfort mécanique), le mica (diélectrique) et une matrice polymère (liant). Le développement visé nécessite des matériaux plus performants (+40% en tenue en tension, et +60% en conduction thermique), qui seront obtenus par l'incorporation de nanoparticules inorganiques. À terme, une isolation homogène beaucoup plus mince (-30%) devrait permettre la conception de générateurs plus compacts. Les travaux réalisés aux GEM au travers des thèses de Laurent BANET (2010-2012) et de Ioana PREDA (2011-2013) concernent essentiellement l'étude des différents phénomènes de piégeage / relaxation des charges électriques et de conduction volumique afin de pouvoir agir sur la nature des matériaux nanocomposites utilisés, leur synthèse et leur processus de mise en œuvre. Laurent BANET a étudié l'influence de la nature, de la taille, du contenu, de la fonctionnalisation des nanoparticules sur l'accumulation de la charge d'espace dans des matrices à base d'époxy de différentes formulations [RI16] [CI50, 51, 53, 55, 67]. Il a mis en évidence, l'apport bénéfique de l'association de particules inorganiques à l'échelle nanométrique et sub-micrométrique [RI58]. Cette solution a été adoptée par le consortium pour la mise en oeuvre des bandes de mica pour l'isolation des alternateurs de

puissance de demain. Le choix s'est en effet orienté vers le dépôt d'une couche sub-micrométrique de nitrure de bore sur le mica et une résine d'imprégnation nanostructurée in-situ.

Les travaux de Ioana PREDA concernent plus particulièrement l'étude des propriétés intrinsèques telles que la permittivité et le facteur de pertes des matériaux à base de résine époxy nanostructurée. Elle a mis en évidence l'importance de la stabilité thermo-électrique de ces matériaux à travers l'évolution de ses propriétés dans le temps lorsqu'ils sont soumis à une contrainte thermique [RI18] [CI49, 50, 52]. Ceci a permis l'élaboration d'un protocole de stabilisation thermique des matériaux afin d'obtenir une caractérisation plus exhaustive [CI57, 58, 65, 67]. Avant cela, Ioana PREDA, pendant son stage de Master en 2010 a contribué à l'établissement d'une base de données interactive sur les recherches menées sur les études des propriétés diélectriques des matériaux nanodiélectriques et a étudié les phénomènes de conduction dans les matériaux à base de polyéthylène nanocomposite destiné aux applications HVDC [CI44, 46]. En effet, l'ajout de nanoparticules dans des matrices polymères pour l'HVDC présente un intérêt majeur sur l'écoulement de la charge d'espace accumulée [RI14].

Les besoins en matière d'étude des matériaux nanodiélectriques ne cessant de croître, l'année 2011 a également vu naître un nouveau groupe de travail CIGRE WG D1.40 intitulé « Functional Nanomaterials for Electric Power Industry » dans lequel j'interviens en tant qu'expert pour la France. Les études menées, au sein de ce groupe de travail, sont orientées vers le « design » de matériaux nanodiélectriques fonctionnels en vue d'atteindre des propriétés précises telles que des matériaux à conductivité électrique maitrisée.

3.4.4. COLLABORATIONS SCIENTIFIQUES INTER-UNIVERSITAIRES

• Participation au GDR ME^{2}MS (Maîtrise de l'Énergie Électrique : du Matériau au Système) : membre de l'opération « Synergie des contraintes et durabilité des isolants organiques » du thème Matériaux diélectriques.

• Participation au GDR SEEDS (Systèmes d'Énergie Électrique dans leur Dimension Sociétale) : membre du Socle « Matériaux », groupe « Matériaux diélectriques ». Animateur de l'action fédératrice « Meilleure compréhension des différentes techniques de caractérisation et de simulation / informations et réflexions sur ces différentes techniques ».

• Université de Toulouse, laboratoire de Génie Électrique de Toulouse (LGET) sur l'utilisation de méthodes thermiques pour la localisation des charges d'espace dans les isolants organiques. Plus récemment, laboratoire Laplace pour l'étude de l'impact des ondes de chocs sur les propriétés diélectriques des films isolants embarqués.

• Université de Sfax et de Monastir (Tunisie) dans le cadre d'un projet de Coopération Mixte interUniversitaire, puis dans le cadre classique de collaborations scientifiques.

• Université de Glasgow (Ecosse) dans le cadre d'un projet scientifique sur le développement de composants à base de PZT.

• Université « Politechnica » de Bucarest (Roumanie) et Institut de Génie Électrique de Poznan (Pologne), dans le cadre du projet de recherche ECO-NET financé par le Ministère des Affaires Étrangères.

• Université du Québec, École de Technologie Supérieure de Montréal sur l'étude et la caractérisation de matériaux polymères nanocomposites.

• Université de Bologne, Département d'ingéniérie électrique sur la mise en place d'un protocole de mesure de claquage diélectrique en prenant en compte l'activité de décharges partielles avant le claquage diélectrique.

3.5. ENCADREMENTS SCIENTIFIQUES DE CHERCHEURS

3.5.1. DESS – DEA – MASTERS

Nom	*DESS/DEA/Master*	*Lieu*	*Année*
Julien LAURENT	*Ingénierie des matériaux isolants*	*Université Aix-Marseille 3*	*1999*
Détermination et calcul de paramètres thermiques des matériaux isolants nécessaires au traitement mathématique du signal obtenu par la Méthode de l'Onde Thermique			
Laurent PARRAT	*Fiabilité En Génie Electrique*	*Université Montpellier 2*	*2000*
Étude de faisabilité de la Méthode de l'Onde Thermique sur les Bus Bars			
Sid Amed LAKHEAL	*Fiabilité En Génie Électrique*	*Université Montpellier 2*	*2001*
Étude des perturbations observées lors des mesures de charges d'espace sur câble de transport d'énergie (co-encadrement J. Matallana « NEXANS »)			
Nicolas DIDON	*Electronique*	*Université Montpellier 2*	*2001*
Étude des perturbations observées lors des mesures de charges d'espace sur câble de transport d'énergie (co-encadrement S. Agnel et P. Notingher)			

Bruno CALVET	*Fiabilité En Génie Électrique*	*Université Montpellier 2*	*2002*
Étude et réalisation d'un nouveau banc de mesure pour l'application de la Méthode de l'Onde Thermique			

Olivier CHALAS	*Fiabilité En Génie Électrique*	*Université Montpellier 2*	*2003*
Optimisation de la Méthode de l'Onde Thermique (MOT) en mode double capacité sur installation prototype et industrielle. Automatisation de l'acquisition du potentiel et des températures appliqués au cours de l'expérimentation. Amélioration de la technique du chauffage transitoire (co-encadrement J. Matallana « NEXANS »)			

Mohammed Zouber EL MALTI	*Fiabilité En Génie Électrique*	*Université Montpellier 2*	*2003*
Amélioration de la partie « Calibration » utilisée par la Méthode de l'Onde Thermique (co-encadrement J. Matallana « NEXANS »)			

Jean Bertrand BROUKA	*Fiabilité En Génie Electrique*	*Université Montpellier 2*	*2004*
Etude des phénomènes de charge électrique régissant les déplacements des particules de poudres dans le procédé d'imprégnation électrostatique Fibroline (co-encadrement S. Agnel)			

Mounir HAIROUR	*Electronique*	*Université Montpellier 2*	*2004*
Recherche sur l'influence d'une électrode isolée sur le comportement diélectrique d'un système à isolation gazeuse (co-encadrement S. Agnel)			

Nadjim KALI	*Electronique*	*Université Montpellier 2*	*2005*
Etude et modélisation du vieillissement des matériaux isolants pour câble de transport d'énergie (co-encadrement S. Agnel)			

Imankali TAGIYEV	*Fiabilité En Génie Électrique*	*Université Montpellier 2*	*2005*
Optimisation de l'asservissement du banc industriel de mesure de champ électrique interne sur câble de NEXANS Calais (co-encadrement J. Matallana « NEXANS »)			

Stefan ZURA	*Génie Electrique*	*Université « Polytehnica » de Bucarest (Roumanie)*	*2005*
Mise au point d'un convertisseur CC/CC pour la génération d'une onde thermique dans l'isolation de composants haute tension (co-encadrement P. Notingher et F. Forest)			

Dimitri BEAUGUITTE	*Fiabilité En Génie Electrique*	*Université Montpellier 2*	*2006*
Mise en évidence du phénomène de polarisation sous faible contrainte et du phénomène d'injection sous contrainte plus élevée (co-encadrement G. Platbrood « LABORELEC »)			

Azzedine BEN DAOUD	*Electronique*	*Université Montpellier 2*	*2006*
Etude et modélisation de l'état de vieillissement des matériaux isolants pour câbles de transport et de distribution d'énergie en présence d'arborescences d'eau (co-encadrement S. Agnel)			

Yann LE NUFF	*Energie & Fiabilité*	*Université Montpellier 2*	*2007*
Etude du vieillissement des isolants de barres statoriques d'alternateur			

Hung HA HUY	*Energie & Fiabilité*	*Université Montpellier 2*	*2008*
Fiabilité des composants utilisés dans des convertisseurs embarqués : évaluation d'un substrat isolant de transistor de puissance			

Hoang Nam NGUYEN	*Energie & Fiabilité*	*Université Montpellier 2*	*2009*
Développement d'un système de mesure de courants de conduction : application aux nanotechnologies			

Andreea Ioana PREDA	*Energie & Fiabilité*	*Université Montpellier 2*	*2010*
Etude des propriétés diélectriques des matériaux « nanodiélectriques »			

Yohan PUAGNOL	*Energie & Fiabilité*	*Université Montpellier 2*	*2011*
Modélisation du champ électrique au sein des isolants synthétiques en courant continu (co-encadrement S. Agnel)			

3.5.2. THÈSE DE DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ MONTPELLIER 2

Nom du diplômé	***Nicolas DIDON***
Date début	*Septembre 2001*
Date fin	*Soutenue le 7 décembre 2004*
Encadrement industriel	*50% (Directeur Technique Am2e), 50% NEXANS*
Noms et % des co-directeurs	*A. Toureille (50%), S. Agnel (50%)*
Situation actuelle du diplômé	*Créateur d'Entreprise*

Nom du diplômé	***Mounir HAIROUR***
Date début	*Novembre 2004*
Date fin	*Soutenue le 30 octobre 2007*
Encadrement	*30%*
Noms et % des co-directeurs	*S. Agnel (50%), A. Toureille (20% Pr émérite)*
Situation actuelle du diplômé	*Ingénieur R&D chez Schneider Electrics*

Nom du diplômé	***Laurent BANET***
Date début	*Septembre 2009*
Date fin	*Soutenue le 20 décembre 2012*
Encadrement	*80%*
Noms et % des co-directeurs	*S. Agnel (20%)*
Situation actuelle du diplômé	*Ingénieur R&D chez EDF*

Nom du diplômé	***Ioana PREDA***
Date début	*juillet 2010*
Date fin	*2013*
Encadrement	*50%*
Noms et % des co-directeurs	*S. Agnel (20%), M. Fréchette (30%)*
Situation actuelle du diplômé	*3ème année de thèse*

Nom du diplômé	***Aurélien HASCOAT***
Date début	*janvier 2013*
Date fin	*2015*
Encadrement	*50%*
Noms et % des co-directeurs	*S. Agnel (50%)*
Situation actuelle du diplômé	*1ère année de thèse*

- Nom du doctorant : **Nicolas DIDON**

Titre : Dynamique du développement des charges d'espace dans les isolants synthétiques sous champ électrique et gradient de température

Composition du jury :

J.L. FRANCESCHI	Professeur, Université Paul Sabatier de Toulouse
G. TOUCHARD	Professeur, Université de Poitiers
H. JANAH	Ingénieur R&D, Nexans
J. MATALLANA	Ingénieur R&D, Nexans
S. AGNEL	Maître de Conférences, Université Montpellier 2
A. TOUREILLE	Professeur, Université Montpellier 2
P. MIREBEAU	Ingénieur R&D, Nexans (Membre Invité)
J. CASTELLON	Ingénieur R&D, Am2e (Membre Invité)

Résumé :

La méthode de l'onde thermique (MOT) est une méthode non destructive de détermination de densité de charges d'espace dans les isolants solides. Elle a permis, par le passé, de montrer une étroite corrélation entre les performances de l'isolation des câbles haute tension extrudés, la formation et l'évolution de zones de charges d'espace. De récents travaux ont également mis en évidence l'importance de l'effet de la température dans l'établissement de ces zones.

Dans ce mémoire, nous présentons une étude de faisabilité d'application de la MOT sur câbles extrudés soumis à des conditions proches de celles des câbles haute tension à courant continu en fonctionnement : champ électrique appliqué et gradient thermique.

L'étude réalisée en configuration plaque sur EPDM, matériau présentant une forte conductibilité à température ambiante, a permis de simuler les phénomènes se produisant dans le polyéthylène soumis à un champ électrique continu et à un gradient thermique.

L'étude faite sur câbles semble corroborer les études théoriques : un suivi de l'évolution temporelle des charges d'espace a ainsi mis en évidence l'inversion de la pente du champ électrique interne de l'isolant par rapport au champ de Laplace, et la forte influence de ces charges.

- Nom du doctorant : **Mounir HAIROUR**

Titre de la Thèse : Étude diélectrique d'une isolation hybride gaz-solide pour appareillage haute tension

Composition du jury :

G. TOUCHARD	Professeur, Université de Poitiers
A. BEROUAL	Professeur, École Centrale de Lyon
J. MARTINEZ-VEGA	Professeur, Université Paul Sabatier de Toulouse
J-L. BESSEDE	Ingénieur R&D, AREVA T&D
M. HASSANZADEH	Ingénieur R&D, AREVA T&D
J. CASTELLON	Maître de Conférences, Université Montpellier 2
S. AGNEL	Maître de Conférences, Université Montpellier 2
A. TOUREILLE	Professeur émérite, Université Montpellier 2

Résumé :

Ce travail s'inscrit dans le cadre de la recherche d'une alternative à l'utilisation du gaz hexafluorure de soufre (SF_6) dans l'appareillage électrique Haute Tension et plus particulièrement les postes à isolation gazeuse. Ce gaz possède de bonnes propriétés diélectriques mais son potentiel de réchauffement global (GWP) est estimé à 23900 fois celui du dioxyde de carbone (CO_2). Malheureusement, les gaz dits simples tels que l'azote (N_2) présentent une tenue diélectrique deux à trois fois plus faible que celle du SF_6.

Dans le but d'améliorer la tenue diélectrique du système, on se propose d'appliquer sur les conducteurs un revêtement isolant à base de silicone constitué d'une sous-couche semi-conductrice d'épaisseur 0.5 mm et d'une couche isolante d'épaisseur 1.5 mm, afin de limiter ou supprimer le rôle des électrons du métal.

Les essais diélectriques réalisés sous une tension de choc de foudre dans des conditions expérimentales proches de la pratique industrielle montrent, qu'en présence de N_2, la tenue diélectrique du système avec revêtement est régie par le gaz. Par conséquent, l'application du revêtement sur les conducteurs diminue la tenue diélectrique du système (effet capacitif).

Ces essais montrent, cependant, qu'il est possible d'améliorer la tenue diélectrique du système avec le revêtement, en présence de SF_6 en polarité négative. Les paramètres importants semblent être, la propreté du gaz, le degré d'ionisation du gaz et surtout les charges qui se déposent à l'interface gaz-revêtement, qui dans certaines conditions ont un effet bénéfique : ce dernier résultat donne une piste aux travaux futurs.

- Nom du doctorant : **Laurent BANET**

Titre de la Thèse : Étude des propriétés diélectriques de matériaux nanocomposites innovants – Application à l'isolation des alternateurs de puissance du futur

Composition du jury :

T. PAILLAT	Maître de Conférences, Université de Poitiers
G. TEYSSEDRE	Directeur de Recherche CNRS, Université de Toulouse
M. FRECHETTE	Chercheur Sénior (R&D), IREQ, Montréal
P. FUGIER	Ingénieur R&D, CEA-Liten, Grenoble
J-P. HABBAS	Professeur des universités, Université Montpellier 2
O. LESSAINT	Directeur de Recherche CNRS, Université de Grenoble
S. AGNEL	Professeur des universités, Université Montpellier 2
J. CASTELLON	Maître de Conférences, Université Montpellier 2

Résumé :

Ce travail a pour objectif d'évaluer l'impact de la nanostructuration de résines d'imprégnation, destinées aux isolations statoriques d'alternateur de puissance, sur leurs propriétés électriques et thermiques. La première étape concerne l'étude de résines d'imprégnation aux propriétés physiques supérieures à celles des résines actuellement utilisées. La seconde étape concerne la détermination des caractéristiques de prototypes industriels développés par les sociétés Von Roll et Alstom ; ces prototypes sont composés d'un substrat « ruban » (composé de papier micacé et de tissu de verre) imprégné d'une résine innovante.

Les améliorations apportées par les modifications des résines et des rubans permettent d'obtenir, dans le meilleur des cas, des augmentations respectives pouvant aller jusqu'à 14 % pour la rigidité diélectrique, 30 % pour la diffusivité thermique et 100 % pour l'endurance en tension. Une diminution allant jusqu'à 33 % des niveaux de charges d'espace accumulées est aussi observable.

Les résultats obtenus lors de ce travail de thèse montrent qu'il est possible, dans certains cas, d'améliorer les propriétés électriques et/ou thermiques des isolations en modifiant les résines de référence par l'ajout de particules submicroniques de nitrure de bore (BN) et/ou de nanoparticules de dioxyde de silicium (SiO_2). Cependant, il est également montré que ces propriétés peuvent être fortement influencées par le processus de fabrication, notamment par les paramètres de polymérisation.

- Nom du doctorant : **Ioana PREDA**

Titre de la Thèse : Caractérisation et modélisation de matériaux isolants nanocomposites par des méthodes diélectriques

Objectifs :

Le sujet de la thèse d'**Ioana Preda** porte sur la caractérisation et la modélisation de matériaux isolants nanocomposites par des méthodes diélectriques. Les matériaux analysés ont été des résines époxy avec des nanoparticules sphériques (silice) ou sous forme de feuillets empilés (silicates empilés = montmorillonite = C30B).

En ce qui concerne la caractérisation de ces matériaux diélectriques, la spectroscopie diélectrique a été considérée comme étant un outil suffisamment sensible aux changements apparus au niveau microscopique suite à l'addition des nanoparticules. La sensibilité de la méthode est due au fait que les atomes et les molécules qui constituent le polymère sont des dipôles électrostatiques qui peuvent s'orienter sous l'action du champ électrique (phénomène de polarisation). La silice et les silicates empilés, qui sont des matériaux cristallins, ne peuvent pas s'orienter pour suivre les changements du champ électrique appliqué. Par contre, ils peuvent influencer la réponse diélectrique de la matrice parce qu'ils bloquent le mouvement des chaines carbonées du polymère.

Grâce aux mesures de permittivité réalisées en utilisant la spectroscopie diélectrique à des températures fixes et dans certaines gammes de fréquence (mHz-MHz), le comportement du matériau nanodiélectrique est analysé et les pertes diélectriques sont relevées. En utilisant un balayage en température (-150°C – +200°C) en même temps que le balayage en fréquence, le comportement global du matériau peut être caractérisé.

La réponse diélectrique à une certaine température peut être modélisée en fonction du temps de relaxation (temps nécessaire pour le retour à l'équilibre après avoir enlevé le champ électrique). Les modèles utilisés (Debye, Cole-Cole, Havriliak-Negami) offrent des équations pour relier la permittivité avec le temps de relaxation, la fréquence et la température et d'autres paramètres supplémentaires appelés paramètres de forme. Pour obtenir tous ces paramètres, une procédure de lissage (« fitting ») est nécessaire. Des logiciels de simulation comme Mathematica ou Matlab peuvent réaliser le lissage en utilisant des algorithmes numériques propres. Une fois les paramètres identifiés, ils peuvent être utilisés pour aller plus loin dans la caractérisation des matériaux nanocomposites en déterminant, par exemple, l'énergie d'activation thermique ou le facteur de fragilité mécanique.

Afin d'aller plus loin dans la compréhension comportement thermique des nanodielectriques, une analyse calorimétrique différentielle (DSC – Differential Scanning Calorimetry) du matériau peut être réalisée. La température de transition vitreuse ainsi que le degré de cuisson et de réticulation peuvent être identifiés en analysant des thermogrammes.

Le matériau dialectique parfait n'existe pas. A la fin du processus de préparation, des produits secondaires de réticulation ainsi que l'eau absorbée de l'atmosphère peuvent se retrouver dans le matériau. Tous ces produits « résiduels » ont un moment dipolaire propre et ils vont générer des pertes diélectriques. Une méthode pour quantifier la teneur en produits volatiles du matériau est l'analyse thermogravimetrique (TGA –

Thermogravimetric Analysis). Si le matériau contient trop de produits résiduels et de l'eau, un post – traitement thermique peut être réalisé pour les enlever. Celui-ci consiste à chauffer l'échantillon à une température supérieure à sa température de réticulation pendant un certain temps spécifique au matériau. Par contre, ce traitement n'est pas sans conséquence car tout traitement thermique appliqué à l'échantillon provoque un vieillissement thermique. Un compromis doit alors être réalisé entre la durée du post-traitement et le pourcentage de produits volatiles qui sera éliminé.

Dans le cadre de sa thèse, Ioana Preda a réalisé la caractérisation diélectrique de plusieurs séries d'échantillons fournis par ABB Switzerland (époxy chargée de silice) et le projet européen Anastasia (époxy + C30B). A part les différences entre les échantillons polymère purs et ceux contenant des nanoparticules, l'influence du traitement de surface « subi » par les nanoparticules avant d'être mélangé avec la matrice polymère a été aussi prouvée. L'influence de l'utilisation des additifs spéciaux dans la matrice polymère (flex = plastifiant) ainsi que l'importance des méthodes utilisées pour réaliser l'incorporation des nanoparticules et du polymère (US = ultrasound sonication) ont été aussi investiguées.

L'identification des paramètres a été réalisée en utilisant des logiciels propres réalisés à l'aide de Matlab qui ont été développés dans le cadre de la thèse. Le modèle proposé par Havriliak et Negami a été choisi pour l'identification des paramètres car celui-ci est le modèle le plus récent et il englobe les modèles antérieurs.

Pour la partie « modélisation » de la thèse, l'utilisation des logiciels Comsol et Matlab est envisagée pour simuler les matériaux nanocomposites et leur comportement sous l'action d'un champ électrique.

- Nom du doctorant : **Aurélien HASCOAT**

Titre de la Thèse : Vieillissement des isolants polyéthylènes pour câbles haute tension à courant continu

Objectifs :

La volonté actuelle de développer et exploiter au mieux les différentes sources d'énergies renouvelables pousse les acteurs du secteur énergétique à étudier le transit de puissance en courant continu. L'utilisation de câbles synthétiques en polyéthylène réticulé dans la réalisation d'interconnexion à courant continu permet un gain en transit de l'ordre de 8% par rapport à une technologie en papier imprégné.

Des études sont actuellement menées pour comprendre les cinétiques de dégradation des isolants synthétiques soumis à une contrainte électrique continue. Cette problématique a été largement étudiée en régime alternatif (AC), un peu moins lorsque ceux-ci sont utilisés en courant continu (DC). A l'heure actuelle, les processus de qualification des câbles à courant continu utilisent la loi de vieillissement établie pour les câbles AC sans prendre en compte les spécificités du courant continu.

En effet, de par la sollicitation électrique constante soumise à l'isolation des câbles DC, des charges électriques (communément appelées charges d'espace) sont injectées dans l'isolant et modifient la répartition du

champ électrique interne. La présence de charges d'espace dans le matériau induit des renforcements locaux de champ électrique importants, lesquels vont conduire à une forte distorsion du champ théorique. Ce renforcement de champ local peut engendrer une accélération du vieillissement.

De plus, la résistivité électrique de l'isolant en courant continu dépend fortement de la température du champ électrique et de la température. La combinaison des gradients électriques et thermiques appliqués à l'isolation des câbles conduit à une modification de la distribution du champ électrique dans l'isolant.

L'objectif de cette thèse est d'étudier les mécanismes de vieillissement des isolants sous contraintes continues et de générer une loi de vieillissement qui prend en compte l'influence des phénomènes tels que les charges d'espace, la température ou encore le champ électrique.

4. RELATIONS AVEC LE MONDE INDUSTRIEL

Sont décrits ci-après les contrats de recherche en relation avec l'industrie dans lesquels je suis intervenu en qualité de participant, responsable ou co-responsable et pour lesquels j'ai assuré partiellement ou intégralement les travaux, la rédaction de rapports et la présentation des résultats.

[CR1] 02/1994-06/1994 GEC-ALSTHOM (Belfort) : "Faisabilité de la Méthode de l'Onde Thermique sur les matériaux et composants isolants des machines tournantes", (Financement des travaux de Stage DEA de J. Castellon).

[CR2] 10/1994-10/1996 GEC-ALSTHOM (Belfort et Lyon) "Caractérisation et Optimisation des matériaux et composants isolants des machines tournantes", (Financement travaux de Thèse de J. Castellon).

[CR3] 10/1995-11/1995 ALCATEL CABLE : "Analyses de charges d'espace dans les câbles H.T.".

[CR4] 03/1995-05/1995 ALCATEL ALSTHOM RECHERCHE : "Mesures de charges d'espace dans les câbles modèles".

[CR5] 06/1995-06/1995 BOREALIS : "Mesures de charges d'espace dans les câbles HT".

[CR6] 10/1996-10/1997 GEC ALSTHOM : Belfort "Caractérisation de matériaux composites", co-responsable (avec A. Toureille).

[CR7] 10/1997-01/1998 SCHNEIDER-ELECTRICS : "Caractérisation électrique de résines époxy par la méthode de l'onde thermique et la technique des CDTS", co-responsable (avec S. Malrieu Am2e).

[CR8] 03/1998-08/1998 BOREALIS (Suède) : "Mesures de charges d'espace sur plaques de polyéthylène", co-responsable (avec S. Malrieu Am2e).

[CR9] 09/1998-01/2002 BRITE-EURAM Projet Européen ARTEMIS "Étude de la fiabilité et du vieillissement des câbles d'énergie : définitions des marqueurs du vieillissement et des méthodes de diagnostics des systèmes isolants".

[CR10] 09/1998-09/1999 ALSTOM T&D : "Étude de refroidisseurs de composants d'électronique de puissance par la Méthode de l'Onde Thermique", co-responsable (avec S. Malrieu Am2e).

[CR11] 10/1998-04/1999 LABORELEC (Groupe SUEZ) : "Étude de la corrélation entre les arborescences d'eau et les charges d'espace par la Méthode de l'Onde Thermique", responsable

[CR12] 11/2005 – 12/2005 LABORELEC (Groupe SUEZ) : "Constitution d'une banque de données de câbles HT"

[CR13] 09/1999-12/2000 DASSAULT ELECTRONIQUE – DGA : "Étude de la tenue en tension des diélectriques", co-responsable (avec A. Toureille)

[CR14] 10/1999-11/1999 INSTITUT TEXTILE DE France : "Choix de matériaux isolants et dimensionnement énergétique d'un système d'imprégnation de textile par voie électrostatique", responsable

[CR15] 11/1999-06/2000 SCHNEIDER ELECTRICS : "Étude de systèmes isolants à base d'époxy chargée", co-responsable (avec S. Malrieu Am2e)

[CR16] 01/2000-12/2000 NEXANS : "Installation de la Méthode de l'Onde Thermique pour la caractérisation des câbles HT à courant continu sur site", co-responsable (avec S. Malrieu Am2e)

[CR17] 2000 – 2012 NEXANS : "Mise à niveau et maintenance annuelle d'un banc expérimental de mesures de charges d'espace", responsable.

[CR18] 01/2001-11/2004 NEXANS "Dynamique des charges d'espace dans les isolants synthétiques sous champ électrique et gradient de température", co-encadrement des travaux de thèse de Nicolas Didon.

[CR19] 09/2001-06/2002 SEMCO Engineering : "Étude de Chucks électrostatiques par la Méthode de L'Onde Thermique", co-responsable (S. Malrieu Am2e).

[CR20] 11/2001-12/2001 RECYCL'AIR : "Étude d'un système de piégeage électrostatique de particules de carbone", co-responsable (S. Malrieu Am2e).

[CR21] 09/2002-10/2002 ALTANA : Electrical Insulation GmbH (Allemagne) "Faisabilité de la Méthode de l'Onde Thermique sur fil émaillé", co-responsable (S. Malrieu Am2e).

[CR22] 10/2002-12/2002 ALSTOM DRC : "Étude d'échantillons à base d'époxy prélevés directement sur un disjoncteur HT par la Méthode de l'Onde Thermique", co-responsable (S. Malrieu Am2e)

[CR23] 10/2002-06/2003 ECE (Groupe ZODIAC) : "Étude du comportement de 7 isolants électriques pour l'avion plus électrique", co-responsable (S. Malrieu Am2e).

[CR24] 01/2003-06/2003 DAVEY BICKFORD : "Étude de détection de défauts de résistance sur initiateurs électro – pyrotechniques", responsable.

[CR25] 09/2003-06/2004 FCI/AREVA- AREVA : "Étude du vieillissement de films PET", co-responsable (S. Malrieu Am2e).

[CR26] 01/2004-12/2004 LABORELEC (Groupe SUEZ) : "Étude du vieillissement d'une barre d'alternateur 180 MW", responsable.

[CR27] 10/2003-07/2004 + 11/2004-10/2007 ALSTOM T&D puis AREVA T&D : "Conception et tests d'un système pilote type GIS à isolation hybride", co-encadrement des travaux de stage DEA et de thèse de M. Hairour.

[CR28] 10/2003 + 04/2004 + 06/2005 + 10/2005 + 12/2005+ 12/2007 LABORELEC (Groupe SUEZ) : "Étude d'un alternateur par la méthode de l'onde thermique directement sur son site d'exploitation", responsable

[CR29] 09/2004-01/2005 PORT AUTONOME DE MARSEILLE : "Analyse de câbles d'alimentation de portiques de manutention", responsable

[CR30] 09/2004 LABORELEC (Groupe SUEZ) : "Contrôle de la rigidité diélectrique d'un câble à isolation PVC"

[CR31] 01/2004-05/2005 LABORELEC (Groupe SUEZ) : "Vente et installation d'un banc de mesure de charges d'espace sur câbles MT et HT", responsable.

[CR32] 11/2004-02/2005 LABORELEC (Groupe SUEZ) : "Caractérisation d'isolants de câbles moyenne tension avec arborescences d'eau", responsable

[CR33] 03/2006-05/2006 NEXANS "Caractérisation par mesures de charges d'espace et de courants thermostimulés d'objets de type EFI", co-responsable (avec S. Agnel)

[CR34] 2006 à 2011 ALCAN-Aluval : (Groupe Rio TINTO) "Mesures de résistivités transversales sur des échantillons composites", responsable.

[CR35] 2007 NEXANS : "Réalisation d'un programme de traitement numérique des données", co-responsable (avec P. Notingher).

[CR36] 05/2007-11/2007 THALES ELECTRON DEVICES : (Expertise d'isolation de tubes à ondes progressives), responsable.

[CR37] 11/2007-12/2007 THALES ELECTRON DEVICES : "Étude préliminaire sur l'analyse des facultés de charge en surface de céramiques", co-responsable (avec S. Agnel)

[CR38] 2009 à 2012 Contrat Européen 7ème PCRD (Advanced NAno-Structured TApeS for electrotechnical high power Insulating Applications « ANASTASIA »), responsable.

[CR39] 2009 à 2010 SEDIVER : "Étude des propriétés diélectriques de matériaux élastomères utilisés dans les isolateurs haute tension", responsable.

[CR40] 2009 à 2011 NEXANS : "Étude des propriétés diélectriques de matériaux isolants pour câble haute tension", responsable.

[CR41] 2011 à 2013 NEXANS : "Étude de l'influence de sous produits de réticulation" co-responsable (avec P. Notingher).

[CR42] 2012 à 2013 LAPLACE : "Étude de l'influence d'ondes de chocs sur les propriétés diélectriques de films isolants", responsable.

[CR43] 2012 LABORELEC (Groupe SUEZ) : "Caractérisation par des mesures de diffusivités thermiques de structures isolantes", responsable.

[CR44] 2012 à 2015 EDF : " Vieillissement des isolants polyéthylènes en courant continu " co-encadrement des travaux de thèse de H. Hascoat.

[CR45] 2012 à 2013 NEXANS : "Étude et réalisation d'un équipement de mesures de charges d'espace sous champ électrique directement sur des câbles haute tension dits Full Size" co-responsable (avec P. Notingher).

[CR46] 2013 ALSTOM GRID (GB): "Development of the instrumentation for the deployment of a Thermal Step Method (TSM) Probe", co-responsable (avec P. Notingher).

5. COLLABORATIONS ET ACTIVITÉS INTERNATIONALES

5.1. INTRODUCTION

Depuis le début de mes activités de recherches en 1994 jusqu'à aujourd'hui, j'ai eu l'opportunité de participer à de nombreux projets de recherche associant des intervenants industriels et universitaires français et étrangers. Une description de ces projets ainsi que mes différentes implications personnelles sont décrites ci-après.

Mes collaborations et activités de recherche internationales ont été menées à travers une collaboration durable, 17 ans aujourd'hui, et étroite avec la société Laborelec en Belgique (Groupe SUEZ) dont la liste des différents contrats est donnée dans le paragraphe précédent. Mes travaux ont essentiellement porté sur l'étude de câbles de transport et de distribution de l'énergie électrique et d'alternateurs de puissance de centrales et ont abouti en 2005 sur un transfert technologique de la méthode de l'onde thermique sur le site de Linkebeek.

D'autres collaborations ont été menées avec les sociétés Nexans en Norvège et Alstom Grid en Angleterre [CR46].

Depuis 2002, j'ai intégré le comité d'étude D1 "Matériaux et Technologies émergentes" du Conseil International sur les Grands Réseaux électriques "CIGRE" dont l'activité est orientée vers le suivi et l'évaluation des matériaux pour l'électrotechnologie, existants ou nouveaux, les techniques de diagnostics et les règles de connaissance associées ainsi que les technologies émergentes ayant un impact potentiel à moyen et long termes sur les réseaux. Je suis intervenu, en tant qu'expert, en apportant ma maîtrise des techniques de caractérisation électrique des matériaux isolants soumis à de forts champs électriques, dans plusieurs groupes de travail ou "Task Forces" tels que:

- WG D1-07 : "Solid insulating materials for rotating machines" ;
- WG D1-12-1 : "Materials for dc applications" [O1] [RI5] ;
- TF D1-16-1 : "Interfaces in HVDC Extruded Cables" ;
- TF D1-16-3 : "Nanodielectrics" [RI7];
- WG D1-24 : "Potential of Polymer Nanocomposites as Electrical Insulation in Highly Stressed Insulation Material in AC and DC Application" [O6] [RI14,15];
- TF D1-20 : " Non-destructive Detection of Water Trees in XLPE Insulation " [O7] ;
- WG D1-40 : "Functional Nanomaterials for Electric Power Industry" ;

Ces différents groupes de travail se réunissent une à deux fois par an pour présenter l'état d'avancement des travaux et des livrables et définir les suites à donner aux implications de chacun des partenaires. Le contenu

et mes implications dans ces divers groupes de travail (étalés pour chacun sur une durée comprise entre 3 et 4 ans) sont détaillés dans le paragraphe 3 « Activités de Recherche » du mémoire.

Le CIGRE compte 16 comités d'études réunissant plus de 2500 experts internationaux axés sur des systèmes du génie électrique spécifiques. J'ai intégré, depuis 2011, le comité d'étude B1 les "Câbles Isolés" qui couvre le large spectre des systèmes de câbles pour le transport de l'énergie électrique. J'interviens, désormais, en tant qu'expert dans des groupes de travail qui traitent des sujets préférentiels définis dans le cadre de ce comité d'étude.

Dès 2009, de part la forte croissance des contributions dans le domaine des nanodiélectriques, l'Institute of Electrical and Electronics Engineers (IEEE) patronne un comité technique IEEE sur les nanodiélectriques. Ce comité, dont j'assure le secrétariat, compte 17 membres internationaux chargés, entre autres, de fournir un état de l'art des données émergentes et définir les besoins pour les données manquantes, d'évaluer le potentiel des nanodiélectriques pour améliorer les performances des systèmes utilisés en électrotechnique et entretenir des relations solides avec d'autres scientifiques et les organismes de normalisations. Le premier « Workshop » de notre comité s'est tenu le 14 octobre 2012 à Montréal (Canada) [RI20] [RS7].

5.2. Projets Européens

5.2.1. ARPEGE (Applications et Recherches sur les Polymères en Génie Electrique)

De 1994 à 1998, j'ai participé au réseau européen de laboratoires s'inscrivant dans un programme scientifique de l'Union Européenne : "Capital Humain et Mobilité" intitulé ARPEGE (Applications et Recherches sur les Polymères en Génie Électrique) coordonné par le Professeur Alain Toureille. L'objectif de ce projet était de rapprocher des compétences aussi variées que complémentaires telles que la synthèse et la caractérisation physico-chimique de polymères par des laboratoires anglais, espagnols et français, ou bien telles que la caractérisation électrique (pertes diélectriques, rigidité diélectrique ou observations de charges électriques) par des laboratoires allemands, espagnols, français et italiens. L'objectif principal de ce réseau était de permettre une augmentation des connaissances dans le domaine des polymères utilisés en Génie Électrique et de trouver de nouveaux polymères aux applications industrielles intéressantes.

5.2.2. Brite Euram ARTEMIS (Ageing and Reliability TEsting and Monitoring of power cables : diagnosis for Insulation Systems)

De 1998 à 2002, j'ai été chargé de coordonner et d'effectuer des caractérisations par la MOT directement sur des longueurs de câble de transport d'énergie dans plusieurs sites industriels, sous plusieurs contraintes appliquées, et après différentes étapes de vieillissement. J'ai ainsi montré que le niveau de charge d'espace augmentait avec la durée de vieillissement Cette étude a été réalisée durant 40 mois dans le cadre d'un projet

européen Brite-Euram intitulé "ARTEMIS" (Ageing and Reliability TEsting and Monitoring of Power Cables : Diagnosis for Insulation Systems). L'intérêt de ce projet était de définir des marqueurs du vieillissement des câbles de transport d'énergie et de définir les techniques de diagnostic associées. A l'issue du projet, la communauté du réseau a admis et préconisé la charge d'espace comme marqueur potentiel de vieillissement des câbles de transport d'énergie et la Méthode de l'Onde Thermique comme technique de diagnostic du vieillissement [CI11-13].

5.2.3. ANASTASIA (ADVANCED NANO-STRUCTURED TAPES FOR ELECTROTECHNICAL HIGH POWER NSULATING APPLICATIONS)

Les nombreux travaux menés sur les isolations d'alternateurs de puissance ainsi que sur les matériaux nanocomposites m'ont permis de contribuer au montage d'un projet Européen 7ème PCRD intitulé ANASTASIA (Advanced NAno-Structured TApeS for electrotechnical high power Insulating Applications) [CR38]. Les partenaires industriels ont été le CEA-LITEN (France), ALSTOM, VON ROLL (Suisse), LABORELEC (Belgique) et HYDRO-QUEBEC (Canada) et les Universités de Montpellier (France), Nottingham et Southampton (G.B.), polytechnique de Turin (Italie). L'objectif de ce projet d'une durée de 3 ans (2009-2012), et pour lequel j'étais le coordinateur d'un Work Package intitulé « Tape characterization / process control », était de développer de nouveaux isolants électriques et des processus pour améliorer le rendement de conversion énergétique de systèmes électrotechniques. Aujourd'hui, le rendement de conversion énergétique des alternateurs de puissance est limité autant par les aspects thermiques qu'électriques en raison de leur type d'isolation électrique (bandes isolantes rubanées autour du conducteur). Les limitations actuelles des isolations rubanées viennent de la structure multicouche hétérogène réunissant des matériaux différents comme le tissu de fibres de verre (renfort mécanique), le mica (diélectrique) et une matrice polymère (liant). Le développement visé nécessite des matériaux plus performants (+40% en tenue en tension, et +60% en conduction thermique), qui seront obtenus par l'incorporation de nanoparticules inorganiques. À terme, une isolation homogène beaucoup plus mince (-30%) devrait permettre la conception de générateurs plus compacts. Les travaux réalisés au GEM (Groupe Energie Matériaux) ont concerné essentiellement l'étude des différents phénomènes de piégeage / relaxation des charges électriques et de conduction volumique afin de pouvoir agir sur la nature des matériaux nanocomposites utilisés, leur synthèse et leur processus de mise en œuvre. Les travaux de thèse de **Laurent BANET** et **Ioana PREDA** constituent déjà à ce jour un élément de réponse à l'influence des nanoparticules sur les propriétés électriques des matériaux.

5.3. PROJET VAMAS (VERSAILLES PROJECT ON ADVANCED MATERIALS AND STANDARDS)

De 2008 à 2010, j'ai été le co-leader du projet collaboratif VAMAS (Versailles project on Advanced Materials And Standards) réunissant des partenaires allemands, canadiens, français, italiens et japonais sur « la détermination des caractéristiques diélectriques des polymères nanocomposites ». En effet, ce projet était inscrit

dans l'action technique de travail VAMAS-TW33 « Polymer Nanocomposites » et l'objectif majeur a été de positionner la méthode de l'onde thermique comme étant une technique potentielle pour mesurer les charges d'espace dans les polymères nanocomposites. Le but était de profiter des liens entre les groupes de travail du réseau VAMAS avec ceux des organismes de normalisation ISO/TC229 et IEC/TC113 afin de développer des standards de mesures et de caractérisations de matériaux nanostructurés utilisés dans l'industrie.

5.4. PROJET CMCU (COMITÉ MIXTE DE COOPÉRATION INTERUNIVERSITAIRE)

De 2001 à 2004, je me suis investi dans un projet de recherche CMCU (Comité Mixte de Coopération Universitaire) intitulé "Étude des charges d'espace dans les couches minces diélectriques" associant le Laboratoire d'Électrotechnique de Montpellier à l'Institut Préparatoire aux Études d'Ingénieurs de SFAX « IPEIS » (Tunisie). Ce programme de coopération visait à établir des liens scientifiques entre les deux universités et à travailler sur un projet de recherche devant contribuer à la formation à la recherche et par la recherche (durée de 3 ans). Dans le cadre de ce projet, j'ai participé à l'accueil et à la formation des chercheurs tunisiens se rendant périodiquement à Montpellier pour se familiariser aux techniques que nous avons développées. J'ai ainsi pu encadrer des chercheurs tunisiens venus se familiariser, lors de différents séjours, avec nos techniques de test des isolants solides. J'ai également coordonné l'installation en décembre 2001 de la Méthode de l'Onde Thermique à SFAX.

5.5. PROJET DE SCIENCES OTAN (COOPERATIVE SCIENCE AND TECHNOLOGY)

Entre 2003 et 2005, j'ai participé à un projet de coopération international dans le cadre du programme « Cooperative Science and Technology » de l'Organisation de l'Atlantique Nord. Coordonné par le Laboratoire de Génie Électrique de Toulouse et intégrant le Laboratoire d'Électrotechnique de Montpellier, ce projet, auquel participaient 5 équipes de recherche françaises, roumaines et italiennes, était dédié au renforcement de la coopération scientifique au moyen de bourses de mobilité. La thématique du projet intitulé « Multifactor accelerated aging of electrical insulation under conflict conditions and remedial actions » portait sur le vieillissement sous contraintes combinées des isolations électriques dans des conditions de conflit et sur les actions remèdes. Ces travaux ont pu être menés à travers une forte mobilité des différents chercheurs impliqués.

5.6. PROJET DE RECHERCHE ECO-NET (COOPERATIVE SCIENCE AND TECHNOLOGY)

Entre 2005 et 2007, je me suis investi dans le projet de recherche tripartite ECO-NET liant la France, la Roumanie et la Pologne, supporté par le Ministère des Affaires Étrangères et Européennes Français, et intitulé

"Estimation de l'état de vieillissement et de la réserve de durée de vie des isolants polymères par des mesures non destructives de charges d'espace". Les travaux menés dans ce projet ont eu pour objet la mise au point d'une procédure non destructive pour évaluer l'état de vieillissement et la réserve de durée de vie des isolations des câbles moyenne et haute tension. Ces travaux, essentiellement menés par Cristina Stancu dans le cadre de sa thèse doctorale, ont donné lieu à de nombreuses publications dont j'ai été co-auteur qui ont permis d'établir une corrélation entre la charge d'espace et l'apparition et le développement des arborescences d'eau dans les isolations synthétiques pour câbles [CI29]. Il est important de préciser que les arborescences d'eau sont la principale cause de défaillance des câbles moyenne tension.

6. ACTIVITÉS DIVERSES

6.1. ACTIVITÉ D'ANIMATION

Après de nombreuses années de participations dans les actions traitant du domaine des matériaux diélectriques menées au sein des Groupements de Recherche tels que le GDR SDSE « Sûreté Des Systèmes en Électrotechnique » dès 1998, puis le GDR ME2MS (Maîtrise de l'Énergie Électrique du Matériau au Système) et le GDR SEEDS (Systèmes d'Énergie Électrique dans leur Dimension Sociétale), j'anime dans le cadre de ce dernier, l'action fédératrice « Meilleure compréhension des différentes techniques de caractérisation et de simulation / information et réflexion sur ces différentes techniques » (http://www.seedsresearch.eu/fr/socle-materiaux). Cette action, à laquelle participent 9 laboratoires universitaires français (LAPLACE Toulouse, G2ELAB Grenoble, IFOS Lyon, LMS Poitiers, ESPCI Paris, AMPERE Lyon, DTI Reims, SUPELEC et l'IES Montpellier), tous membres du « Groupe Matériaux » issu du socle « Matériaux », a pour objectifs de recenser les différentes techniques disponibles au sein du groupe, de préciser leur principe, avantages et inconvénients afin d'optimiser et fiabiliser au mieux les caractérisations des isolants et faciliter les interprétations des résultats obtenus.

6.2. ORGANISATION DE CONFÉRENCES

Depuis 1998, je suis membre de la Société Française d'Électrostatique (SFE). Ainsi, en juillet 2000, nous avons organisé à Montpellier la 2ème Conférence sur l'Électrostatique (SFE 2000). Membre du comité d'organisation, je me suis investi afin que ce colloque réunissant universitaires et industriels soit conforme aux attentes de tous (80 participants européens, américains et japonais). 10 ans plus tard, en août 2010, la 7ème édition de cette conférence a été à nouveau organisée à Montpellier avec une envergure internationale puisque 50% des articles scientifiques acceptés étaient signés par des chercheurs étrangers. Mes fonctions de membre du comité

d'organisation m'ont amené à évaluer et programmer les contributions, organiser les sessions et gérer les conférences invitées.

En septembre 2001, a eu lieu à l'Université Montpellier 2 le congrès international « Polymers in the Third Millenium », organisé sous l'égide de la Society of Chemical Industry, de l'IEEE Dielectrics and Electrical Insulation Society et de la revue « Polymer International ». A cette manifestation, comptant 5 sessions orales en parallèle et 2 sessions posters, ont participé 350 chercheurs du monde entier. J'ai fait partie du comité d'organisation de ce congrès, au sein duquel je me suis occupé de l'organisation et de la gestion de l'une des 5 sessions et de la logistique des systèmes audiovisuels.

En mai 2005, s'est tenue à Montpellier la conférence JCGE'05 (Jeunes Chercheurs en Génie Électrique). JCGE a pour vocation la mise en valeur des viviers et des potentialités de nos laboratoires de recherche. Les jeunes chercheurs spécialistes en génie électrique peuvent y faire le point sur les recherches théoriques et/ou technologiques, tout en se faisant mieux connaître de la communauté scientifique et des représentants de l'industrie. Le LEM a été chargé par le comité d'organisation permanent d'assurer la préparation et l'accueil de cette édition 2005. J'ai donc été membre du comité d'organisation et me suis investi afin que cette conférence se déroule dans les meilleures conditions possibles.

Parallèlement à la 7ème Conférence sur l'Électrostatique (SFE2010), nous étions en charge d'organiser le 5ème Colloque sur les Matériaux pour le Génie Électrique (MGE2010). Cette édition de MGE, tenue à Montpellier en Août 2010, a regroupé environ 60 participants et s'est adressée à la communauté industrielle et académique qui s'intéresse à l'approche envisagée des matériaux conducteurs, diélectriques, magnétiques et supraconducteurs utilisés essentiellement en électrotechnique et en électronique de puissance. Membre du comité d'organisation, j'ai organisé les sessions et géré la logistique concernant les conférenciers invités.

J'ai intégré, en 2009, le « Technical Program Committee » du IEEE CEIDP (Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena) et j'interviens à ce titre dans la sélection des articles et l'organisation des sessions. Cette conférence, qui se tient tous les ans en Amérique du Nord réunit plus de 250 participants pour environ 200 contributions. Elle s'adresse aux spécialistes issus du monde entier, tant académiques qu'industriels, de l'isolation électrique et des phénomènes diélectriques. Mon implication au sein de ce comité technique, m'a permis d'être élu en 2011 pour 3 ans au sein du conseil du CEIDP au sein duquel, entre autre, nous décidons des lieux des prochaines conférences, nous votons les budgets, nous attribuons les titres honorifiques.

En 2008, nous avons reçu la responsabilité d'organiser le 14ème Symposium International sur les Électrets (ISE14) patronné par l'IEEE après ceux qui se sont tenus en 2002 à Melbourne (Australie), en 2005 à San Salvadore (Brésil) et en 2008 à Tokyo (Japon). Ce symposium, qui traite de sujets cruciaux aux développements d'applications notamment en énergétique, électronique et acoustique qui sont rattachés à des domaines

scientifiques aussi variés tels que l'ingénierie électrique, la science des matériaux, la physique de la matière condensée et la chimie, s'est tenu en aout 2011 à Montpellier. Il a regroupé 150 chercheurs en provenance de 34 pays. Il a été précédé d'un Workshop sur les « Électrets et phénomènes connexes en science de la vie » qui s'est tenu dans la salle des actes de la prestigieuse Faculté de Médecine de Montpellier. A ce titre, j'ai été vice-président du comité d'organisation et œuvré conjointement sur les aspects scientifiques, budgétaires et logistiques.

6.3. ACTIVITÉS EXERCÉES DANS DES CONSEILS, COMITÉS ET REVUES SCIENTIFIQUES

- Membre de Comités de sélection pour le recrutement de Maîtres de Conférences (2013) ;
- Membre élu au Conseil de la Faculté des Sciences de l'Université Montpellier 2 (mandat de 2010 à 2014);
- Membre élu du Conseil de la Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomea (CEIDP) « IEEE » (mandat de 2011 à 2013) ;
- Membre du Comité de programme technique de la Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomea (CEIDP) « IEEE » (depuis 2010);
- Vice-Président du Comité d'organisation du 14ème Symposium International des Électrets (ISE14) « IEEE », à Montpellier (2011);
- Membre du comité scientifique des conférences
    - 1èr Séminaire Européen sur les matériaux de câbles et d'accessoires HTCC : Comportement, Modélisation, Essais, Qualification JiCable HVDC'13, à Perpignan (2013);
- Membre du comité d'organisation des conférences
    - 2ème Conférence de la Société Française d'Électrostatique (SFE), à Montpellier (2000);
    - Conférence internationale Polymers in the Third Millenium (P3M), à Montpellier (2001);
    - 7ème journées Jeunes Chercheurs en Génie Électrique (JCGE), à Montpellier (2005);
    - 7ème Conférence de la Société Française d'Électrostatique (SFE), à Montpellier (2010);
    - 5ème Colloque sur les matériaux du Génie Électrique (MGE), à Montpellier (2010);
    - 14ème International Symposium on Electrets (ISE14), à Montpellier (2011).
- Rapporteur régulier pour les revues internationales :
    - European Journal of Electrical Engineering (depuis 2004) ;
    - IEEE Transactions on Industry application (depuis 2005) ;
    - IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation (depuis 2005).
    - Éditeur invité (« Guest Editor »)
    - Numéro spécial sur les électrets de la revue IEEE Transaction on Dielectrics and Electrical Insualtion, paru en août 2012.
    - Numéro spécial sur les matériaux pour le génie électrique de la revue European Journal of Electrical Engineering, paru en juin 2012.

6.4. DISTINCTIONS / PRIX DIVERS

- Prix Jeune Chercheur décerné par le comité scientifique de la conférence JiCâble 1995 pour « Radial and angular study of XLPE in HV cables by the thermal step method / Etude radiale et angulaire du PRC dans les câbles H.T par la méthode de l'onde thermique », 1995.
- Prix Sciences de la Matière et Technologie « Innovation–Recherche-Entreprise » décerné par l'ADER Languedoc–Roussillon et la Banque Populaire pour « Appareillage et procédé permettant de mesurer, localiser et quantifier les charges électriques dans un diélectrique sous champ électrique en appliquant une onde thermique », 2000.
- Prix IEEE Creativity and Innovation Prize Paper Award décerné par l'Electrostatic Process Committee of the Industry Applications Society recognizes pour « Determination of Electric Field and Space Charge in the Insulation of Power Cables with the Thermal Step Method using a New Mathematical Processing », 2011.

7. PUBLICATIONS

7.1. THÈSE DE DOCTORAT

[T1] Application des mesures de charges d'espace à la caractérisation de composants et matériaux composites industriels isolants

J. Castellon

Thèse de doctorat de l'Université Montpellier 2, soutenue le 26 Novembre 1997, Directeur de thèse : A. TOUREILLE

7.2. CONTRIBUTION À DES OUVRAGES ET BROCHURES TECHNIQUES

[O1] Space Charge Measurements in Dielectrics and insulating Materials - PEA, PWP (PIPWP & LIPP) and TSM methods

T. Takada, J. Holboell, **J. Castellon**, J. Densley, N. Hampton, R. Hegerberg, M. Henriksen, G.C. Montanari, P. Morshuis, M. Nagao, A. Toureille

Working Group D1.12, Brochure Technique CIGRE N°288, 2006

[O2] Les charges d'espace : définition, historique, mesure
A. Toureille, P. Notingher Jr, **J. Castellon**, S. Agnel
Chapitre 6 du livre « Matériaux diélectriques pour le génie électrique 1 : propriétés, vieillissement et modélisation », Edition Hermès, 2007, pp. 151-167.

[O3] La méthode de l'onde thermique pour la mesure des charges d'espace
A. Toureille, S. Agnel, P. Notingher Jr, **J. Castellon**
Chapitre 14 du livre « Matériaux diélectriques pour le génie électrique 1 : propriétés, vieillissement et modélisation », Edition Hermès, 2007, pp. 341-377.

[O4] Space charge : definition, history, measurement
A. Toureille, P. Notingher Jr, **J. Castellon**, S. Agnel
Chapitre 6 du livre « Dielectric materials for electrical engineering », Wiley Interscience, 2010, pp. 119-133.

[O5] The thermal step method for space charge measurements
A. Toureille, S. Agnel, P. Notingher Jr, **J. Castellon**
Chapitre 14 du livre « Dielectric materials for electrical engineering», Wiley Interscience, 2010, pp. 289-323.

[O6] Polymer Nanocomposites - Fundamental and Possible Applications to Power sectors
T. Tanaka, J. Kindersberger, M. Fréchette, **J. Castellon**, S. Gubanski, A. Krivda, J - P. Mattmann, G. C. Montanari, P. Morshuis, M. Nagao, S. Pélissou, C. Reed, T. Shimizu, S. Sutton, A. S. Vaughan
Working Group D1.24, Brochure Technique CIGRE N°451, 2011

[O7] Non destructive water-tree detection in XLPE cable insulation
J. Densley, S. Hvidsten, T. Blackburn, **J. Castellon**, S. Cherukupalli, A. Cookson, N. Hampton, B. Holmgren , P. Mattman, T. Mizutani, G.C. Montanari, S. Pelissou, F. Petzold, W. Schufft, K. Uchida
Working Group D1.20, Brochure Technique CIGRE N° 493, 2012

7.3. Articles de Revues Internationales Avec Comité de Lecture

[RI1] Space charge measurements by the thermal step method : results in some polymers
S. Malrieu, **J. Castellon**
Journal of Electrostatics, vol. 40 & 41, pp 283-288, 1997.

[RI2] The Thermal Step Technique : an advanced method for studying the properties and testing the quality of polymers
A. Toureille, P. Notingher Jr, N. Vella, **J. Castellon**, S. Malrieu, S. Agnel
Polymer International, Vol 46, N°2, pp 81-92, 1998.

[RI3] Comparison of Constitutive Wheat Bran Tissues by Dielectric Spectroscopy and Effect of their Moisture Content
C. Antoine, **J. Castellon**, A. Toureille, X. Rouau and L. Dissado
Polymer International, Volume 53, Issue 12, pp 2169-2177, 2004.

[R14] Comportement diélectrique du PET – Mesures de charges d'espace
S. Agnel, **J. Castellon**, P. Notingher Jr, A. Toureille, J.L. Franceschi, C. Laurent, D. Marty Dessus, D. Mary, A. Petre, G. Teyssedre
Revue Internationale du Génie Electrique, Vol 8, N°2, pp 205-220, 2005.

[RI5] Guide for Space Charge Measurements in Dielectrics and Insulating Materials
T. Takada, J. Holboell, **J. Castellon**, J. Densley, N. Hampton, R. Hegerberg, M. Henriksen, G.C. Montanari, P. Morshuis, M. Nagao, A. Toureille
Revue Electra - CIGRE, N°224, pp 53-63, 2006

[RI6] Distribution du champ électrique sous haute tension continue et gradient de température dans le diélectrique des câbles extrudés
N. Didon, S. Agnel, **J. Castellon**, P. Notingher JR, A. Toureille, J. Matallana, H. Janah, P. Mirebeau, R. Coelho
Journal of Electrostatics, Vol 64, Issues 7-9, pp 456-460, 2006.

[RI7] Emerging nanocomposite dielectrics
T. Tanaka, M. Frechette, D.P. Agoris, A. Campus, **J. Castellon**, J. Densley, R.S. Gorur, S.M. Gubanski, M. Henriksen, H. Hillborg, J. Holboell, M. Jeroensen, J. Kindersberger, J.Y. Koo, C. Krivda, G.C. Montanari, P. Morshuis, M. Nagao, S. Pelissou, C.M. Reed, H. sedding, T. Shimizu, H.J. Winter
Revue Electra - CIGRE, N°226, pp 24-32, 2006

[RI8] Nanostructured polymer microcomposites: a distinctive class of insulating materials
M.F. Fréchette, K. Cole, **J. Castellon**, G. Platbrood, R.Y. Larocque, M. Trudeau, R. Veillette, R. Rioux, S. Pelissou, s. Besner, M. Javan, M.T. Ton That, D. Desgagnés, S. Agnel, A. Toureille
IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 15, N°1, pp 90-105, 2008

[RI9] Computation of the Electric Field in Cable Insulation in the Presence of Water Trees and Space Charge
C. Stancu, P.V. Notingher, F. Ciuprina, P. Notingher Jr, **J. Castellon**, S. Agnel, A. Toureille
IEEE Transactions on Industry Applications, Vol. 45, N°1, pp 30-43, 2009

[RI10] Determination of Electric Field and Space Charge in the Insulation of Power Cables with the Thermal Step Method using a New Mathematical Processing
P. Notingher Jr, A. Toureille, S. Agnel, **J. Castellon**
IEEE Transactions on Industry Applications, Vol. 45, N°1, pp 67-74, 2009

[RI11] Electric field and space charge measurements in thick power cable insulation under long term ac and dc stress using the thermal step method
J. Castellon, P. Notingher Jr, S. Agnel, A. Toureille, J.F. Brame, P. Mirebeau, J. Matallana
IEEE Electrical Insulation Magazine, Vol.25, N°3, pp 30-42, 2009

[RI12] Measurement of electric charge in solid insulators by influence non destructive methods: The Thermal Step Method
P. Notingher Jr, S. Agnel, **J. Castellon**, A. Toureille, L. Boyer and O. Fruchier
Journal of Optoelectronics and Advanced Materials, Vol. 11, Iss. 5, pp 655-665, 2009

[RI13] Electrical Properties Analysis of micro and Nano Composite Epoxy resin Materials
J. Castellon, H.N. Nguyen, S. Agnel, A. Toureille, M. Frechette, S. Savoie, A. Krivda, L. Schmidt
IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 18, Issue 3, pp 651-658, 2011

[RI14] Dielectric Properties of XLPE/SiO2 Nanocomposites Based on CIGRE WG D1.24 Cooperative Test Results
T. Tanaka, A. Bulinski, **J. Castellon**, M. Frechette, S. Gubanski, J. Kindersberger, G.C. Montanari, M. Nagao, P. Morshuis, Y. Tanaka, S. Pelissou, A.S. Vaughan, Y. Ohki, C.W. Reed, S. Sutton
IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 18, Issue 5, pp. 1484-1517, 2011

[RI15] Characterization of Epoxy Micro and Nano Composite Materials for Power Engineering Applications
A. Krivda, T. Tanaka, M. Frechette, T. Andritsch, M. Anglhuber, **J. Castellon**, D. Fabiani, R. Gorur, S. Gubanski, J. Kindersberger, G. Iyer, G.C. Montanari, P. Morshuis, S. Pelissou, L.E. Schmidt, J. Seiler, Y. Tanaka, A.S. Vaughan
IEEE Electrical Insulation Magazine, Vol.28, N°2, pp 38-51, 2012

[RI16] Dielectric study of a cycloaliphatic UV-curable epoxy resin copolymerized with a low glass transition comonomer bearing methylene unit
C. Vanga Bouanga, H. Couderc, G. Malucelli, M. F. Fréchette, G. Camino, S. Savoie, **J. Castellon**, L. Banet
IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 19, Issue 4, pp. 1269-1282, 2012

[RI17] Potencial de nanodiectricos para aplicacoes em cabos de alta tensao
M. Fréchette, H. Couderc, C. Vanga, M.L. Trudeau, A. Allais, L. Kebbabi, **J. Castellon**, A. Toureille, E. David
Revue Eletricidade Moderna (EM), pp 164-175, 2012

[RI18] Dielectric Response of Various Partially Cured Epoxy Nanocomposites
I. Preda , **J. Castellon**, H. Couderc M. Frechette S. Savoie F. Gao , R. Nigmatullin , S.Thompson , AF. Vaessen
IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 20, Issue 2, pp. 580-591, April 2013.

[RI19] Silica/silica Layer-by-Layer assemblies on Polycarbonate: a dielectric study
F. Carosio, L. Banet, N. Freebody, M. Reading, **J. Castellon**, S. Agnel, A.S. Vaughan, G. Malucelli
Journal of Nanoparticle Research, soumis février 2013.

[RI20] Nanocomposite characterization and diagnostics tools
J. Castellon, I. Ramirez Vasquez, M. Fréchette, D. Fabiani
IEEE Electrical Insulation Magazine, accepté avril 2013.

7.4. Articles de Revues Nationales Avec Comité de Lecture

[RN1] Radial and angular study of XLPE in HV cables by the thermal step method / Etude radiale et angulaire du PRC dans les câbles H.T par la méthode de l'onde thermique
J. Castellon, S. Malrieu
Revue des Electriciens et des Electroniciens (REE), Hors série "Spécial câbles et isolants", pp 91-95, 1996.

[RN2] La méthode de l'onde thermique : une technique non destructive d'étude et de tests de matériaux isolants
S. Malrieu, **J. Castellon**, A. Toureille, P. Notingher Jr., N. Vella, S. Agnel
Revue Matériaux et Techniques, N°3-4, pp 3-13, 1999.

7.5. COMMUNICATIONS DANS DES CONFÉRENCES INTERNATIONALES AVEC PUBLICATION DES ACTES

[CI1] Radial and angular study of XLPE in HV cables by the thermal step method
J. Castellon, S. Malrieu
JICABLE 1995, Fourth International Conference on Insulated Power Cables (IEEE), Versailles, France, 25-29 juin 1995, pp.540-543. Lauréats du prix JICABLE'95 session Jeunes Chercheurs, présentation orale,

[CI2] Space charge measurements by the thermal-step-method in filled epoxy systems
J. Castellon, A. Toureille
CEIDP 1996 : IEEE Annual Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, San Francisco, USA, 21-23 Octobre 1996, pp 141-144

[CI3] Space charge measurements by the thermal step method : results in some polymers
S. Malrieu, **J. Castellon**
8th International Conference on Electrostatics, Poitiers, Futuroscope, France, 4-6 juin 1997, pp 283-288

[CI4] A new tool to study ageing of the winding insulation of electrical machines
J. Castellon, J. Bouquart, J.P. Reboul, A. Toureille
CEIDP 1997, IEEE Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena Minneapolis, USA, Octobre 1997, pp 447-450

[CI5] Space charge measurement applied to the ageing of industrial insulating composite materials
J. Castellon, A. Toureille
CSC'3, Troisième conférence internationale sur la Charge Électrique des Isolants Solides, 29 Juin - 3 Juillet 1998, Tours, France, pp 679-683

[CI6] Two techniques for an optimal characterization of PTFE : the Thermal Step Method and the Thermally Stimulated Discharge Currents
J. Castellon, S. Malrieu, A. Toureille
CEIDP 98, IEEE Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Atlanta, USA, Octobre 1998, pp 331-334

[CI7] Water treeing detection in 15kV cables using the thermal step method
J. Castellon, S. Malrieu, A. Toureille
JICABLE 1999, Fifth International Conference on Insulated Power Cables (IEEE), Versailles, France, 20-24 juin 1999, pp.745-749

[CI8] The Thermal Step Method : a diagnosis technique for high voltage engineering
S. Agnel, P. Notingher Jr, A. Toureille, **J. Castellon**, S. Malrieu
International Symposium on High Voltage Engineering 1999, London, 23-27 August 1999, Vol 5, pp. 5.116.S14-5.119S14 – présentation orale.

[CI9] Study of space charge dynamics directly on power cable using the Thermal Step Method
S. Agnel, P. Notingher Jr, A. Toureille, **J. Castellon** and S. Malrieu
CEIDP Austin, 17-20 october 1999, pp 50-53

[CI10] Measurement of space charge evolution in insulation of electrical machine winding: correlation with ac ageing
J. Castellon, S Malrieu, A Toureille
INSUCON 2002, The 9th International Electrical Insulation Conference (IEE), pp 165-170, Berlin, Germany, 18-20 June 2002, présentation orale.

[CI11] Survey of space charge evolution in high voltage cables submitted to ac voltage as part of ARTEMIS project
P. Notingher Jr, A. Toureille, S. Agnel, N. Didon, **J. Castellon**, S. Malrieu
JICABLE 2003, sixth International Conference on Insulated Power Cables (IEEE), Versailles, France, Juin 2003, pp 468-472, présentation orale.

[CI12] Evaluation and modelling of Thermo-electric ageing of XLPE insulated power cables : the ARTEMIS outcome
C. Laurent, A. Campus and co-authors (M. Albertini, A. Aslanides, J. Becker, T. Boucher, **J. Castellon**, A. Cavallini, R. Clavreul, N. Corne, P. Dejean, X. Delree, L. Dissado, J. Fothergill, B. Garros, G. Geerts, H. Janah, J. Matallana, G.C. Montanari, P. Notingher Jr., G. Platbrood, G. Stevens, G. Teyssedre, A. Toureille, J.C. Verite),
JICABLE 2003, sixth International Conference on Insulated Power Cables (IEEE), Versailles, France, pp. 525-530, juin 2003, présentation orale.

[CI13] On site TSM measurements on HV Cable loops in the frame of the Artemis project
J. Castellon, S. Malrieu, P. Notingher jr., A. Toureille, J. Becker, P. Dejean, H. Janah, J. Matallana, J-C. Vérité
JICABLE 2003, sixth International Conference on Insulated Power Cables (IEEE), Versailles, France, pp 714–719, juin 2003

[CI14] In-situ measurement of space-charge distribution in highly stressed samples
N. Didon, S. Agnel, **J. Castellon**, A. Toureille, J. Matallana, H. Janah, P. Mirebeau, R. Coelho and S. Malrieu
CEIDP 2003 : IEEE Annual Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, 19-22 october 2003, pp 257-260

[CI15] Industrial Installation for Measuring the Electric Field in the Insulation of High Voltage DC Cables
J. Castellon, S. Agnel, P. Notingher Jr., A. Toureille, J. Matallana, H. Janah, P. Mirebeau and D. Sy
4th International Workshop « Materials for Electotechnics », Bucarest, Roumanie, 26-28 mai 2004, pp 339-342

[CI16] FLIMM and TSM: two thermal methods for space charges investigation
A. Petre, D. Marty-Dessus, L. Berquez, J. L. Franceschi, S. Agnel, P. Notingher , **J. Castellon**, N. Didon, A. Toureille
IEEE 8th International Conference on Solid Dielectrics, Toulouse, France, 5-9 Juillet 2004, pp 213-216

[CI17] A diagnosis of the elecrical insulation of a power plant generator by space charge measurements
J. Castellon, S. Agnel, A. Toureille, G. Platbrood and J. Van Cotthem
CEIDP 2004 : IEEE Annual Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Boulder, Colorado, 17-20 october 2004, pp 215-219

[CI18] Diagnosis of the XLPE insulation with watertreeing by coupling TSM space charge measurements, FTIR spectroscopy and nuclear Magnetic Resonance Imaging
J. Castellon, S. Agnel, A.Toureille, G. Platbrood, Y. Tits, P. Adriaensens, R. Carleer and D. Vangulick
CEIDP 2005 : IEEE Annual Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Nashville, Tennessee, USA, 16-19 octobre 2005

[CI19] Industrial Installation for Voltage-on Space Charge Measurements in HVDC Cables
J. Castellon, P. Notingher Jr., S. Agnel, A. Toureille, J. Matallana, H. Janah, P. Mirebeau, D. Sy, S. Malrieu
IEEE Annual meeting on Industry Applications Society, Hong Kong, Chine, 2-6 octobre 2005, présentation orale.

[CI20] Sur la mesure et l'évolution du champ électrique dans l'isolation des câbles haute et moyenne tension soumis à des fortes contraintes
P. Notingher jr, S. Agnel, **J. Castellon**, A. Toureille
5th International Workshop « Materials for Electrotechnics », Bucharest, pp 226-230, 2006

[CI21] The influence of space charge and water trees inside the insulation cables on electric field repartition
C. Stancu, P.V. Notingher, F. Ciuprina, P. Notingher jr, **J. Castellon**, S. Agnel, A. Toureille
5th Intern. Workshop « Materials for Electrotechnics », Bucharest, pp 185-190, 2006

[CI22] Determination of Electric Field and Space Charge in the Insulation of Power Cables with the Thermal Step Method using a New Mathematical Processing
P. Notingher jr, A. Toureille, S. Agnel, **J. Castellon**
EAS/IEEE-IAS/IEJ/SFE Joint Conf. on Electrostatics 2006, Berkeley, USA, pp 564-574, 2006

[CI23] Computation of the Electric Field in Cable Insulation in the Presence of Water Trees and Space Charge
C. Stancu, P.V. Notingher, F. Ciuprina, P. Notingher jr, **J. Castellon**, S. Agnel, A. Toureille
EAS/IEEE-IAS/IEJ/SFE Joint Conference on Electrostatics 2006, Berkeley, USA, pp 575-578, 2006

[CI24] Electric Field Computation in Water Treed Polyethylene with Space Charge Accumulation
C. Stancu, P.V. Notingher, F. Ciuprina, P. Notingher jr, **J. Castellon**, S. Agnel, A. Toureille
IEEE International Symposium on Electrical Insulation - ISEI 2006, Toronto, Canada, pp 186-189, 2006

[CI25] Electrical Properties Analysis of Nano-filled Epoxy by Space Charge Characterization
J. Castellon, S. Agnel, A. Toureille, M. Fréchette, K. C. Cole, D. Desgagnés
CEIDP2006: IEEE Annual Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Kansas City, KS, USA, pp 345-348, 2006

[CI26] Overview about the applications with the Thermal Step Method for Measuring Space Charge
A. Toureille, S. Agnel, P. Notingher Jr, **J. Castellon**
ISNPEDADM International Symposium on New Plasma and Electrical Discharge Applications and on Dielectric Materials, Tahiti Island , France, pp 23-29, 2007, présentation orale.

[CI27] Physical Properties Analysis of Nano-filled Microcomposite Epoxy Materials
J. Castellon, S. Agnel, A. Toureille, M. Fréchette, G. Platbrood, K. C. Cole, D. Desgagnés
ICSD 2007: 9th IEEE International Conference on Solid Dielectrics, Winchester, UK, pp 381-388, 2007

[CI28] Potential of Multilayer Coating for gas Insulated Cable Dielectric Withstand Improvement
M. Hairour, J.L. Bessede, E. Mikes, A. Toureille, S. Agnel, **J. Castellon**, P. Notingher Jr
7th International Conference on Insulated Power Cables (JICABLE 2007), Versailles, pp 91-95, 2007, présentation orale.

[CI29] Study of Thermally and Water Tree Aged Polyethylene by Infrared Spectroscopy, Absorption Currents and Space Charge Measurements
C. Stancu, P.V. Notingher, P. Notingher Jr, **J. Castellon**, S. Agnel, A. Toureille, A. Rakowska, K. Siodla
7th International Conference on Insulated Power Cables (JICABLE 2007), Versailles, pp 758-763, 2007

[CI30] Electrical and Physico-chemical Analysis of Belgium Medium Voltage Cables Data Bank
J. Castellon, S. Agnel, P. Notingher Jr, A. Toureille, D. Beauguitte, G. Platbrood, Y. Tits
7th International Conference on Insulated Power Cables (JICABLE 2007), Versailles, pp 796-800, 2007

[CI31] Evolution of Space Carge and internal Electric Field Distributions In HVDC Cable Under Long Term Testing
J. Matallana, H. Janah, P. Mirebeau, B. Sanden, **J. Castellon**, S. Agnel, P. Notingher Jr, A. Toureille
7th International Conference on Insulated Power Cables (JICABLE 2007), Versailles, pp 209-214, 2007, présentation orale.

[CI32] Influence of the Temperature on the Properties of Microcomposite Nano-filled Epoxy
J. Castellon, S. Agnel, A. Toureille, M. Fréchette, M. Javan, K. C. Cole, D. Desgagnés, G. Platbrood
CEIDP2007: IEEE Annual Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Vancouver, pp 29-32, 2007, présentation orale**.**

[CI33] Dielectric Withstand of N_2, CO_2 and SF_6 in GIS
M. Hairour, J.L. Bessede, A. Girodet, A. Toureille, S. Agnel, P. Notingher Jr, **J. Castellon**, S. Meijer
CIGRE SC B3 Colloquiom, Panel and Annual Meeting, Berlin (Germany), 11-14 septembre 2007, présentation orale**.**

[CI34] Water-tree and space charge characterization of polyethylene cable insulation ac-aged in aqueous environment
C. Stancu, P. Notingher jr, P.V. Notingher, **J. Castellon**, S. Agnel, A. Toureille, U. Nilsson, A. Campus, D. Wald
6th edition of MmdE 2008, 4rd Edition of IEEE ROMSC 2008, Bucarest (Roumanie), pp 267-274, 2008, présentation orale.

[CI35] A tool to diagnose insulating materials and systems for electrical engineering
J. Castellon, S. Agnel, P. Notingher JR, A. Toureille and J. Matallana
CIGRE SC D1 Colloquiom, Paris (France), D1-213 session 2008 cd-Rom proceedings, 2008, présentation orale.

[CI36] Space Charge Characterization of Multi-Stressed Microcomposite Nano-Filled Epoxy for Electrotechnical Applications
J. Castellon, S. Agnel, A. Toureille and M. Frechette
CEIDP 2008: IEEE Annual Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Québec (Canada), pp 532-535, 2008, présentation orale.

[CI37] Study of Charge Accumulation Properties of Polycristalline Alumina Used in Power Electronics Components
S. Agnel, **J. Castellon**, H.H. Huy, P. Notingher jr and A. Toureille
CEIDP 2008: IEEE Annual Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Québec (Canada), Octobre 2008, pp 145-148.

[CI38] Electrical and thermal ageing of microcomposite nano-filled epoxy: influence on space charge accumulation
J. Castellon, H.N. Nguyen, S. Agnel, A. Toureille, M. Fréchette
CEIDP 2009 : IEEE Annual Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Virginia Beach, Octobre 2009, pp 29-32.

[CI39] Space charge behavior on epoxy based dielectrics filled with macro and nano silica
J. Castellon, S. Agnel, A. Toureille, M.F. Fréchette, S. Savoie, A. Krivda, L.E. Schmidt
ICSD 2010, 2010 IEEE International Conference on Solid Dielectrics, Postdam, Germany, July 4-9 2010, pp 301-304, présentation orale.

[CI40] Investigations on charge accumulation and relaxation in polycrystalline Al_20_3
P. Molinié, S. Agnel, **J. Castellon**
ICSD 2010, 2010 IEEE International Conference on Solid Dielectrics, Postdam, Germany, July 4-9 2010, pp 355-358.

[CI41] Nanodielectrics: A panacea for soving all electrical insulation problems
M. Fréchette, H. Alamdari, **J. Castellon**, E. David, S. Dodd, D. Fabiani, J. Fothergill, F. Guastavino, S. Gubanski, J. Kindersberger, A. Krivda, C. Laurent, P. Morshuis, C. Reed, A. Sami, M.L. Trudeau, L. Utracki, A. Vaughan, A. Vijh
ICSD 2010, 2010 IEEE International Conference on Solid Dielectrics, Postdam, Germany, July 4-9 2010, pp 130-158, présentation orale.

[CI42] Determination of Electric Field in Non Homogeneous Dielectric Media with Cylindrical Geometry using the Thermal Step Method
P. Notingher, A. Cernomorcenco, C. Stancu, P.V. Notingher, **J. Castellon**, S. Agnel, A. Toureille
7ème conférence de la Société Francaise d''Electrostatique SFE 2010, Montpellier, 31-08 / 01-09 2010, pp 60-65, présentation orale.

[CI43] Electrical properties of micro and nano composite epoxy resin materials
J. Castellon, M.F. Fréchette, A. Krivda, H.N. Nguyen, S. Agnel, A. Toureille, S. Savoie and L. Schmidt
7ème conférence de la Société Francaise d''Electrostatique SFE 2010, Montpellier, 31-08 / 01-09 2010, pp 113-118, présentation orale.

[CI44] Space charge measurements on polymer nanocomposite HDPE/SiO2 matérials
J. Castellon, L. Banet, I. Preda, S. Agnel, A. Toureille, M. Fréchette, E. David, S. Abdelkhalek
CEIDP 2010 : IEEE Annual Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, West Lafayette (USA), CD-Rom proceedings, 2010

[CI45] Electric field measurements on XLPE/EPDM 2-layer insulation systems under DC stress
L. Boyer, J. Matallana, J-F Brame, P. Mirebeau, **J. Castellon**, P. Notingher, S. Agnel, A. Toureille
8th International Conference on Insulated Power Cables (JICABLE 2011), Versailles, France, juin 2011, pp 492-495, présentation orale.

[CI46] Dielectric properties analysis of HDPE/SiO2 nanodielectric materials for future cable insulation
J. Castellon, L. Banet, I. Preda, S. Agnel, A. Toureille, E. David, A. Sami, M. Frechette
8th International Conference on Insulated Power Cables (JICABLE 2011), Versailles, France, juin 2011, pp 92-96, présentation orale.

[CI47] Evaluation of insulating systems quality for HVDC power cable design toward space charge criterion
J. Castellon, S. Agnel, A. Toureille, A. Allais, L. Bayon
8th International Conference on Insulated Power Cables (JICABLE 2011), Versailles, France, juin 2011, pp 465-469.

[CI48] Progress in the Field of Nanodielectrics : Potentiality for HV Cable Applications
M. Fréchette, H. Couderc, C. Vanga, M.L. Trudeau, A. Allais, L. Kebbabi, **J. Castellon,** A. Toureille, E. David
8th International Conference on Insulated Power Cables (JICABLE 2011), Versailles, France, juin 2011, pp 80-85, présentation orale.

[CI49] Dielectric Response of Various Partially Cured Epoxy Nanocomposites
I. Preda, H. Couderc, M. Fréchette, S. Savoie, F. Gao, R. Nigmatullin, S.Thompson**, J. Castellon**
CEIDP 2011 : IEEE Annual Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Cancun (Mexique), pp 660-661, 2011.

[CI50] Space charge behaviour on epoxy based nanocomposite materials with a high nanoparticle content
L. Banet, I. Preda, **J. Castellon,** S. Agnel, M Frechette, A. Krivda, L. E. Schimdt
CEIDP 2011 : IEEE Annual Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Cancun (Mexique), pp 644-647, 2011, présentation orale.

[CI51] Dielectric study of a cyclo-aliphatic UV-curable epoxy resin copolymerized with a low glass transition co-monomer bearing methylene units
C. Vanga Bouanga, H. Couderc, G. Malucelli, M.F. Fréchette, G. Camino, S. Savoie, **J. Castellon**, L. Banet
CEIDP 2011 : IEEE Annual Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Cancun (Mexique), pp 655-659, 2011.

[CI52] Dielectric response of filled and flexibilized epoxy resin
I. Preda, **J. Castellon,** H. Couderc, M. Fréchette, S. Savoie, A. Krivda
ISEI 2012: IEEE International Symposium on Electrical Insulation, Puerto Rico, pp. 53-58, 2012.

[CI53] Surface Resistance of Epoxy-based Composites to Electrical Discharge
M.F. Fréchette, S. Savoie, M. Reading, A. S. Vaughan, H. Couderc, **J. Castellon**, L. Banet
ISEI 2012: IEEE International Symposium on Electrical Insulation, Puerto Rico, pp. 632-636, 2012.

[CI54] Advanced NAno-Structured TApeS for electrotechnical high power Insulating Applications
M. Reading, A. S. Vaughan, L. Banet, I. Preda, **J. Castellon**, R. Nigmatullin, S. Thompson, F. Gao, M.F. Fréchette, C. Vanga Bouanga, H. Couderc, S. Savoie, H. Eggenschwiler, H. Simon, G. Malucelli, G. Camino, C. Schubert; N. Dreuilles and P. Fugier
CIGRE 2012 : Congrès du Conseil international des grands réseaux électriques du Canada, Montreal (Canada), 2012.

[CI55] Determination of the electric field within pyroelectric materials by using space charge measurements
L. Banet, **J. Castellon,** S. Agnel, C. Vanga Bouanga, M. Fréchette, G. Malucelli
CEIDP 2012 : IEEE Annual Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Montreal (Canada), pp. 215-218, 2012.

[CI56] Layer-by-Layer assemblies on Polycarbonate: a dielectric study
F. Carosio, G. Malucelli, G. Camino, **J. Castellon**, L. Banet, S. Agnel
CEIDP 2012 : IEEE Annual Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Montreal (Canada), pp. 271-274, 2012.

[CI57] Dielectric Response of Modified Epoxy/Clay Nanocomposites
I. Preda , H. Couderc M. Frechette S. Savoie F. Gao , R. Nigmatullin , S.Thompson , **J. Castellon**
CEIDP 2012 : IEEE Annual Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Montreal (Canada), pp. 531-534, 2012.

[CI58] Dielectric Properties of Boron Nitride and Silica Epoxy Composites
H. Couderc, I. Preda, M. Fréchette, S. Savoie, M. Reading, A.S. Vaughan, **J. Castellon**
CEIDP 2012 : IEEE Annual Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Montreal (Canada), pp. 511-516, 2012.

[CI59] Impulse and step voltage measurements on materials with non-linear V-I characteristic
B. Sonerud, S. Josefsson, L. Boyer, P. Mirebeau, S. Lefevre, **J. Castellon**, P. Notingher.
CEIDP 2012 : IEEE Annual Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Montreal (Canada), pp. 207-210, 2012.

[CI60] Dielectric Behavior of a LD-Polyethylene/Nanosilica assembly
M. Fréchette, H. Couderc, C. Vanga, A. Allais, **J. Castellon**, E. David
CEIDP 2012 : IEEE Annual Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Montreal (Canada), pp. 535-540, 2012.

[CI61] Nano-structured Tapes for Electro technical High-power Insulating Applications: The Sol-gel route
L. Banet, G. Camino, **J. Castellon**, H. Couderc, N. Dreuilles, H. Eggenschwiler, M. Fréchette, P. Fugier, F. Gao, G. Malucelli, R. Nigmatullin, T. Plyhm, I. Preda, M.D. Reading, S. Savoie, C. Schubert, H. Simon, S. Thompson, A.-F. Vaessen, C. Vanga-Bouanga, A.S. Vaughan
CEIDP 2012 : IEEE Annual Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Montreal (Canada), pp. 919-923, 2012.

[CI62] Influence of Cross-linking Process and By-products on Space Charge Build-up in Materials for HVDC Cable insulation

T. Tran Anh, F. Roig, P. Notingher, J-P. Habas, V. Lapinte, S. Agnel, **J. Castellon**, A. Allais, L. Kebbabi

INSUCON 2013, The 12th International Electrical Insulation Conference, accepté, Birmingham, UK, 2013.

[CI63] HVDC cables during a long-term ageing program

M. Fu, F. Perrot, C. Green, S. Dood, J. Fothergill, **J. Castellon**, P. Notingher Jr., P. Mirebeau, D. Dubois, L. Boyer, H. Tanaka, H. Niinobe

INSUCON 2013, The 12th International Electrical Insulation Conference, accepté, Birmingham, UK, 2013.

[CI64] Investigation of Space-Charge Build-up in Materials for HVDC Cable Insulation in Relationship with Manufacturing Conditions, Morphology and Cross-linking By-products

T. Tran Anh, F. Roig, P. Notingher, J-P. Habas, V. Lapinte, S. Agnel, **J. Castellon**, A. Allais, L. Kebbabi, L. Keromnes

ICSD 2013, 2013 IEEE International Conference on Solid Dielectrics, Bologna, Italy, accepté, 2013.

[CI65] Conduction Currents and Time to Frequency Domain Transformation for Epoxy resin Nanocomposites

I. Preda, **J. Castellon**, S. Agnel, P. Notingher, M. Fréchette, T. Heid, H. Couderc, N. Freebody, A. Vaughan

ICSD 2013, 2013 IEEE International Conference on Solid Dielectrics, Bologna, Italy, accepté, 2013.

[CI66] Industrial Set-up of a Space Charge of a space Charge measurement System for Full size HVDC Cables based on Thermal Step method

J. Castellon, P. Notingher, L. Boyer, P. Mirebeau, M. Gardelein, F. Perrot, C. Green and M. Fu

ISH 2013 - 18th international Symposium on high Voltage 2013, Séoul (Korea), 25-30 august 2013, accepté, 2013

[CI67] Thermal and dielectric properties of clay/epoxy nanocomposites with low percentage of graphene oxide

I. Preda, **J. Castellon**, M. Fréchette, L. Banet, S. Agnel, F. Gao, R. Nigmatullin, N. Freebody, A.S. Vaughan

CEIDP 2013 : IEEE Annual Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Shenzhen (China), accepté, 2013.

[CI68] Space Charge Accumulation on Multilayer Graphene/Epoxy Nanocomposites
J. Castellon, S. Agnel, S. Diaham, F. Saysouk, Z. Valdez-Nava, D. Fabiani and M. Fréchette
CEIDP 2013 : IEEE Annual Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Shenzhen (China), accepté, 2013.

[CI69] Low Frequency Dielectric Response of Multilayer Graphene/Epoxy Nanocomposites
D. Fabiani, P. Mancinelli, S. Diaham, F. Saysouk, **J. Castellon**, M. Fréchette
CEIDP 2013 : IEEE Annual Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Shenzhen (China), accepté, 2013.

[CI70] Broadband Dielectric Spectroscopy of Multilayer Graphene/Epoxy Nanocomposites
S. Diaham, F. Saysouk, Z. Valdez-Nava, D. Fabiani, **J. Castellon**, M. Fréchette
CEIDP 2013 : IEEE Annual Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Shenzhen (China), accepté, 2013.

7.6. Communications Dans des Conférences Nationales avec Publication des Actes

[CN1] Mesures des charges d'espace, dans des systèmes époxydes chargés, par la méthode de l'onde thermique
J. Castellon
JCGE 96, Troisième conférence des jeunes chercheurs en génie électrique, , Lyon Avril 1996.

[CN2] Application des mesures de charges d'espace à l'étude du vieillissement électrique alternatif des isolations statoriques des machines électriques H.T.
J. Castellon
JCGE 98, Quatrième conférence des Jeunes Chercheurs en Génie Electrique, Cachan, pp 75-78, Avril 1998.

[CN3] Mesures et modélisation des effets de charges de surface sur la tension disruptive en fonction des conditions environnementales
S. Malrieu, **J. Castellon**, S. Agnel, A. Toureille
1ère Conférence de la Société Française d'Electrostatique "SFE1999", Poitiers, 4-6 juillet 1999, pp 208-212.

[CN4] Recent Advanced Results on Thermal Step Method
A. Toureille, S. Agnel, P. Notingher jr, **J. Castellon**, S. Malrieu, P. Mirebeau
4ème Conférence de la Société Française d'Electrostatique "SFE2002", Toulouse, 3-4 juillet 2002, 14 pages CD-Rom de la conférence, présentation orale.

[CN5] Etude du comportement électrique du PET par mesures de charges d'espace
S. Agnel, **J. Castellon**, P. Notingher Jr, A. Toureille, J.L. Franceschi, C. Laurent, D. Marty Dessus, D. Mary, A. Petre et G. Teyssedre
Electrotechnique du Futur 2003, Gyf sur Yvette, 10-11 Décembre 2003, 4 pages dans le CD-ROM de la conférence.

[CN6] Distribution du champ électrique sous haute tension continue et gradient de température dans le diélectrique des câbles extrudés
N. Didon, S. Agnel, P. Notingher, **J. Castellon**, A. Toureille, J. Matallana, H. Janah, P. Mirebeau et R. Coelho
4ème Conférence de la Société Française d'Electrostatique "SFE2004", Poitiers, France, Septembre 2004, pp 155-160, présentation orale.

[CN7] La Méthode de l'Onde Thermique : Bilan des avancées expérimentales et du traitement des signaux
A. Toureille, S. Agnel, P. Notingher, **J. Castellon**
4ème Conférence de la Société Française d'Electrostatique "SFE2004", Poitiers, France, Septembre 2004, pp 144-154, présentation orale.

[CN8] Calcul du champ électrique dans des échantillons de polyéthylène avec des arborescences d'eau en présence de charges d'espace
C. Stancu, F. Ciuprina, P.V. Notingher, P. Notingher Jr, S. Agnel, **J. Castellon**, A. Toureille
Colloque Électrotechnique du Futur EF 2005, Grenoble, 4 pages sur le CD Rom de la conférence, 14-15 septembre 2005, présentation orale.

[CN9] Étude des charges d'espace dans le polyéthylène téréphtalate soumis à des forts champs électriques
P. Notingher Jr, S. Agnel, P. Molinie, A. Sylvestre, M. Olariu, **J. Castellon**, A. Toureille, A. Petre
Colloque Matériaux du Génie Électrique MGE 2005, Lyon, 4 pages sur le CD Rom de la conférence, 8-9 décembre 2005, présentation orale.

[CN10] On a technique for calculating the electric field in high and medium voltage cable insulation using the thermal step method
P. Notingher Jr, A. Toureille, S. Agnel, **J. Castellon**
5ème Conférence de la Société Française d'Electrostatique "SFE2006", Grenoble, France, pp 298-302, 30-31 aout 2006.

[CN11] Étude des propriétés de charge d'alumines polycristallines utilisées comme substrat dans les composants de puissance
S. Agnel, **J. Castellon**, P.Notingher Jr., A.Toureille, L. Berquez, V. Bley, M.Decup, F. Lalam, D. Malec, D. Mary, M.Q. Nguyen, A. Petre, F. Talbi, P. Molinie
6ème Conférence de la Société Française d'Électrostatique "SFE2008", Gif sur Yvette, France, pp 113-118, 7-9 juillet 2008

7.7. CONFÉRENCES INVITÉES ET COMMUNICATIONS DANS DES MANIFESTATIONS INTERNATIONALES SANS PUBLICATION D'ACTES

[RS1] Space Charge Measurements of Polymer Nanocomposites -Thermal Step Method
J. Castellon
Workshop on Potential of Polymer Nanocomposites as Electrical Insulation, CIGRE SC A1-D1, Gyeongju, Korea, 21 October 2007, présentation orale

[RS2] Measurement of electric charge in solid insulators by influence non destructive techniques
P. Notingher Jr., S. Agnel, **J. Castellon** and A. Toureille
2008 Nanocomist Workshop, Bucharest, Romania, 09-13 June 2008, présentation orale

[RS3] Space charge characterization of epoxy nanocomposites
J. Castellon
Workshop on Reflections on Applied Nanotechnology to Electro-technical Fields, CIGRE SC D1, Budapest, Hongrie, 20 September 2009, présentation orale

[RS4] Study on electrical properties of power cable insulations: overview and prospects
J. Castellon, S. Agnel, P. Notingher Jr, A. Toureille
Seminar on Research & Prospective Studies on high voltage networks - Paris - La Défense, 7 avril 2009, présentation orale

[RS5] Space-charge behavior as observed with TSM : Space charge measurements on polymer nanocomposite HDPE/SiO_2 materials

J. Castellon

Workshop on Progress with Nanodielectrics, CIGRE SC D1, Paris, France, 23 August 2010, présentation orale

[RS6] Study of the real electric field profile in HVDC systems

J. Castellon, S. Agnel, P. Notingher Jr, A. Toureille, J. Matallana, J.F. Brame, P. Mirebeau

WETS'11 Workshop, Versailles, France, 2011, présentation orale

[RS7] Nano Dielectrics : Characterization, Properties, Diagnostics Tools

J. Castellon

Workshop on Nanodielectrics, Montréal, Canada, 2012, présentation orale

7.8. BREVETS D'INVENTION NATIONAL

[B1] Appareillage et procédé permettant de mesurer, localiser et quantifier les charges électriques dans un diélectrique sous champ électrique en appliquant une onde thermique

Publié le 02 novembre 2001 sous le numéro 2 808 332 dans le bulletin officiel de la propriété industrielle N°44, 2001

2ÈME PARTIE
PRÉSENTATION DES THÈMES ET RÉSULTATS DE RECHERCHE

1. INTRODUCTION

Dans cette deuxième partie du mémoire, sont détaillés mes principaux thèmes de recherche, qui ont été déjà évoqués succinctement dans la première partie.

Le chapitre qui suivra cette introduction sera essentiellement consacré au **développement** d'une technique de **mesure du champ électrique** directement sur **câbles de transport d'énergie,** la **Méthode de l'Onde Thermique (MOT)**. Seront présentées, dans un premier temps, les évolutions de la **Méthode de l'Onde Thermique**, aujourd'hui reconnue par l'ensemble de la communauté scientifique et installée dans l'industrie. Ensuite, suivront les principaux résultats liés à la problématique des charges d'espace dans l'isolation des câbles soumis à des fortes contraintes électriques et thermiques. Pour finir, nous aborderons les notions de vieillissement des isolants pour câbles en présence de gradients de champ électrique et de température, à travers notamment l'étude de l'évolution des charges d'espace dans le temps. L'accent sera porté sur l'étude de l'accumulation et de l'évolution des charges d'espace dans les câbles destinés au transport d'énergie en haute tension à courant continu pour les réseaux d'énergie du futur.

Le deuxième chapitre traitera de la caractérisation et du développement de matériaux nanodiélectriques innovants destinés à l'isolation des grands systèmes du génie électrique du futur. Le but de telles études est de contribuer à l'augmentation du **rendement** de **conversion énergétique** des systèmes électrotechniques, qui est aujourd'hui limité à la fois par les contraintes thermiques et électriques appliquées aux isolations. Ainsi, sera étudiée l'influence des différentes propriétés des **nanoparticules inorganiques** incorporées dans des **matrices polymères organiques** sur **l'accumulation et/ou la relaxation de la charge d'espace**. **L'impact** de la nanostructuration d'un polymère sur les propriétés diélectriques telles que la **permittivité** et le facteur de **pertes diélectriques**, les phénomènes de **conduction** et de **piégeage** des charges y sera également présenté.

Les **perspectives** concernant ces thèmes de recherche seront abordées dans la conclusion générale sous forme de **projet de recherche d'avenir**.

La troisième et dernière partie de ce mémoire (Annexes) sera consacrée à la bibliographie liée aux thèmes de recherche ici présentés.

2. DÉVELOPPEMENT D'UNE TECHNIQUE NON DESTRUCTIVE DE MESURE DU CHAMP ÉLECTRIQUE RÉEL DANS L'ISOLATION D'UN CÂBLE DE TRANSPORT D'ÉNERGIE ET PRÉSENTATION DES PRINCIPAUX RÉSULTATS OBTENUS

Contrats de recherche associés et Publications associées : [CR3- 5, 8, 9, 11, 12, 16-18, 29- 33, 35, 40, 41, 44, 45] - [O1-5, 7] - [RI1, 2, 5-7, 9-11] - [RN1] - [CI1, 3, 7-9, 11-15, 18-24, 26, 29-31, 34, 35, 42, 45, 47, 62-64, 66] [CN2, 6, 8, 10] - [RS4, 6]

Encadrement : 2 DEA, 5 DESS, 2 M2R, 3 Thèses doctorales (1 soutenue, 1 en cours et 1 à venir)

2.1. INTRODUCTION

Les distorsions du champ électrique présentes dans un matériau isolant, causées par la présence de charges d'espace, sont bien souvent sources de problèmes puisqu'elles traduisent un renforcement du champ électrique local et tendent à fragiliser l'isolant.

C'est pourquoi la communauté scientifique s'est orientée, depuis de nombreuses années, vers le développement de techniques non destructives permettant de quantifier et localiser les charges d'espace, mais aussi donner une distribution du champ électrique interne sans pour autant modifier l'état électrique du matériau.

Ces techniques, qui seront détaillées par la suite, se distinguent selon le type d'excitation utilisé qui peut être thermique, mécanique ou électroacoustique. A l'exception de la méthode électroacoustique, toutes sont basées sur un principe commun basé sur l'application d'une excitation non homogène à un échantillon entrainant une variation de position relative des charges par rapport aux électrodes et donnant naissance à un courant ou à une tension dans le circuit externe selon les conditions de court-circuit ou de circuit ouvert. Du signal mesuré, sont extraites, via un traitement mathématique, les répartitions des charges d'espace et du champ électrique internes.

Nous nous intéresserons particulièrement à la méthode de l'onde thermique (MOT), inventée à la fin des années 80 par Alain TOUREILLE, que nous n'avons jamais cessé de développer et de faire évoluer depuis. A partir des années 2000, cette technique a été transférée dans l'industrie pour l'analyse des charges d'espace et du

champ électrique interne dans les câbles de transport d'énergie en haute tension à courant alternatif et/ou continu.

Les travaux présentés dans ce mémoire, concerneront dans un premier temps, l'étude du vieillissement des câbles de transport d'énergie en courant alternatif selon le critère charge d'espace en utilisant différentes façons de générer le stimulus thermique. Ainsi, seront présentées les techniques dites du « refroidissement extérieur » et du « chauffage par l'intérieur » et les principaux résultats qui leurs sont associés.

La suite concernera essentiellement la présentation du transfert technologique de la méthode de l'onde thermique pour la mesure du champ électrique « réel » dans l'isolation d'un câble de transport d'énergie en présence d'un champ électrique et d'un gradient de température. Ce transfert technologique a été réalisé sur le site industriel de Nexans France à Calais pour l'étude et le développement de matériaux isolants pour câbles haute tension à courant continu. Les principales évolutions sur les treize dernières années seront présentées, ainsi que les principaux résultats obtenus.

2.2. PRÉSENTATION DES TECHNIQUES DE MESURES DE CHARGES D'ESPACE ET DE CHAMP ÉLECTRIQUE INTERNE

Les principales techniques de mesure de charges d'espace et de champ électrique interne sont listées et définies en fonction du mode de détection utilisé.

2.2.1. DÉTECTION PAR DIFFUSION D'UN STIMULUS THERMIQUE

La première technique de ce type née dans les années 70 est basée sur une impulsion de chaleur produite par un faisceau laser contre une des électrodes de l'échantillon. Elle a été développée par *Collins* [COL 76]. La diffusion du stimulus dans le matériau provoque une dilatation locale qui déplace les charges piégées par rapport aux électrodes. Cependant, l'amortissement rapide de l'impulsion, limite cette technique aux faibles épaisseurs. Dans les années 80, *De Reggi* [DER 78] a amélioré cette technique en proposant un traitement numérique plus performant basé sur l'analyse de Fourier inverse.

A la fin des années 80, en 1987 pour être précis, *Toureille* [TOU 87] [TOU 91a] a remplacé cette impulsion par un échelon thermique et donné naissance à la Méthode de l'Onde Thermique (MOT) ou Thermal Step Method (TSM) pour les Anglo-Saxons. Cette méthode, dont le principe sera détaillé dans le prochain paragraphe, présente l'avantage de s'appliquer aux échantillons de quelques nanomètres à plusieurs millimètres d'épaisseur, qu'ils soient plans ou à géométries variables tels que les câbles cylindriques par exemple.

Cette dernière, développée et mise au point au laboratoire, sera largement détaillée par la suite. Son, principe, ses différentes applications expérimentales et plusieurs résultats significatifs seront ainsi présentés.

Plus récemment, début 2000, *Reboul* [REB 00] a appliqué une perturbation thermique alternative sinusoïdale ; cette technique est intitulée Méthode de l'Onde Thermique Alternative (MOTA).

Les méthodes suivantes sont basées sur la détection d'un signal généré, en présence de charges, par la diffusion des ondes thermiques créées par un faisceau laser modulé. A la fin des années 80, *Das Gupta et al*. [LAN 86] ont proposé un principe qui consiste à éclairer une face de l'échantillon avec un faisceau laser modulé en intensité à fréquence variable, et à mesurer le courant pyroélectrique qui résulte de l'échauffement de l'échantillon. L'analyse de ce courant en fonction de la fréquence de modulation, donne une distribution des charges d'espace et du champ électrique dans l'échantillon. Cette méthode, appelée Laser Intensity Modulation Method (LIMM), ne convient qu'à des échantillons très minces (<100 µm). Selon le même principe, *Franceschi et al*. [HAA 98] ont proposé une nouvelle méthode de mesure de charges d'espace par excitation thermique à l'aide d'un laser focalisé. Si le signal généré est de nature pyroélectrique, la méthode s'intitule « Focused Laser Intensity Modulation Method » (FLIMM) et pour un signal de nature acoustique, elle s'appelle « Focused Laser Acoustic Modulation Method » (FLAMM). Le faisceau laser focalisé permet une haute résolution spatiale du dispositif et son déplacement permet une cartographie de l'échantillon. Une modélisation numérique du signal expérimental par une approche 1D ou 3D permet d'extraire la distribution des charges d'espace dans l'isolant, toutefois cette dernière demeure très complexe.

Nous retiendrons essentiellement des méthodes thermiques la lenteur de la diffusion de la température, la non réflexion des ondes aux interfaces et leur forte sensibilité.

2.2.2. Détection par propagation d'une onde de pression

Comme pour les techniques dites « thermiques », il existe plusieurs façons de générer une onde de pression. Le premier principe, développé au milieu des années 70, utilisait un tube à onde de choc et s'intitulait « Pressure Wave Propagation » (PWP) *(Laurenceau et al*. [LAU 77]*)*. Ensuite, au début des années 80, l'onde de pression a été générée par une impulsion laser sur une cible en contact avec l'échantillon étudié et s'est appelée « Laser Induced Pressure Pulse », (LIPP) *(Sessler* [SES 82] puis *Alquié* [ALQ 81]*)*. Pour ce dernier, l'impulsion de compression traverse la cible et l'échantillon à la vitesse du son. Les signaux obtenus sont alors très rapides (quelques nanosecondes) et nécessitent une électronique d'acquisition sophistiquée. Ces techniques sont adaptées aux milieux sans discontinuité à cause de l'atténuation de l'onde de pression et des réflexions aux interfaces, de par le phénomène de propagation de cette onde.

2.2.3. Détection électroacoustique

La méthode nommée « Pulse ElectroAcoustique » (PEA) a été développée à la fin des années 80 par *Takada et al*. [MAE 88] et repose sur l'application d'une brève et forte impulsion électrique sur l'échantillon (pendant quelques nanosecondes). Du fait du champ intense et « brutal », les charges produisent une force qui

engendre une onde de pression. A l'extrémité de l'échantillon, un transducteur piézo-électrique détecte le pulse de pression acoustique et renvoie une tension V(t) permettant de déterminer la densité de charges dans l'échantillon. Cette méthode, à ce jour très répandue, s'applique dans de nombreuses configurations [FUK 98] [MUR 96].

Nous conviendrons que, de par leurs différents modes d'excitation, leurs différents domaines d'application, leurs différentes résolutions, ces techniques sont difficilement comparables mais plutôt complémentaires.

2.3. Principe de la Méthode de l'Onde Thermique (MOT) en conditions de court-circuit

Malgré le fait que le principe de la Méthode de l'Onde Thermique appliquée aux échantillons plans en conditions de court-circuit ait été largement diffusé depuis son invention, il est indispensable de le rappeler ici.

Considérons une plaque d'isolant d'épaisseur d et de surface S pourvue de deux électrodes dont les abscisses sont respectivement x=0 et x=d (Figure 1), mises en court circuit à la température T_0. Précisons également, que le matériau est considéré homogène et de type plaque infinie ($d << \sqrt{S}$) afin de pourvoir considérer le champ électrique comme constant dans un plan parallèle aux électrodes.

L'échantillon est alors assimilé à une capacité d'expression :

$$C = \varepsilon \frac{S}{d} \rightarrow \frac{1}{C} = \frac{d}{\varepsilon \times S} = \frac{1}{S}\int_0^d \frac{du}{\varepsilon} \qquad (1)$$

Soit une charge Q_0 (positive par exemple) localisée à mi épaisseur de l'isolant (Figure 1).

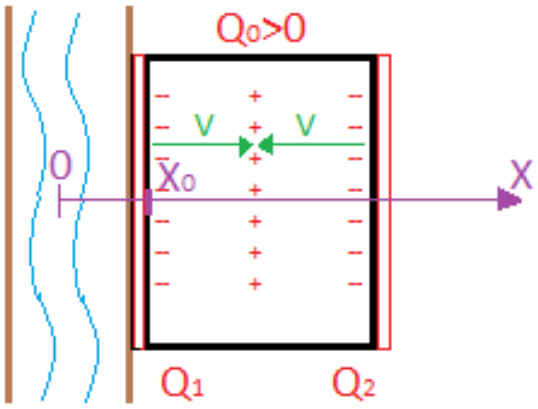


Figure 1: MOT sur échantillon plan en court-circuit

Cette charge Q_0 est en influence totale avec les charges Q_1 et Q_2 aux électrodes tel que le démontre le théorème de Gauss $Q_0+Q_1+Q_2=0$. L'échantillon de capacité C se comporte alors comme deux capacités C_1 et C_2 en série et le potentiel V au centre de l'échantillon vaut alors :

$$V = \frac{Q_1}{C_1} = \frac{Q_2}{C_2} \qquad (2)$$

Ainsi, à température constante et homogène dans toute l'épaisseur de l'échantillon, les charges d'influence aux électrodes prennent les expressions suivantes :

$$\begin{cases} Q_1 = -Q_0 \dfrac{x_0 + d - x}{d} = -Q_0 \dfrac{C_1}{C_1 + C_2} = -Q_0 \dfrac{\dfrac{1}{C_2}}{\dfrac{1}{C_1} + \dfrac{1}{C_2}} = -Q_0 \dfrac{\dfrac{1}{C_2}}{\dfrac{1}{C}} \\ Q_2 = -Q_0 \dfrac{x - x_0}{d} = -Q_0 \dfrac{C_2}{C_1 + C_2} = -Q_0 \dfrac{\dfrac{1}{C_1}}{\dfrac{1}{C_1} + \dfrac{1}{C_2}} = -Q_0 \dfrac{\dfrac{1}{C_1}}{\dfrac{1}{C}} \end{cases} \qquad (3)$$

En remplaçant les différentes capacités par leurs expressions respectives issues de (1), on obtient :

$$\begin{cases} Q_1 = -Q_0 \dfrac{\displaystyle\int_x^{x_0+d} \frac{du}{\varepsilon}}{\displaystyle\int_{x_0}^{x_0+d} \frac{du}{\varepsilon}} \\ Q_2 = -Q_0 \dfrac{\displaystyle\int_{x_0}^{x} \frac{du}{\varepsilon}}{\displaystyle\int_{x_0}^{x_0+d} \frac{du}{\varepsilon}} \end{cases} \qquad (4)$$

Nous appliquons à l'instant t=0 un échelon de température $\Delta T = T - T_0$ sur une face de l'échantillon, la diffusion du front thermique dans l'échantillon $\Delta T(x,t) = T(x,t) - T_0$ va engendrer des variations locales de la permittivité et des abscisses (dilatation ou contraction), qui s'écrivent (au premier ordre) :

$$\varepsilon = \varepsilon_{T_0}(1+\alpha_\varepsilon \Delta T),\ du = du_{T_0}\left(1+\alpha_d \Delta T\right) \tag{5}$$

Avec α_ε le coefficient de variation de la permittivité du matériau avec la température et α_d son coefficient de dilatation :

$$\alpha_\varepsilon = \frac{d\varepsilon}{\varepsilon dT},\ \alpha_d = \frac{du}{udT} \tag{6}$$

Avec

$$\alpha = -\frac{1}{C}\frac{dC}{dT} \approx \frac{1}{x}\frac{dx}{dT} - \frac{1}{\varepsilon}\frac{d\varepsilon}{dT} = \alpha_d - \alpha_\varepsilon, \tag{7}$$

Ainsi, les variations de l'abscisse et de la permittivité avec la température entraînent une modification des charges d'influence à chaque électrode et l'expression de la charge d'influence $Q_2(t)$ peut s'écrire :

$$Q_2\left(t\right) = -Q_0 \frac{\int_{x_0}^{x} \frac{du_{T_0}\left(1+\alpha_d \Delta T\left(x,t\right)\right)}{\varepsilon_{T_0}\left(1+\alpha_\varepsilon \Delta T\left(x,t\right)\right)}}{\int_{x_0}^{x_0+d} \frac{du_{T_0}\left(1+\alpha_d \Delta T\left(x,t\right)\right)}{\varepsilon_{T_0}\left(1+\alpha_\varepsilon \Delta T\left(x,t\right)\right)}} \tag{8}$$

En effectuant le développement limité au premier ordre de $1/(1+\alpha_\varepsilon \Delta T)$ pour $\alpha_\varepsilon \Delta T << 1$, on obtient :

$$\left(1+\alpha_d \Delta T\right)\left(1-\alpha_\varepsilon \Delta T\right) = 1+\alpha_d \Delta T - \alpha_\varepsilon \Delta T = 1+\alpha \Delta T \tag{9}$$

$$\alpha = -\frac{1}{C}\frac{dC}{dT} \approx \frac{1}{x}\frac{dx}{dT} - \frac{1}{\varepsilon}\frac{d\varepsilon}{dT} = \alpha_d - \alpha_\varepsilon, \tag{10}$$

L'expression de $Q_2(t)$ devient alors :

$$Q_2(t) = -Q_0 \frac{\int_{x_0}^{x} \frac{du_{T_0}\left(1+\alpha \Delta T\left(x,t\right)\right)}{\varepsilon_{T_0}}}{\int_{x_0}^{x_0+d} \frac{du_{T_0}\left(1+\alpha \Delta T\left(x,t\right)\right)}{\varepsilon_{T_0}}} \tag{11}$$

En résolvant partiellement l'équation (11), après mise en facteur, on obtient finalement :

$$Q_2(t) = -Q_0\left(\frac{x-x_0}{d}\right).\left(1+\frac{\alpha}{x-x_0}\int_{x_0}^{x}\Delta T(x,t)\,du_{T_0} - \frac{\alpha}{d}\int_{x_0}^{x_0+d}\Delta T(x,t)\,du_0\right) \qquad (12)$$

Sachant que le courant d'onde thermique mesuré ***I(t)*** vaut ***–dQ₂(t)/dt***, alors:

$$I(t) = -\frac{dQ_2(t)}{dt} = Q_0\left(\frac{\alpha}{d}\int_{x_0}^{x}\frac{\partial\Delta T}{\partial t}du_0 - \frac{\alpha}{d^2}(x-x_0)\int_{x_0}^{x_0+d}\frac{\partial\Delta T}{\partial t}du_0\right) \qquad (13)$$

Le courant d'onde thermique peut alors s'exprimer comme suit :

$$I(t) = Q_0.f(x,t) \qquad (II.14)$$

Ainsi définie, la fonction $f(x,t)$ est égale à 0 pour $x=x_0$ et $x=x_0+d$

En introduisant la notion de densité de charge d'espace ρ, la charge Q_0 peut s'exprimer

$$Q_0 = \int_{x_0}^{x_0+d}\rho.S.dx \qquad (15)$$

Ainsi

$$I(t) = \int_{x_0}^{x_0+d}\rho.S.dx.f(x,t) \qquad (16)$$

En considérant l'équation de Poisson $\rho = \varepsilon\frac{dE(x)}{dx}$, le courant ***I(t)*** devient alors

$$I(t) = \int_{x_0}^{x_0+d}S.\varepsilon.dE(x)f(x,t) \qquad (17)$$

On effectue ensuite l'intégration par parties suivante :

$$I\left(t\right)=\left[S.\varepsilon.E.f\left(x,t\right)\right]_{x_0}^{x_0+d}-\int_{x_0}^{x_0+d}S.\varepsilon.E.df\left(x,t\right)=-\int_{x_0}^{x_0+d}S.\varepsilon.E.df\left(x,t\right) \qquad (18)$$

Comme

$$df\left(x,t\right)=\frac{\alpha}{d}\frac{\partial\Delta T\left(x,t\right)}{\partial t}du_0-\frac{\alpha}{d^2}dx\int_{x_0}^{x_0+d}\frac{\partial\Delta T\left(x,t\right)}{\partial t}du_0 \qquad (19)$$

En insérant l'équation (19) dans (18), on obtient

$$I\left(t\right)=-\int_{x_0}^{x_0+d}S.\varepsilon.E\left(x\right)\left(\frac{\alpha}{d}\frac{\partial\Delta T\left(x,t\right)}{\partial t}du_0-\frac{\alpha}{d^2}dx\int_{x_0}^{x_0+d}\frac{\partial\Delta T\left(x,t\right)}{\partial t}du_0\right) \qquad (20)$$

En remplaçant du_0 par dx et en considérant que la circulation du champ est nulle $\int_{x_0}^{x_0+d}E\left(x\right)dx=0$ (échantillon en court-circuit), l'équation du courant d'onde thermique devient :

$$I\left(t\right)=-\frac{\alpha.S.\varepsilon}{d}\int_{x_0}^{x_0+d}E\left(x\right)\frac{\partial\Delta T\left(x,t\right)}{\partial t}dx \qquad (21)$$

Soit

$$I\left(t\right)=-\alpha C\int_{x_0}^{x_0+d}E\left(x\right)\frac{\partial\Delta T\left(x,t\right)}{\partial t}dx \qquad (22)$$

Où $E(x)$ est le champ électrique à l'abscisse x et C la capacité électrique de l'échantillon avant excitation thermique.

Le courant d'onde thermique est généralement mesuré avec un amplificateur de courant. Comme le montre l'équation (13), son amplitude dépend de la quantité de charges stockée dans l'échantillon, de sa distribution et des paramètres du matériau. En pratique, la valeur du courant varie entre quelques picoampères et quelques microampères (pour les grandes capacités atteintes sur de fortes longueurs de câble par exemple).

L'expression du courant étant connue (22), pour remonter au champ électrique résiduel ***E(x)*** il faut procéder à son traitement mathématique. Cette opération nécessite une connaissance parfaite du stimulus thermique ***∂ΔT(x,t)/∂t*** en temps et en abscisse, qui est donné par l'équation de la chaleur en géométrie plane :

$$\frac{\partial^2 \Delta T(x,t)}{\partial x^2} = \frac{1}{D}\frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} \qquad (23)$$

où la diffusivité thermique D du matériau $D = \lambda / \mu.C_p$, avec μ = masse spécifique de l'isolant, C_p = chaleur massique et λ = conductivité thermique.

Par ailleurs, l'onde thermique traverse de nombreuses interfaces, entre le liquide, la couche d'eau limite, le radiateur, l'air, l'électrode et l'isolant, ce qui entraîne un écrasement de l'échelon de température qu'on ne peut négliger lors du traitement du courant d'onde thermique. Pour simplifier les calculs, on peut utiliser un modèle dit *« à épaisseur équivalente »*, c'est à dire qu'on considérera que l'épaisseur x_i des différentes interfaces, de diffusivité thermique moyenne D_i, est équivalente à une épaisseur x_0 de même diffusivité thermique inverse D que l'isolant. Les limites de l'intégrale (*0* et *d*) de l'équation (1) ont pu ainsi être remplacées par x_0 et x_0+d, tel que le montre la Figure 1 (le champ électrique entre 0 et x_0 est supposé nul).

En utilisant un traitement mathématique sur le courant d'onde thermique mesuré, il est possible de remonter à la distribution du champ électrique résiduel puis en utilisant l'équation de poisson à la distribution de la densité de charges d'espace dans le matériau.

En pratique (Figure 2), l'échelon thermique est créé par circulation brutale d'un liquide froid (ou chaud) dans un diffuseur thermique en contact avec l'échantillon (ou par un courant transitoire qui chauffe un matériau résistif sous l'échantillon [ODI 00]). Les électrodes sont court-circuitées à travers un amplificateur de courant. Ce dernier est connecté à un ordinateur qui enregistre le signal et en effectue le traitement numérique. Après l'exécution d'une mesure, l'échantillon peut être « réchauffé » en utilisant un liquide à 25°C pour revenir à son état initial, et l'expérience peut ainsi être répétée. Ainsi, nous obtenons généralement des signaux parfaitement reproductibles si l'état électrique interne de l'isolant n'a pas évolué entre temps.

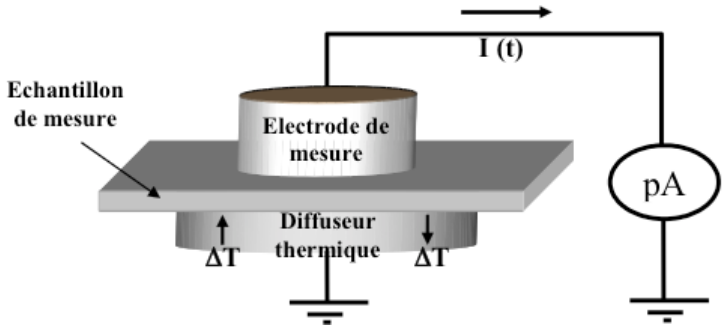


Figure 2 : Montage expérimental MOT

Des équations similaires et un dispositif expérimental analogue [SAB 91] [SAN 94], sont utilisés dans le cas des câbles de transport de l'énergie largement étudiés dans cette partie.

La MOT en conditions de court circuit nous informe sur l'état statique des charges résiduelles dans le matériau, avant ou après l'application de la contrainte. Cependant, pour rester proche des conditions de service des systèmes isolés et pour une meilleure compréhension des phénomènes en présence d'un champ électrique appliqué, une évolution de la MOT est proposée pour réaliser des mesures sous champ électrique appliqué [NOT 01a]. De plus, les mesures sous tension peuvent apporter des informations utiles pour l'étalonnage de la technique.

Ce principe est également directement utilisé pour des applications industrielles et a donné lieu à plusieurs transferts technologiques aboutis ou en cours.

2.4. ÉVOLUTION DE LA MOT – MESURES SOUS CHAMP ELECTRIQUE APPLIQUÉ CONTINU

2.4.1 DISPOSITIF A DOUBLE CONDENSATEUR

Pour effectuer les mesures sous champ électrique continu et dans la mesure où l'on insère une source haute tension continue, le dispositif décrit sur la Figure 2 présente deux désavantages majeurs :

- l'amplificateur de courant ne doit pas être en contact avec la source haute tension;
- si la source haute tension est insérée entre la terre et une face de l'échantillon, l'autre face étant reliée à la terre via l'amplificateur de courant (dispositif analogue à la mesure d'un courant de conduction), les courants de conduction et de polarisation liés à la présence d'un champ électrique appliqué à l'échantillon sont susceptibles de masquer le courant d'onde thermique.

Une solution à ces problèmes est de placer un « échantillon dit de compensation » en opposition avec l'échantillon de mesure. Cela impose que l'échantillon de compensation soit identique (même capacité, même dimensionnel, mêmes propriétés diélectriques) à l'échantillon de mesure. Le moindre déséquilibre, pourrait minimiser l'effet de compensation et masquer le courant d'onde thermique. L'utilisation de deux échantillons identiques apporte l'avantage de compenser les courants transitoires de polarisation et de conduction pouvant apparaître sous forts champs; le courant mesuré est ainsi dû uniquement au champ électrique interne de l'échantillon de mesure.

En connectant une face de l'échantillon de compensation à l'amplificateur de courant et l'autre à l'échantillon de mesure via une électrode, un « double condensateur » est obtenu. Un potentiel peut ainsi être

appliqué à l'électrode centrale, et le front thermique à l'échantillon de mesure. Le signal est alors mesuré à travers l'échantillon de compensation (Figures 3 a et b).

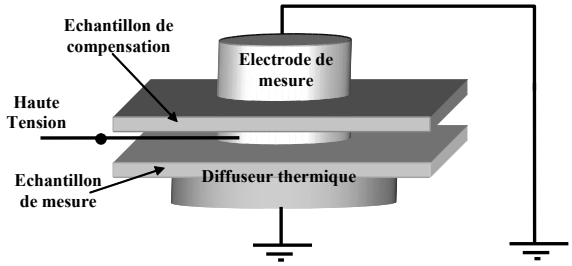


Figure 3-a: MOT sous champ - Application de la Haute Tension

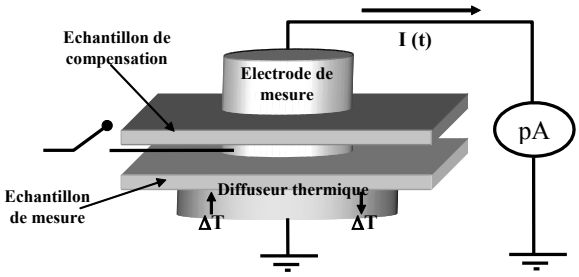


Figure 3-b: MOT sous champ – Mesure du signal

La mesure « sous champ » est ainsi réalisée en deux étapes (Figure 3) :

- pendant le conditionnement électrique, le potentiel est appliqué à l'électrode centrale et l'amplificateur de courant est court-circuité (le système se comporte comme deux capacités électriques placées en parallèle soumis à une même tension appliquée (Figure 3-a)).
- afin d'éviter le transport de charges d'influence aux électrodes à travers la source HT, celle-ci doit être déconnectée pendant la mesure (Figure 3-b). Le signal est ensuite mesuré pendant l'excitation thermique de l'échantillon de mesure (en contact avec le diffuseur thermique), alors que l'amplificateur de courant est connecté à l'échantillon de compensation. Les deux échantillons sont alors en série y compris avec l'amplificateur de courant, et les conditions de court-circuit sont respectées). Les champs appliqués aux deux échantillons, quant à eux, sont en opposition, de même pour les courants de conduction et de polarisation qui se compensent.

2.4.2 REMARQUES

Le courant d'onde thermique dans le circuit extérieur est donné par :

$$I(t) = -\alpha C_2 \int_{x_0}^{x_0+d} E(x) \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} dx \qquad (24)$$

(a) – Capacité C_2 vue par l'amplificateur de courant

Pendant la mesure, les deux échantillons sont en série. S'ils sont identiques, C_2=C/2. En l'absence de tension appliquée, le courant MOT doit être la moitié de celui obtenu en conditions de court-circuit avec l'échantillon excité thermiquement (où C_2=C).

(b) – Faibles champs appliqués à des échantillons « vierges » de charges d'espace

Pour de faibles champs appliqués, le champ peut être considéré comme constant dans le matériau (pas de charges injectées) : $E(x)=E_e=V/d$, où V est la tension appliquée. Dans ce cas, le signal (24) devient directement proportionnel à V :

$$I(t) = -\alpha C_2 \frac{V}{d} \int_{x_0}^{x_0+d} \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} dx \qquad (25)$$

Ce courant peut être utilisé comme courant d'étalonnage dans le traitement mathématique du signal MOT.

(c) – Faibles champs appliqués aux échantillons contenant des charges d'espace

Si l'échantillon de mesure contient déjà des charges d'espace donnant un champ résiduel $E_r(x)$, et un champ électrique externe est appliqué au matériau ($E_e=V/d$ ne modifiant pas la distribution de charges d'espace), le champ total dans l'échantillon devient $E(x)=E_r(x)+E_e$. L'équation (24) peut alors être écrite sous la forme :

$$I(t) = -\alpha C_2 \int_{x_0}^{x_0+d} \left[E_r(x) + E_e\right] \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} dx \qquad (26)$$

$$= I_0(t) - \alpha C_2 \frac{V}{d} \int_{x_0}^{x_0+d} \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} dx = I_0(t) + I_f(t)$$

où $I_0(t)$ est le courant dû aux charges d'espace résiduelles et $I_f(t)$ le courant dû au champ externe.

2.5. Traitement mathématique d'un signal MOT

Le traitement mathématique d'un signal MOT se fait en deux étapes décrites ci-après.

Dans un premier temps, il est nécessaire de déterminer les paramètres thermiques propres au matériau en effectuant une procédure d'étalonnage. Ensuite, une fois les paramètres utiles au traitement des signaux obtenus, plusieurs méthodes de traitement mathématiques peuvent être utilisées. Ces différentes méthodes seront également exposées.

2.5.1 Étalonnage de la MOT – Utilisation des mesures sous faible champ appliqué pour la détermination des paramètres du matériau isolant

Comme présenté ci-dessus, si l'on applique à un échantillon un faible champ électrique extérieur $E_e=V/d=cte$ susceptible de ne pas modifier la répartition de charges résiduelles déjà présentes dans l'isolant, il en

convient que la présence de charges résiduelles induit un champ électrique résiduel $E_r(x)$. Si l'on applique un champ électrique positif, par exemple, on obtient un courant MOT mesuré $I_+(t)$ d'expression :

$$I_+(t) = -\alpha \frac{C}{2} \int_{x_0}^{x_0+d} \left[E_r(x) + E_e\right] \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} dx \qquad (27)$$

Ensuite, si l'on applique à l'échantillon un champ électrique de même valeur E_e mais négatif, on obtient un courant MOT noté $I_-(t)$ d'expression :

$$I_-(t) = -\alpha \frac{C}{2} \int_{x_0}^{x_0+d} \left[E_r(x) - E_e\right] \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} dx \qquad (28)$$

La différence entre les courants obtenus par les deux mesures est :

$$I_D(t) = I_+(t) - I_-(t) = -\alpha C \int_{x_0}^{x_0+d} E_e \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} dx = -\alpha C E_e \int_{x_0}^{x_0+d} \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} dx = \qquad (29)$$

$$-2\,\alpha \frac{C}{2} E_e \int_{x_0}^{x_0+d} \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} dx = -2\,\alpha \frac{C}{2} \frac{V}{d} \int_{x_0}^{x_0+d} \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} dx = 2\, I_{étalonnage}(t) \qquad (30)$$

Le courant dit d'étalonnage $I_{étalonnage}(t)$ est défini par :

$$I_{étalonnage}(t) = -\alpha \frac{C}{2} \frac{V}{d} \int_{x_0}^{x_0+d} \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} dx = -\alpha \frac{C}{2} \frac{V}{d} J(t) \qquad (31)$$

L'expression théorique du stimulus thermique étant :

$$\frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} = \Delta T_0 \, \frac{x}{t} \sqrt{\frac{1}{D 4 \pi t}} \, \exp\left(-\frac{x^2}{D 4 t}\right) \qquad (32)$$

L'intégrale $J(t)$ vaut donc :

$$J(t) = \int_{x_0}^{x_0+d} \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} dx = \int_{x_0}^{x_0+d} \Delta T_0 \, \frac{x}{t} \sqrt{\frac{1}{D4\pi t}} \exp\left(-\frac{x^2}{D4t}\right) dx =$$

$$\Delta T_0 \left(\frac{\exp\left(-\frac{x_0^2}{D4t}\right) - \exp\left(-\frac{(x_0+d)^2}{D4t}\right)}{\sqrt{\left(1/D\right)\pi\, t}} \right) \qquad (33)$$

La connaissance temporelle de $J(t)$ permet de déterminer les paramètres D et x_0 ainsi que le paramètre a de variation de la capacité de l'échantillon avec la température nécessaire au traitement mathématique des signaux MOT.

2.5.2 Traitement mathématique des signaux obtenus par la MOT

Une fois les paramètres propres au matériau α, ΔT_0, C *et* D déterminés, et considérant le signal MOT à traiter suivant :

$$I(t) = -\alpha C \int_{x_0}^{x_0+d} E(x) \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} dx = -\alpha C \Delta T_0 \sqrt{\frac{1}{D4\pi t^3}} \int_{x_0}^{x_0+d} x\, E(x) \exp\left(-\frac{x^2}{D4t}\right) dx \qquad (34)$$

Il est possible de déterminer le courant dit « noyau » intitulé $I_N(t)$:

$$I_N(t) = I(t) \Big/ \left(-\alpha C \Delta T_0 \sqrt{\frac{1}{D4\pi t^3}} \right) = \int_{x_0}^{x_0+d} x\, E(x) \exp\left(-\frac{x^2}{D4t}\right) dx \qquad (35)$$

Plusieurs techniques de calculs ont été élaborées afin de déterminer le plus précisément possible, à partir du courant noyau $I_N(t)$, les distributions de champs électriques $E(x)$ et de charges d'espace $\rho(x)$ dans l'isolant. Parmi ces techniques, nous retrouvons des méthodes de résolutions basées sur les séries de Fourier, les dérivées successives, la transformée inverse de Laplace, l'inversion matricielle et plus récemment les « pseudo » séries de Fourier.

Il est à noter que ces techniques ont évolué avec les performances des moyens informatiques disponibles.

Les différentes méthodes ayant été exhaustivement détaillées dans de nombreux mémoires [NOT 11], seule la méthode basée sur les pseudo-séries de Fourier sera présentée dans cette partie. C'est en effet, la méthode qui a été la plus utilisée pour l'obtention des distributions de champ électrique et de charges d'espace de ce mémoire [NOT 09].

2.5.2.1. Traitement des signaux MOT par les pseudo-séries de Fourier sur échantillons plans

La détermination de la répartition du champ électrique, à partir d'un courant expérimental MOT, peut être obtenue comme suit. Notons que c'est la méthode de traitement qui a été majoritairement utilisée pour la présentation des distributions de champ électrique et de charges d'espace résiduelles dans des échantillons plans.

Soit l'expression du courant MOT (34) mesuré sur un structure isolante plane et homogène pour laquelle les paramètres propres au matériau α, ΔT_0, *C et D* sont connus, ont peut alors considérer le courant « noyau » (35) présenté ci-avant. On donne la décomposition en série de Fourier du champ électrique $E(x)$ interne à l'échantillon suivante :

$$E(x) = \sum_{n=0}^{\infty}\left[a_n \cos\left(n\frac{2\pi}{d}x\right) + b_n \sin\left(n\frac{2\pi}{d}x\right)\right] \qquad (36)$$

où

$$a_0 = \frac{1}{d}\int_{x_0}^{x_0+d} E(x)dx,\ a_n = \frac{2}{d}\int_{x_0}^{x_0+d} E(x)\cos\left(n\frac{2\pi}{d}x\right)dx,\ \ b_n = \frac{2}{d}\int_{x_0}^{x_0+d} E(x)\sin\left(n\frac{2\pi}{d}x\right)dx \qquad (37)$$

Le courant « noyau » devient alors :

$$I_N(t) = \sum_{n=0}^{\infty} a_n f_n(t) + b_n g_n(t) \qquad (38)$$

avec

$$f_n(t) = \int_{x_0}^{x_0+d} \cos\left(n\frac{2\pi}{d}x\right) x \exp\left(-\frac{x^2}{D4t}\right)dx \qquad (39)$$

$$g_n(t) = \int_{x_0}^{x_0+d} \sin\left(n\frac{2\pi}{d}x\right) x \exp\left(-\frac{x^2}{D4t}\right)dx \qquad (40)$$

La détermination du champ électrique $E(x)$ à travers l'échantillon peut alors aboutir en utilisant la procédure suivante :

(I) calcul de la distribution de la température dans l'échantillon ;

(II) calcul du courant noyau à partir du courant MOT expérimental et des paramètres α, ΔT_0, *C et D* ;

(III) calcul des fonctions $f_n(t)$ and $g_n(t)$;

(IV) identification des termes a_n and b_n par régression linéaire ;

(V) calcul de $E(x)$ (36).

La distribution de la densité de charges d'espace $\rho(x)$ est obtenue en dérivant $E(x)$ selon l'équation de Poisson:

$$\rho(x) = \varepsilon \frac{\partial E(x)}{\partial x} \qquad (41)$$

Il est possible de diminuer de moitié le nombre de termes a_n et b_n à calculer en prenant le centre de l'échantillon pour origine de l'épaisseur totale. Ainsi, le temps de calcul est alors réduit et la précision du résultat final améliorée.

L'expression du champ électrique $E(x)$ à travers l'isolant, obtenue par décomposition en « pseudo-séries » de Fourier, est alors :

$$E(x) = \sum_{n=0}^{\infty} \left\{ a_n \cos\left[n\pi \frac{x - \left(x_0 + \frac{d}{2}\right)}{d} \right] + b_n \sin\left[n\pi \frac{x - \left(x_0 + \frac{d}{2}\right)}{d} \right] \right\} \qquad (42)$$

Les expressions des fonctions $f_n(t)$ et $g_n(t)$ deviennent dans ce cas :

$$f_n(t) = \int_{x_0}^{x_0+d} \cos\left[n\pi \frac{x - \left(x_0 + \frac{d}{2}\right)}{d} \right] x \exp\left(-\frac{x^2}{D4t} \right) dx \qquad (43)$$

$$g_n(t) = \int_{x_0}^{x_0+d} \sin\left[n\pi \frac{x - \left(x_0 + \frac{d}{2}\right)}{d} \right] x \exp\left(-\frac{x^2}{D4t} \right) dx \qquad (44)$$

2.5.2.2. Traitement des signaux MOT par les pseudo-séries de Fourier sur échantillons coaxiaux

Dans ce premier volet de la 2ème partie du mémoire, sont essentiellement présentés des résultats obtenus sur des échantillons coaxiaux tels que les câbles de transport d'énergie. C'est pourquoi le principe de traitement des signaux MOT est également donné sur des géométries coaxiales.

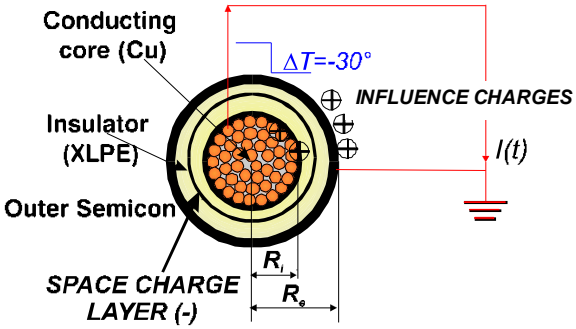


Figure 4 : Principe de la mesure sur câble

Considérons alors un câble coaxial de longueur l, dont l'isolation présente une structure cylindrique de rayon intérieur R_i et extérieur R_e. Il est admis que le diélectrique est homogène et contient de la charge d'espace. Si tous les points placés sur la surface d'un cylindre de rayon $r \in [R_i, R_e]$, telle une « peau » cylindrique, sont dans le même état électrique, alors la densité de charge d'espace piégée sur cette surface notée $\rho(r)$ est considérée comme constante (Figure 4). Ainsi, on peut considérer que le câble se comporte comme un échantillon plan qui présente un plan de charge d'espace en position r dans l'épaisseur. L'isolant en géométrie cylindrique lorsque l'on applique un échelon thermique sur l'électrode externe peut être apparenté à un isolant plan. Le courant d'onde thermique résultant mesuré dans le circuit extérieur est alors [SAB 91]:

$$I(t) = -\alpha C \int_{x_0+R_e}^{R_i} E(r) \frac{\partial \Delta T(r,t)}{\partial t} dr \qquad (45)$$

Avec $\alpha = (1/r)(dr/dT) - (1/\varepsilon)(d\varepsilon/dT)$, C la capacité électrique du câble, $E(r)$ est la distribution radiale du champ électrique, et $\Delta T(r,t)$ la distribution relative de la température dans l'isolant du câble : $\Delta T(r,t) = T(r,t)-T_0$. L'équation (II.45) est également valable si le câble est soumis à un champ électrique appliqué pendant la mesure [NOT 01a].

En géométrie cylindrique, l'expression approximée de la dérivée de la température dans l'isolation du câble est [SAN 94]:

$$\frac{\partial \Delta T(r,t)}{\partial t} = \Delta T \frac{R_e}{r} \frac{(R_e - r)}{t} \sqrt{\frac{1}{D4\pi t}} \exp\left(- \frac{(R_e - r)^2}{D4t} \right) \qquad (46)$$

Avec D la diffusivité thermique du matériau.

L'ensemble des interfaces entre l'échelon « réel » (liquide froid) et l'isolant qui contribuent à l'atténuation et au décalage temporel de l'onde de température peut être considérée en ajoutant au rayon extérieur R_e une « épaisseur équivalente » virtuelle x_0 [SAN 94], laquelle peut être déterminée par la calibration. Ainsi, nous pouvons considérer qu'un échelon thermique parfait est appliqué en coordonnée $R = x_0 + R_e$ depuis le centre du câble.

En posant $d = R_e - R_i$ et $x = R - r$, l'équation (46) devient:

$$\frac{\partial \Delta T(r,t)}{\partial t} = \Delta T \frac{R}{R-x} x \sqrt{\frac{1}{D4\pi t^3}} \exp\left(- \frac{x^2}{D4t}\right) \qquad (47)$$

En insérant (47) dans (45), le courant d'onde thermique résultant est :

$$I(t) = -\alpha C \Delta T \sqrt{\frac{1}{D4\pi t^3}} \int_{x_0}^{x_0+d} E(x) \frac{R}{R-x} x \exp\left(- \frac{x^2}{D4t}\right) dx \qquad (48)$$

A partir de l'expression (46), il en résulte le courant « noyau » suivant :

$$I_N(t) = \frac{I(t)}{-\alpha C \Delta T \sqrt{\frac{1}{D4\pi t^3}}} = \int_{x_0}^{x_0+d} E(x) \frac{R}{R-x} x \exp\left(- \frac{Wx^2}{4t}\right) dx \qquad (49)$$

De façon totalement analogue aux géométries planes, le champ électrique $E(x)$ peut être décomposé en séries de Fourier selon les équations 36 à 38. Les coordonnées cylindriques interviennent dans les expressions des fonctions $f_n(t)$ et $g_n(t)$, qui prennent la forme suivante dans le cas des pseudo-séries de Fourier :

$$f_n(t) = \int_{x_0}^{x_0+d} \cos\left[n\pi \frac{x - \left(x_0 + \frac{d}{2}\right)}{d}\right] \frac{R}{R-x} x \exp\left(-\frac{x^2}{D4t}\right) dx \qquad (50)$$

$$g_n(t) = \int_{x_0}^{x_0+d} \sin\left[n\pi \frac{x - \left(x_0 + \frac{d}{2}\right)}{d}\right] \frac{R}{R-x} x \exp\left(-\frac{x^2}{D4t}\right) dx \qquad (51)$$

La distribution de la densité de charges d'espace $\rho(x)$ est obtenue en dérivant le champ électrique $E(x)$ reconstitué à partir des expressions 50, 51 et 42 :

$$\rho(x) = \varepsilon\left(-\frac{\partial E(x)}{\partial x} + \frac{E(x)}{R-x}\right) \qquad (52)$$

2.6. TRANSFERT DE TECHNOLOGIE VERS L'INDUSTRIE ET PRINCIPAUX RÉSULTATS ASSOCIÉS

Les résultats présentés dans cette partie concernent essentiellement les câbles de transport d'énergie et en particulier la répartition du champ électrique dans l'isolant.

Nous allons volontairement faire l'impasse sur les nombreux travaux menés au cours des deux dernières décennies sur des échantillons plans de fines épaisseurs (plaques ou films jusqu'environ 2 mm d'épaisseur). L'une des raisons est que ces résultats ne sont pas toujours directement applicables aux systèmes d'isolation cylindriques de forte épaisseur tels que les câbles de transport d'énergie, pour lesquels la distribution des contraintes et le processus de fabrication sont très différents. En l'occurrence, les fortes épaisseurs imposent la prise en compte de gradients de température et de champs électriques qui sont généralement négligés dans les hypothèses de calcul pour les échantillons de faibles épaisseurs. Une autre raison provient du processus de fabrication qui diffère fortement entre les échantillons plans « fins » et cylindriques de fortes épaisseurs. L'extrapolation d'un résultat en est alors quasiment impossible d'une géométrie à l'autre.

Nous venons de considérer ci-avant les aspects géométriques et dimensionnels des systèmes isolés. Il ne reste plus maintenant qu'à considérer l'aspect fondamental qui est l'application industrielle de ces systèmes isolés.

Nous allons donc mettre l'accent sur le développement et la mise au point d'une technique permettant la mesure de la répartition du champ électrique directement sur des longueurs de câbles sur leur site industriel. Dans ce cas, le double aspect grande dimension / très forte contrainte sera considéré. A ce jour, deux transferts technologiques ont été effectués pour caractériser des câbles dits « modèles » pouvant atteindre 6 mm d'épaisseur d'isolant, le premier sur le site de Nexans France à Calais et le second sur le site de la société Laborelec (GDF SUEZ) à Linkebeek. D'autres commandes ont été récemment passées pour assurer les transferts technologiques de deux systèmes de mesure destinés aux câbles « grandeur réelle » pouvant atteindre 21 mm d'épaisseur d'isolant sur les sites de Nexans France à Calais et Alstom Grid à Stafford.

En effet, l'évaluation de l'état électrique de l'isolation des câbles est un défi qui suscite d'importants travaux académiques et industriels. L'établissement de la charge d'espace dans l'isolant quelles que soient les conditions d'utilisation, en alternatif ou continu, est considéré par la communauté du génie électrique comme étant un marqueur de vieillissement.

Nous comprenons alors l'intérêt de développer des techniques sensibles permettant d'obtenir des résultats précis et reproductibles directement sur des longueurs de câbles HTCA et HTCC.

La compréhension des mécanismes fondamentaux qui engendrent une diminution des propriétés diélectriques de l'isolant des câbles (polyéthylène réticulé « PR ») dans le temps, puis l'identification des paramètres liés à son vieillissement électrique et thermique, est d'un intérêt considérable pour prédire le comportement à long terme des câbles haute tension à l'état neuf et déjà installés. Sur la base des corrélations qui ont été faites entre la dégradation de PR et la charge électrique (charge d'espace) accumulée en volume [MAZ 99] [NOT 01b], nous avons participé à un projet européen Brite Euram intitulé ARTEMIS avec comme industriels, des câbliers (Alcatel Câble et Câbles Pirelli) et des exploitants des réseaux électriques (EDF et

Electrabel), avec pour objectif l'élaboration d'un système de diagnostic pour câbles haute tension à courant alternatif [LAU 03]. Nous avions pour mission d'étudier l'évolution de la charge d'espace dans l'isolation des câbles soumis à un conditionnement thermique (jusqu'à 90°C) et électrique (jusqu'à 31,2 kV/mm efficaces) en courant alternatif de longue durée (jusqu'à 10000 heures), afin d'en tirer des marqueurs potentiels du vieillissement.

Deux variantes de la méthode de l'onde thermique ont ainsi été utilisées: la technique dite de « chauffage interne » et la technique de « refroidissement externe ». La première, qui ne nécessite aucune préparation spécifique du câble avant les mesures, vise à assurer le suivi de l'évolution de l'état électrique moyen de l'isolant du câble dans son ensemble (sur des longueurs de plusieurs mètres) au cours du vieillissement (mesures réalisées par étapes et consécutives à une polarisation sous faible champ continu). La seconde technique « refroidissement externe » est plutôt orientée vers une analyse locale du câble (des longueurs de 20 à 40 cm sont prises en compte). Un diffuseur de température peut être déplacé le long du câble afin d'observer d'éventuelles différences d'accumulation de charge d'espace dans l'isolant dénotant une hétérogénéité longitudinale. Ainsi, le découpage en morceaux du câble n'est pas nécessaire, et les mesures peuvent être réalisées sans effectuer une polarisation sous faible champ continu.

2.7. Résultats de mesures de charges d'espace sur câble HT à courant Alternatif

2.7.1. Analyse de tronçons de câbles haute tension courant alternatif : technique du refroidissement extérieur

2.7.1.1. Présentation des échantillons étudiés

Les échantillons de câbles étudiés ont été prélevés sur plusieurs centaines de mètres de câble isolé au polyéthylène réticulé chimiquement (PRC) de 90 kV en courant alternatif, avec un conducteur en aluminium de 630 mm^2 et une épaisseur d'isolant de 14 mm. L'isolation du câble et les couches semi conductrices ont été fabriqués avec des matériaux commerciaux pour les câbles haute tension.

Cela signifie que les différents câbles de cette étude sont issus des mêmes matériaux et ne peuvent différer que part le procédé de fabrication utilisé par le manufacturier.

Afin d'évaluer les facultés des différents câbles à accumuler les charges d'espace, ils ont été soumis à un conditionnement thermique et électrique à des températures allant de 20 °C à 90 °C et des tensions alternatives de 145 kV, 225 kV et 325 kV efficaces (celles-ci correspondent à des champs électriques maximum de 14,1 kV/mm, 21,8 kV/mm et 31,2 kV/mm au voisinage du semi-conducteur interne) pour des durées allant de

2000 heures à 10000 heures. Les différents conditionnements électriques ont été réalisés sur les sites industriels de Alcatel Câbles à Charleroi (Belgique), Câbles Pirelli à Gron (France) et EDF aux Renardières (France).

Après chaque campagne de vieillissement, des tronçons de câbles de 600 mm de long ont été prélevés des boucles de câbles et expédiés dans notre laboratoire pour être analysés par la méthode de l'onde thermique. Ainsi, une approche déterministe de l'évolution des charges d'espace dans l'isolant en fonction du temps a pu être faite grâce aux propriétés non destructives de la méthode. Des échantillons vierges ont été analysés au départ de l'étude en guise de référence.

2.7.1.2. PRÉSENTATION DU SYSTÈME DE MESURE DU « REFROIDESSEMENT EXTÉRIEUR »

Après réception, juste après leur vieillissement sous tension alternative, les échantillons de câbles ont été mesurés en laboratoire en termes de charges d'espace en utilisant la technique dite du refroidissement extérieur (Figure 5) [AGN 01]. Pour cette expérience, le câble est court-circuité par un amplificateur de courant. Le semi conducteur externe du câble est enveloppé par un diffuseur thermique cylindrique (de 240 mm de long), spécialement développé pour le dimensionnel des câbles étudiés (Figure 5). Dans cette configuration, le liquide s'écoule directement sur le semi-conducteur externe permettant d'atteindre une sensibilité de l'ordre de 1 mC/m^3 pour une isolation de 14 mm d'épaisseur.

La mesure du courant d'onde thermique est faite pendant qu'un liquide à -5 °C circule dans le diffuseur afin de générer un échelon de température de -30 °C pendant une durée de 200 s. Une fois la mesure terminée, le câble est ramené à sa température initiale (dans notre cas 25 °C) pendant 10 minutes par la circulation d'un liquide à température ambiante. Chaque expérience est répétée 3 fois pour confirmer la reproductibilité du résultat. Dans la plupart des cas, la reproductibilité a également été testée par la mesure d'au moins 2 échantillons de câbles distincts pour chaque conditionnement. Le courant d'onde thermique de nature capacitive, mesuré par l'amplificateur de courant, est issu de la redistribution des charges d'influence aux électrodes pendant que le stimulus thermique diffuse dans l'isolant [TOU 91] [CER 08]. En géométrie cylindrique, il dépend de la distribution du champ électrique en fonction du rayon $E(r)$ [SAB 91] [NOT 01a].

$$I(t) = -\alpha C \int_{R_e}^{R_i} E(r) \frac{\partial \Delta T(r,t)}{\partial t} dr \qquad (53)$$

avec $\Delta T(r,t)$ la variation de la température à l'intérieur du câble, C sa capacité, α le coefficient de variation de la capacité avec la température, R_e le rayon extérieur et R_i le rayon intérieur de l'isolant. Le champ étant lié à la charge via l'équation de Poisson, le courant mesuré reflète la quantité de charges piégées dans l'isolant. Le champ électrique peut être obtenu en résolvant l'équation (53) [NOT 09].

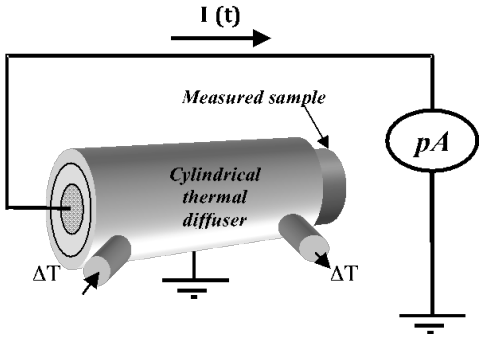


Figure 5: Principe de la MOT par le « Refroidissement extérieur » en conditions de court-circuit.

2.7.1.3. RÉSULTATS OBTENUS SUR LES TRONÇONS DE CÂBLES

Pour la première fois, des mesures de charges d'espace ont été réalisées sur des tronçons de câbles de ce niveau de tension (90 kV) juste après le vieillissement sous tension alternative sans y appliquer de contrainte continue. En effet, jusqu'alors les mesures étaient réalisées après un conditionnement électrique sous tension continue afin de révéler les charges injectées pendant le conditionnement alternatif. Le risque d'une telle procédure était de générer des charges avec la contrainte continue pouvant masquer celles issues de la contrainte alternative.

Les courants d'onde thermique typiques obtenus sur un tronçon de câble vierge, puis après plusieurs durées de vieillissement sont présentés dans la Figure 6.

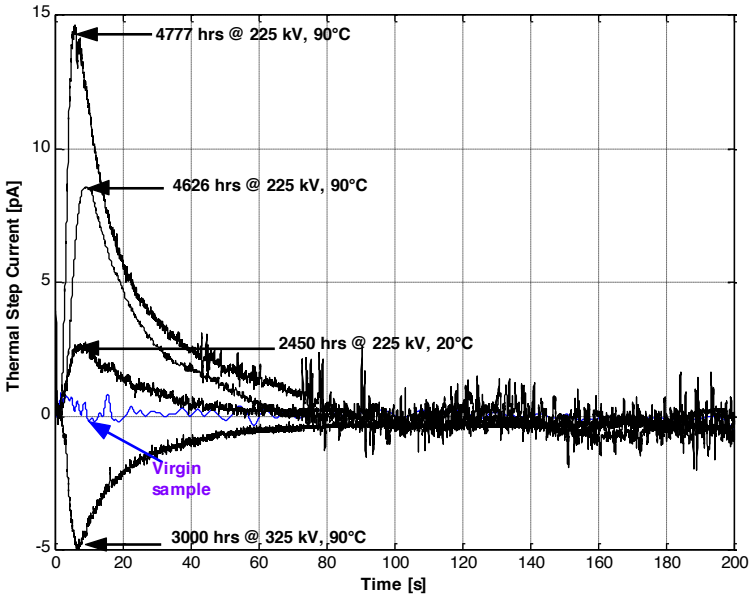


Figure 6 : Courants MOT mesurés directement après vieillissement sous tension alternative

Ces courants permettent de mettre en évidence l'influence de la température, de la tension et du temps sur l'accumulation des charges d'espace. Ainsi, les amplitudes des courants peuvent atteindre, en particulier pour des conditionnements sous 225 kV (21.8 kV/mm) et 325 kV (31.2 kV/mm) à 90 °C, jusqu'à 15 pA.

Les distributions de charges d'espace, dont un exemple est donné dans la Figure 7, ont été extraites par traitement mathématique à partir des courants de la Figure 6. Les quantités de charges positives et négatives $|Q_+|$ and $|Q_-|$ ont ensuite été calculées afin d'obtenir un indicateur du « vieillissement » utilisant le critère charge d'espace en utilisant l'équation 54:

$$|Q_+| = \int_{R_e}^{R_i} |\rho_+| 2\pi l r dr$$
$$|Q_-| = \int_{R_e}^{R_i} |\rho_-| 2\pi l r dr \qquad (54)$$

Où l est la longueur du tronçon de câble mesuré égale à la longueur du diffuseur thermique (240 mm dans notre cas), ρ_+ et ρ_- sont respectivement les distributions de densités de charges d'espace positives et négatives.

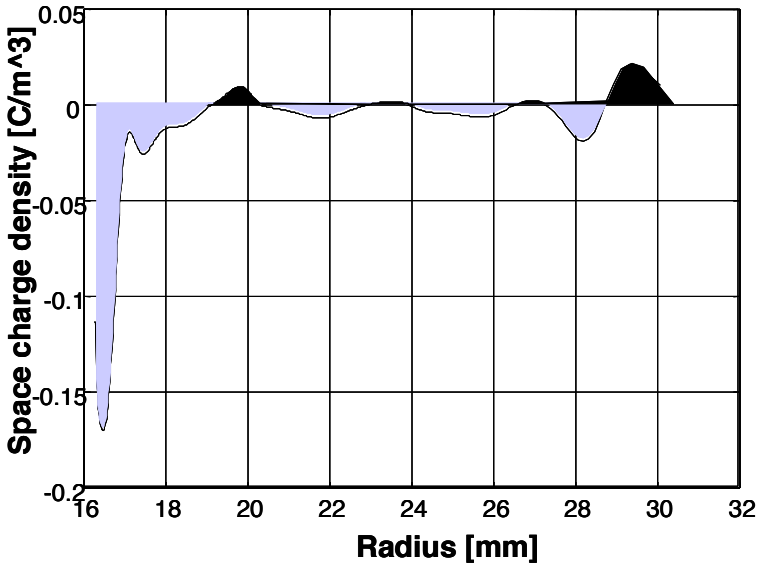


Figure 7 : Distribution de densité de charge d'espace typique sur câbles conditionnés en courant alternatif

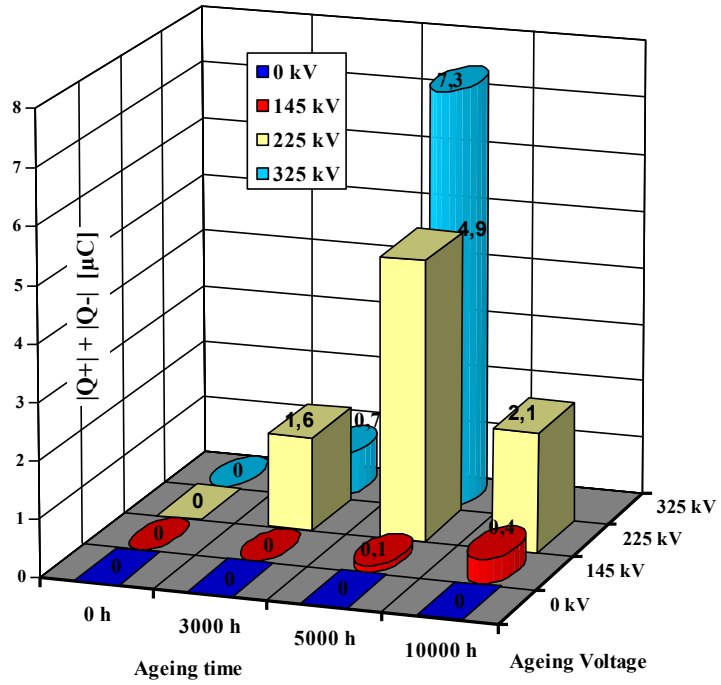


Figure 8 : Charge piégée profondément après des conditionnements à 90°C en fonction du temps et de la tension.

Les quantités de charge absolue $|Q_{total}|=|Q_+|+|Q_-|$ calculées dans les câbles conditionnés à 90 °C sont présentées dans la Figure 8. Une mesure par la méthode de l'onde thermique effectuée juste après un vieillissement alternatif est sensible aux charges piégées profondément dans l'isolation du câble, à savoir celles pour lesquelles le temps de dépiégeage est plus élevé que le temps nécessaire pour effectuer la mesure. En effet, la majeure partie des charges injectées pendant une demi période sont piégées dans des pièges peu profonds et sont ensuite libérées durant la demi période suivante, lorsque le champ appliqué change de polarité.

Les mesures MOT étant effectuées après la suppression de la contrainte alternative, les signaux obtenus sont peu susceptibles de tenir compte de cette « charge dynamique ». En revanche, il y a des charges injectées qui sont piégées dans des pièges suffisamment profonds pour qu'elles y restent même lorsque la polarité du champ s'inverse. Ici, les charges mesurées sont stockées dans des pièges profonds et sont considérées comme une « charge constante ». Ainsi, on peut s'attendre à une augmentation de l'amplitude des courants relevés avec une augmentation de la densité des pièges profonds. Les profondeurs de ces pièges ont été estimées de l'ordre de ≥ 1 eV dans le PRC [NOT 01b]. Pour ce niveau d'énergie, l'apparition de nouveaux pièges peut être associée à des changements morphologiques et chimiques locaux témoignant d'une dégradation irréversible du polymère (ruptures de la chaîne, par exemple).

L'évolution de la charge piégée dans les câbles étudiés a été jugée en fonction des conditions de vieillissement. Malgré une très faible dégradation des câbles étudiés, une tendance à l'augmentation de la concentration apparente de pièges profonds munis de charge d'espace a été observée en fonction du temps, de la tension et de la température de vieillissement. Cette augmentation est susceptible d'être associée à l'affaiblissement de la structure isolante. Cette quantité de charges piégées obtenue à partir de mesures de charge

d'espace semble être un marqueur potentiel du vieillissement prometteur pour l'isolation des câbles haute tension à courant alternatif [NOT 03].

Comme évoqué dans l'introduction, les mesures réalisées avec la technique du refroidissement extérieur ne permettent qu'une analyse localisée de l'isolant. L'étape qui va suivre dans le paragraphe ci-après concerne l'étude d'une boucle de câble complète afin d'obtenir une évaluation de son état électrique global moyen.

2.7.2. ANALYSE D'UNE BOUCLE DE CÂBLE HAUTE TENSION À COURANT ALTERNATIF PAR LA TECHNIQUE DU CHAUFFAGE PAR L'INTÉRIEUR.

Afin d'obtenir une évaluation globale de l'état électrique d'un câble identique aux câbles étudiés dans le paragraphe précédent, des mesures ont été régulièrement effectuées sur des boucles de 11 à 21 mètres de câbles (épaisseur de l'isolant 14 mm et section du conducteur en aluminium 630 mm²), vieillis dans des installations industrielles (site Câble Pirelli de Gron) à 325 kV efficace (31,2 kV/mm) durant 2000 à 6000 heures. Le vieillissement a été effectué en maintenant l'âme du câble à 90 °C [CAS 03]. Ces mesures ont été réalisées dans le cadre du projet Européen Brite Euram « ARTEMIS » par mes soins en tant que directeur technique de la société Am2e.

2.7.2.1. TECHNIQUE DU CHAUFFAGE PAR L'INTÉRIEUR : INSTALLATION ET PROCÉDURE EXPÉRIMENTALE

Le dispositif expérimental utilisé pour cette étude est présenté dans la Figure 9. Dans ce cas, l'onde thermique est générée par effet Joule grâce à l'application d'un fort courant (plusieurs kA) circulant dans le conducteur du câble pendant plusieurs secondes. Le temps de chauffage est contrôlé par l'ouverture et la fermeture de thyristors montés tête-bêche. Un logiciel de commande et d'acquisition a spécialement été développé pour cette étude. La boucle de câble à mesurer est court-circuitée, formant une seule spire et constituant le secondaire d'un transformateur de chauffage. Il s'agit dans ce cas d'un chauffage par induction. Après quelques secondes de chauffage, l'isolant est court-circuité par un amplificateur de courant via les deux couches semi- conductrices internes et externes. Ce banc de mesure MOT entièrement mobile a été transporté sur le site industriel afin de procéder aux mesures. Les transformateurs de chauffage ont été dimensionnés pour permettre l'injection d'un courant de 3 kA efficaces dans le conducteur en aluminium,. L'élévation de température générée par l'impulsion thermique atteint 1,7 °C au bout de 6 secondes de chauffe.

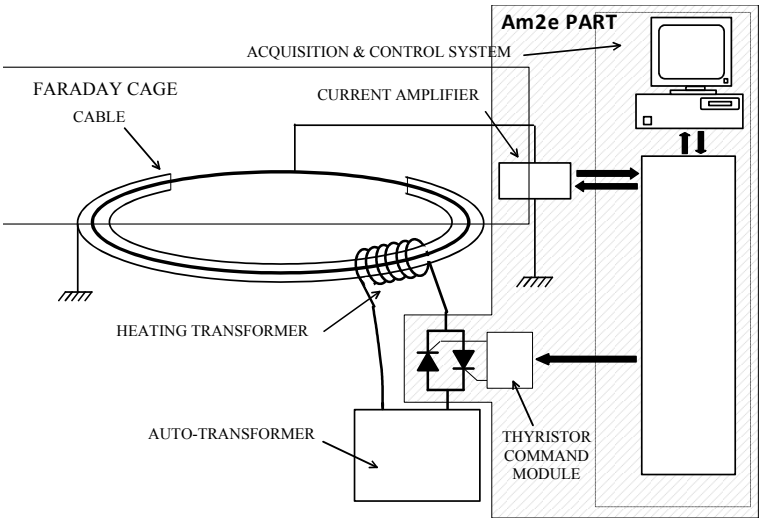


Figure 9 : Installation expérimentale du chauffage par l'intérieur sur boucle de câble HT

2.7.2.2. RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX DES MESURES SUR SITE

Après chaque étape de vieillissement, une procédure expérimentale a été appliquée. Pour révéler certains défauts créés par le vieillissement alternatif, une polarisation électrique à tension continue de 60 kV DC, soit 4,8 kV/mm au voisinage de l'âme centrale, pendant 18 heures à la température ambiante a été réalisée avant chaque mesure. La Figure 10 montre les courants obtenus selon le protocole décrit ci-avant sur un câble de 21 mètres de long après 2000 et 3000 heures de vieillissement alternatif.

Au bout de 3000 heures, 10 mètres de câbles ont été prélevés pour entreprendre d'autres mesures électriques et physico-chimiques non applicables directement sur le composant et sur site. Ainsi, après 3000 heures, la suite du vieillissement électrique a été réalisée sur 11 mètres de câbles restants. Pour tenir compte de la variation de la longueur du câble entre les différentes campagnes de mesures, les signaux acquis (Figures 10 et 11) ont été normalisés et exprimés en pico-ampères par mètre.

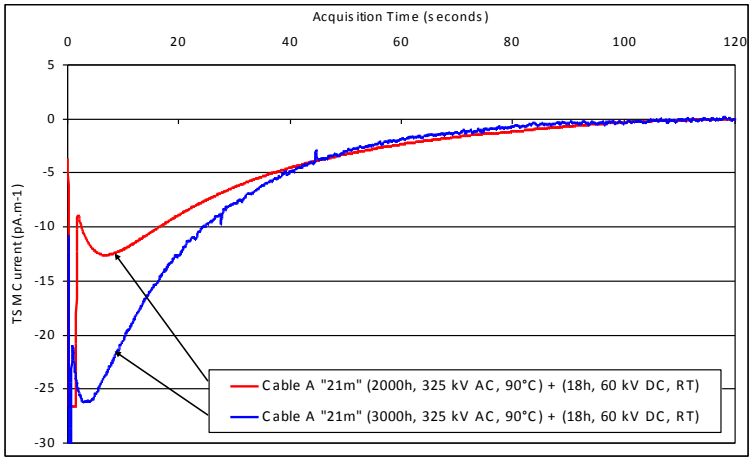


Figure 10 : Évolution des courants MOT en fonction du temps de vieillissement jusqu'à 3000 heures

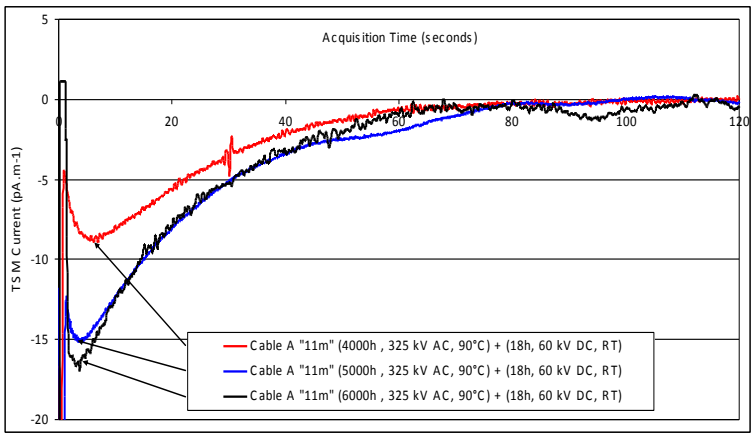


Figure 11 : Évolution des courants MOT en fonction de la durée de vieillissement de 3000 à 6000 heures

Dans la mesure où les longueurs de câbles sont inchangées, on observe systématiquement une augmentation des maxima de courants avec la durée de vieillissement. Si l'on se réfère à l'équation (1), il en résulte une augmentation du champ électrique interne, donc de la charge d'espace. La charge d'espace devient ici encore un marqueur potentiel du vieillissement.

Nous ne présenterons pas volontairement dans cette section de distribution de charges d'espace à cause d'une perte d'information aux départs des courants MOT. Cette perte de signal est due aux perturbations liées au chauffage du conducteur par effet Joule. Cela ne retire en rien les capacités de cette technique pour révéler une augmentation de la quantité de défauts chargés dans les câbles.

La Figure 12 représente les maxima de courants MOT obtenus sur des câbles vieillis sur sites. Une mesure supplémentaire a été réalisée sur 20 mètres de câbles vieillis sous 145 kV efficaces, soit 14,1 kV/mm au voisinage du semi conducteur interne, pendant 10000 heures à 90 °C. Ce vieillissement a été réalisé sur le site de Alcatel Câbles de Charleroi en Belgique.

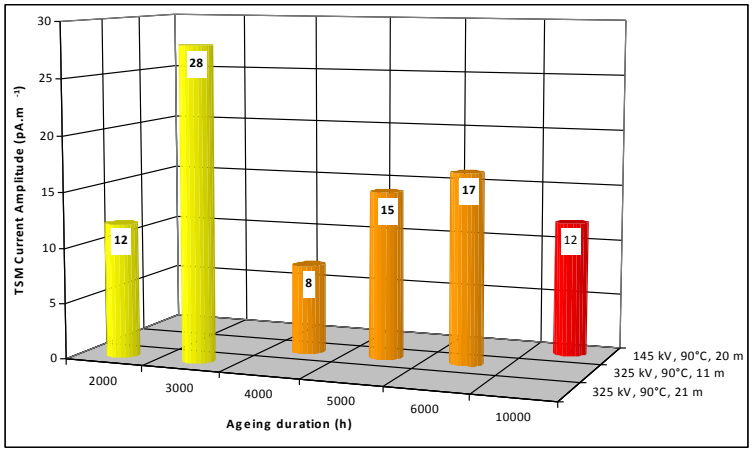


Figure 12 : Variation des maxima de courants MOT sur grandes longueurs de câbles en fonction de différentes conditions de vieillissement

Si l'on compare les vieillissement effectués sous 325 kV et 145 kV, on constate qu'en 5 fois moins de temps le câble vieilli sous 325 kV présente la même quantité de défauts que celui vieilli sous 145 kV. La tension de vieillissement influence ainsi fortement l'accumulation de charges d'espace, et donc la création de défauts.

Pour un même vieillissement sur un même câble, on constate un point de mesure particulier après 4000 heures avec une diminution du courant MOT par rapport à 3000 heures. Cela dénote une certaine hétérogénéité longitudinale du câble. Il est fort probable que la partie la plus vieillie du câble ait été coupée après 3000 heures pour les mesures complémentaires.

Cette hétérogénéité a pu être vérifiée en effectuant des mesures avec la technique du refroidissement extérieur et en déplaçant le diffuseur thermique le long du câble (Figures 13 (a) et (b)). Le principe est totalement analogue à la technique du refroidissement extérieur sauf que ces mesures ont été réalisées par le biais d'un banc de mesures transportable. D'ailleurs, cette mesure a été effectuée après le dernier vieillissement de 6000 heures directement sur le site Câbles Pirelli de Gron. Les résultats sont présentés dans la Figure 11.

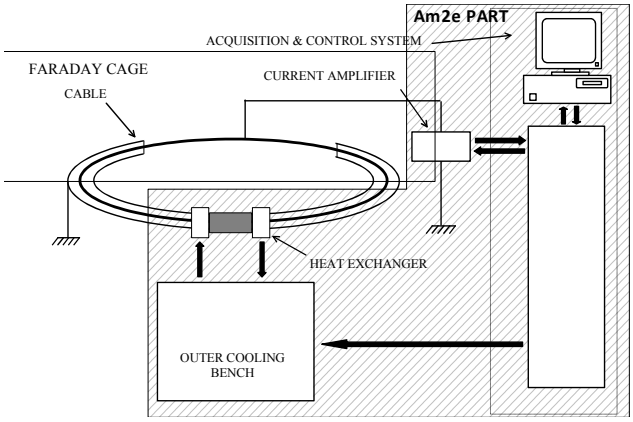


Figure 13 (a) : Installation expérimentale du refroidissement extérieur sur boucle de câble HT

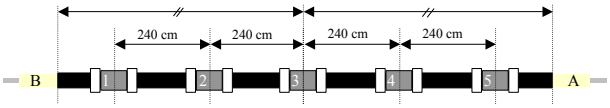


Figure 13 (b) : Positions du diffuseur thermique pour chaque point de mesure

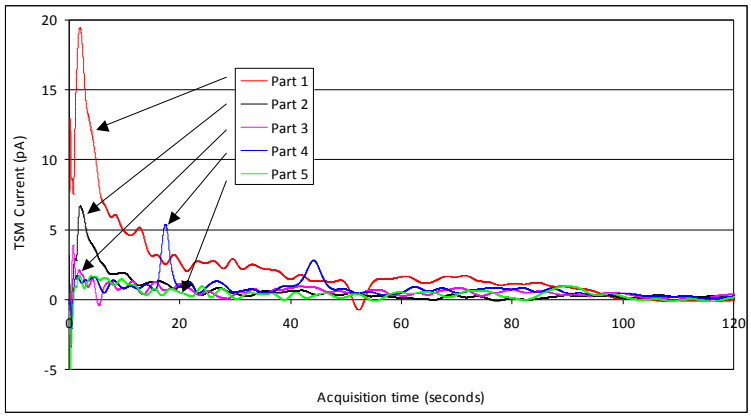


Figure 14 : Courants MOT le long du câble : hétérogénéité longitudinale

La Figure 14 montre bien des différences significatives entre les différentes zones analysées du câble et confirme ainsi les hétérogénéités supposées. Il est à noter que les 10 mètres de câbles qui ont été prélevés étaient au voisinage de la partie 1 qui semble être la plus affectée par le vieillissement. Ces hétérogénéités longitudinales ont également été observées sur d'autres câbles destinés aux applications haute tension à courant continu [AGN 01]. Il est également habituel de rencontrer des hétérogénéités radiales et angulaires dans les câbles [CAS 95] ou d'autres matériaux de nature différente [TOU 07].

2.8. MESURES DE CHAMP ÉLECTRIQUE SUR CÂBLES HT À COURANT CONTINU

La conception de câbles Haute Tension à Courant Continu (HTCC) à technologie extrudée est l'un des problèmes les plus difficiles que doit résoudre l'industrie du câble. Il est aujourd'hui bien établi que la distribution du champ électrique dans l'épaisseur d'isolant est fortement affectée par les charges d'espace qui, en quelque sorte, contrôlent le comportement électrique du câble et son espérance de vie. Heureusement, les problématiques traitant des calculs de distributions de champ électrique et de charge d'espace dans un état stable ont été traitées dans de nombreuses publications, par exemple [EOL 75] [ALA 97]. Ces approches supposent une variation de la résistivité intrinsèque en fonction de la température et du champ électrique à travers un mécanisme de type Poole-Frenkel [TOU 74]. Ces considérations sont couramment utilisées par les ingénieurs pour concevoir les câbles HTCC. Cependant, d'un point de vue R&D, on ne peut pas se satisfaire d'une compréhension aussi restreinte, principalement pour deux raisons. La première est que les mécanismes concernant les phénomènes de conduction dans un isolant dans des conditions spécifiques d'utilisation sont beaucoup plus complexes et sont régis par des phénomènes de piégeage et/ou dépiégeage mais aussi d'injection à travers les écrans semi-conducteurs [MAT 01]. La seconde est qu'un système de mesure utilisable directement sur des câbles en service est nécessaire pour évaluer les hypothèses considérées. Cette alternative a été examinée de manière exhaustive par les fabricants et les chercheurs [BOD 06] [MAR 03] [JAN 03], et est probablement la plus fiable pour déterminer la capacité d'un système d'isolation à résister à la contrainte HTCC tout au long de sa vie.

Cette section couvre essentiellement une approche déjà utilisée par Nexans dans l'étude et le test d'isolant récemment mis au point pour les câbles HTCC. La dynamique de charge d'espace sur des longues durées d'essais a été étudiée par des mesures de champ électrique directement sur une boucle de câble par le biais d'une installation industrielle basée sur la méthode de l'onde thermique.

Cette installation a fait l'objet du premier transfert technologique sur site industriel dans les années 2000 par la société Am2e.

A ce jour, un autre transfert technologique a été réalisé pour le compte de la société Laborelec (Groupe GDF-SUEZ). Deux autres systèmes de mesure sont en commande pour l'analyse de câbles « grandeur réelle » (jusqu'à 320 kV) avec des épaisseurs d'isolant pouvant atteindre 27 mm.

2.8.1. INSTALLATION INDUSTRIELLE DE MESURE DE CHAMP ÉLECTRIQUE SUR CÂBLE

La technique est basée sur la MOT dans une configuration « double condensateur », décrite en détail dans le paragraphe 2.4. Par rapport aux systèmes de mesure « classiques », où la mesure est effectuée en utilisant un seul échantillon de câble en court-circuit, la technique du double condensateur consiste à utiliser un « câble de compensation », placé en opposition avec le « câble de mesure » (les deux câbles sont supposés être identiques). En connectant le semi conducteur externe du câble de compensation à un amplificateur de courant et son âme centrale à celle de l'échantillon mesuré, on obtient un double condensateur. Une tension peut alors être appliquée sur les âmes des câbles, et une onde thermique appliquée à l'échantillon de mesure. Le courant MOT sera enregistré via l'« échantillon de compensation » (voir Figure 15). L'expression du courant obtenu en utilisant la technique de refroidissement externe est donnée par [NOT 01a]:

$$I_{TSM}(t) = -\alpha \frac{C}{2} \int_{R_E}^{R_I} E(r) \frac{\partial \Delta T(r,t)}{\partial t} \, dr \qquad (55)$$

où les quantités ont la même signification que dans l'équation (1), avec C la capacité de l'échantillon excitée thermiquement.

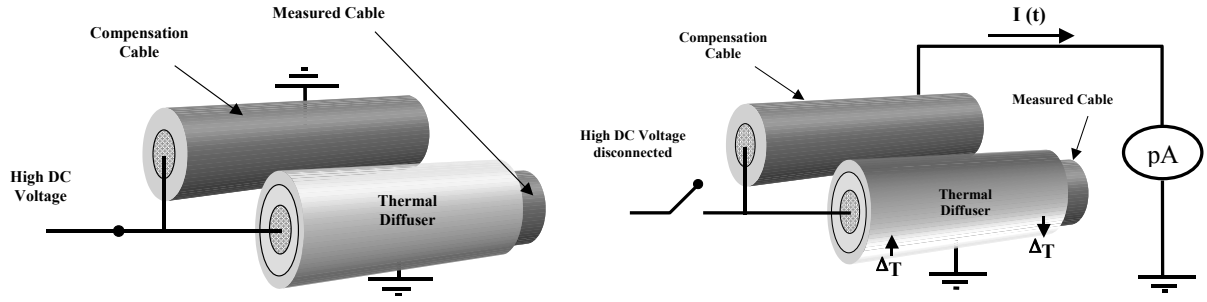


Figure 15 : Mesures MOT sur câbles sous champ en configuration double condensateur. (à gauche) : le champ continu est appliqué avant la mesure. (à droite) : la mesure est réalisée via le câble de mesure en déconnectant la source continue.

Comme évoqué précédemment, l'utilisation de deux câbles identiques offre l'avantage considérable de compenser les courants de polarisation et de conduction dans l'isolation liés à la présence d'un champ électrique appliqué. Théoriquement, le courant mesuré est uniquement dû au champ électrique interne présent dans l'isolation de l'échantillon mesuré. En pratique, il existe toujours un léger déséquilibre entre les échantillons de

câble qui induit un courant différentiel de conduction et/ou de polarisation qui vient se superposer au signal d'onde thermique. Évidemment, plus le champ électrique appliqué et la température sont élevés, plus cet effet sera sensible. Pour éviter cela, la procédure expérimentale se déroule en deux étapes [DID 06]. D'une part, une mesure est effectuée comme d'habitude en appliquant une onde thermique. Ensuite, après avoir restauré les conditions initiales, une deuxième mesure est enregistrée sans l'application d'une onde thermique afin de mesurer uniquement le « courant différentiel ». Ce courant différentiel est ensuite soustrait du courant mesuré en présence d'une onde thermique appliqué pour obtenir le signal uniquement due à la charge d'espace contenue dans le câble à mesurer $I_{MOT}=I_{MOT\ mesuré} - I_{Différentiel}$. Ce protocole expérimental est issu des travaux de thèse de Nicolas DIDON et sera explicité par la suite dans ce paragraphe.

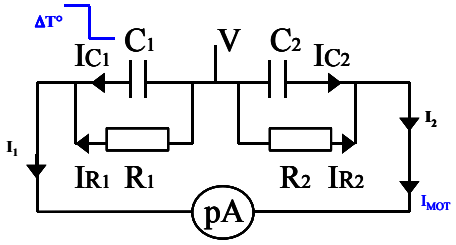


Figure 16 : Schéma équivalent du système à double condensateur sous champ appliqué

En se référent à la Figure 16, l'expression « générale » du courant MOT mesuré dans cette configuration (modèle RC) est :

$$I_{mesuré}(t) = I_{MOT} + C_2 \frac{dV(t)}{dt} + \frac{V(t)}{R_2} - C_1 \frac{dV(t)}{dt} - \frac{V(t)}{R_1} \qquad (56)$$

Il est important de noter que, dans le pire des cas, un déclin de potentiel significatif peut perturber l'acquisition du signal MOT car elle est réalisée avec un fort potentiel flottant sur l'électrode. Pour vérifier la stabilité de la tension appliquée pendant la mesure, un dispositif de mesure de potentiel « sans contact » est utilisé. Ce développement a fait l'objet de plusieurs stages niveau BAC + 5 listés dans le Curriculum Vitae détaillé et présenté dans la première partie du mémoire.

Un aperçu du laboratoire haute tension dédié aux mesures de champ électrique dans l'isolant de câbles HTCC est donné dans la Figure 17 (a). Dans cette installation, les deux câbles font une longueur de 20 mètres. Ici encore, l'onde thermique est générée au moyen d'un liquide froid circulant à l'intérieur d'un diffuseur cylindrique thermique directement en contact avec la couche semi-conductrice externe du câble (Figure 18). Pour permettre cela sur un câble prototype, les bandes semi-conductrices, l'écran en fil de cuivre et la gaine extérieure de PEHD ont été localement supprimés. L'écran du câble de compensation est connecté à la terre par l'intermédiaire d'un amplificateur de courant Keithley 428 qui acquiert le courant d'onde thermique pendant la circulation du liquide froid dans le diffuseur.

Pendant la mesure, la source HT étant déconnectée, le potentiel flottant appliqué sur les conducteurs du câble est enregistré au moyen d'un moulin à champ (John Chubb JCI 111) judicieusement disposé en direction de la sphère de connexion des câbles, tel qu'il apparaît dans la Figure 17 (a). La Figure 17 (b) présente les logiciels de commande, d'acquisition et de traitement des signaux MOT obtenus sous champ appliqué ainsi qu'une représentation de distribution du champ électrique dans l'isolant du câble testé [CAS 05].

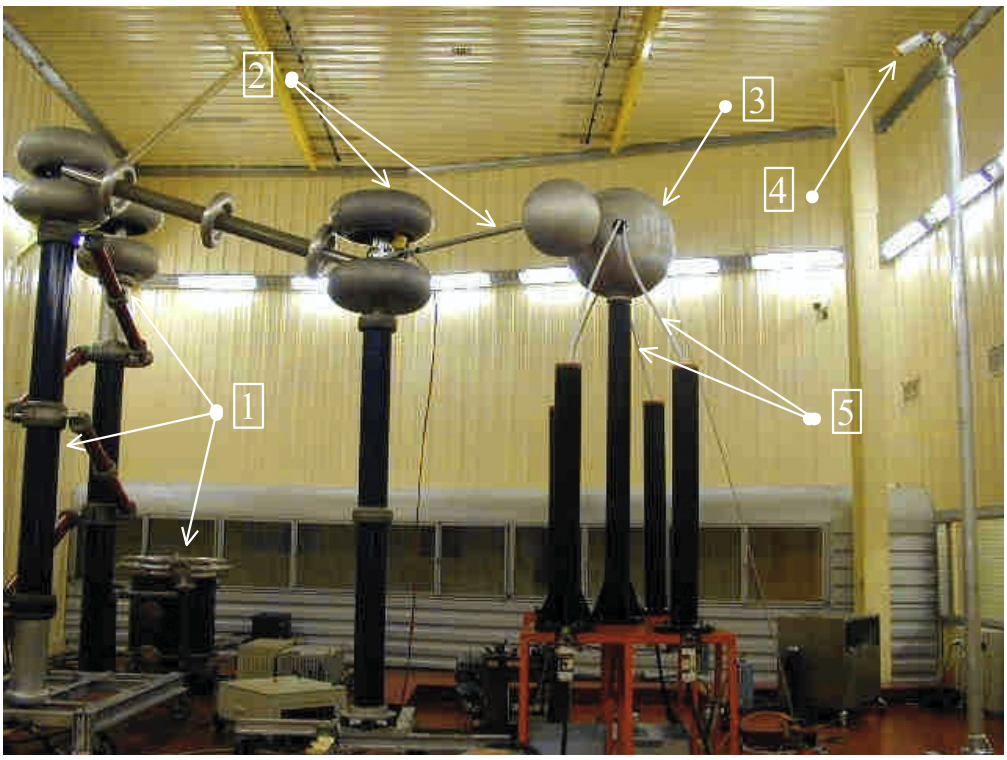
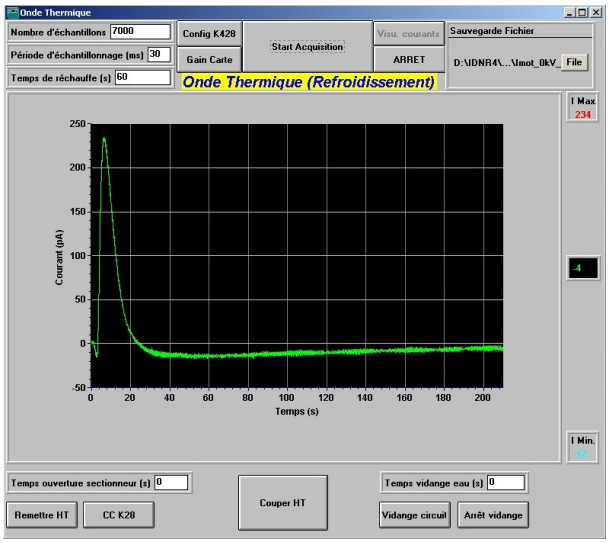
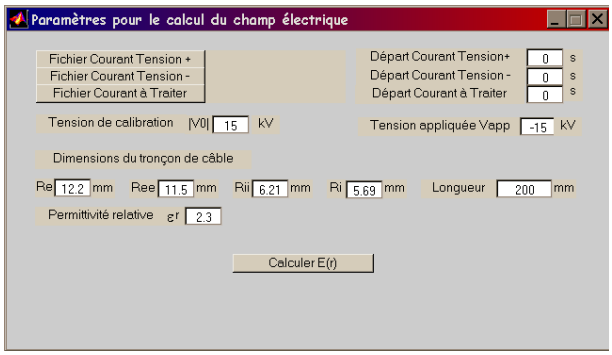
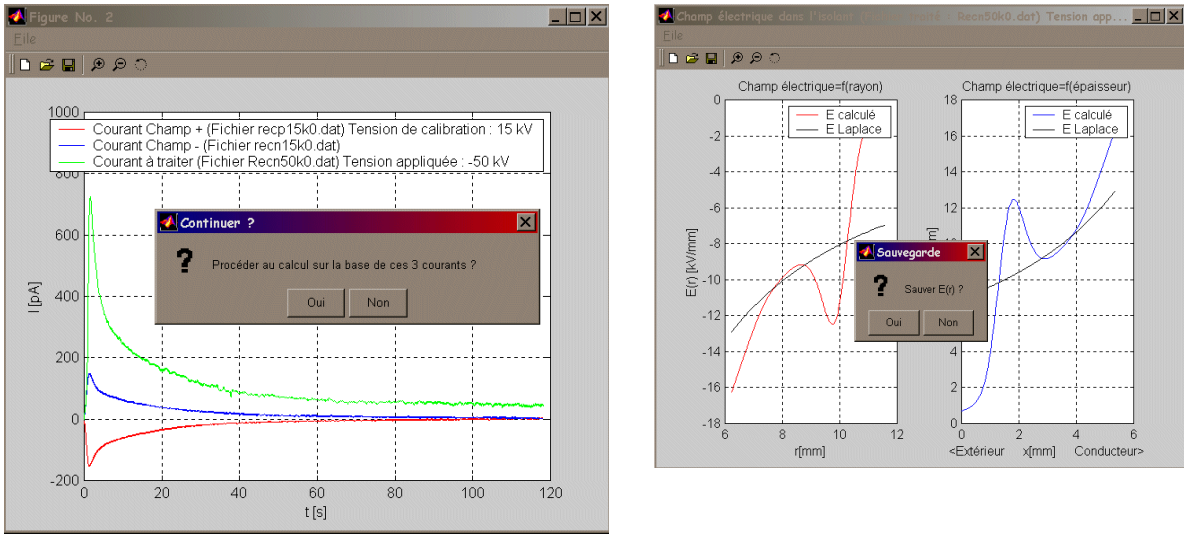


Figure 17 (a): Installation industrielle de mesures MOT sur câbles sous champ appliqué et gradient de température. 1: Alimentation HTCC; 2: Diviseur de tension et sectionneur HT; 3: Sphère de jonction de câbles; 4: Appareil de mesure du potentiel HT (moulin à champ); 5: Câbles sous test ("mesure" et "compensation") avec terminaisons de laboratoire à huile.





Logiciel d'acquisition et de commande *Logiciel de traitement mathématique des signaux MOT*



Signal MOT mesuré sous -50 kV à traiter avec les signaux de calibration mesurés sous + et - 15kV (+/- 3.5 kV/mm max)

Distributions de champ électriques calculés à partir du courant mesuré sous -50 kV

Figure 17 (b): Photographie du logiciel d'acquisition, de commande et de traitement des signaux MOT (installation de Nexans Calais)

Figure 18 : Diffuseur thermique (400 mm de long) utilisé pour générer l'échelon de température sur l'écran extérieur

Dans certains cas, lorsque l'isolant d'un câble est soumis à un gradient thermique et à un champ électrique élevé, il a été mis en évidence une « dérive », en comparaison avec un signal obtenu sous champ à température ambiante (Figure 19) dans l'observation des courants expérimentaux MOT obtenus sur ces câbles. Le gradient thermique établi entre l'âme centrale et la gaine extérieure du câble augmente la conductivité « moyenne » de l'isolant, et induit également un gradient de conductivité. Ceci est d'autant plus vrai que les câbliers doivent développer des matériaux isolants à base « d'alliages » de polymères qui favorisent l'écoulement de la charge d'espace lorsque celui-ci est mis sous fortes contraintes électrique et thermique.

Par exemple, sur un de ces câbles « atypique » isolé au polyéthylène soumis à un champ électrique relativement faible appliqué de E = 10 kV/mm (bien souvent les champs appliqués sont bien plus élevés), il a été mesuré une conductivité électrique de $\sigma_{80} = 2{,}5.10^{-16}$ S.m^{-1} à 80°C et $\sigma_{40} = 1{,}13.10^{-17}$ S.m^{-1} à 40°C, soit $\sigma_{80} = 22$ fois plus élevé que σ_{40}.

Il devient donc dans ce cas nécessaire de considérer ce gradient de conductivité dans le traitement des données MOT.

Les travaux de thèse de Nicolas DIDON [DID 04], menés dans le cadre d'une collaboration avec NEXANS Calais, ont ainsi eu pour objectifs :

- De mieux préciser les conditions de mesure du champ électrique interne (et donc des charges d'espace) de l'isolant synthétique d'un câble soumis à une contrainte combinée : champ électrique continu appliqué et gradient thermique.
- D'intégrer les solutions permettant de considérer ce gradient de conductivité pour étudier la dynamique de formation et de développement de ces charges dans des conditions proches de celles subies en service par ces câbles.

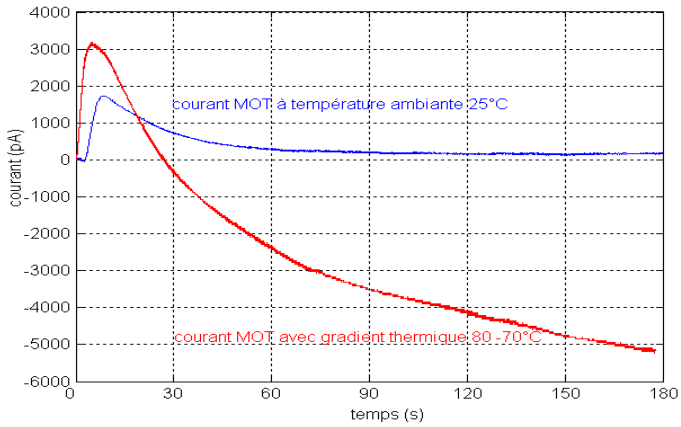


Figure 19 : Exemple de comparaison des courants MOT obtenus sur câbles à température ambiante et avec gradient thermique pour un même champ électrique appliqué de 23 kV/mm (champ de Laplace)

Un des objectifs de ces travaux a donc été de modéliser cette « dérive » en courant afin d'en tenir compte dans le traitement mathématique du courant MOT.

Ces observations nous ont amené à la mise en place d'un protocole expérimental sur des câbles qui présentent un gradient de conductivité dû au gradient thermique et au champ appliqué.

L'étude a été réalisée sur deux boucles de câbles (chacune de 20 m de long environ), obtenues à partir d'un même échantillon de câble, dont les capacités électriques ont été égalisées au préalable. Les caractéristiques physiques de l'isolation des câbles étaient : épaisseur de polyéthylène de 4,3 mm, résistivité $\rho = 4{,}23.10^{15}$ Ω.m à 70°C et sous 30 kV/mm.

2.8.1.1. PROTOCOLE DE MESURE SUR CÂBLES AVEC GRADIENT DE CONDUCTIVITÉ

Les différentes étapes du protocole de mesure appliqué à l'installation industrielle de la Figure 14 sont les suivantes :

- établissement du gradient thermique (plusieurs heures avant d'atteindre un régime permanent);
- application de la Haute Tension sur les conducteurs des deux boucles de câble pendant 3 minutes ;
- déconnection de la Haute Tension et attente de la stabilisation du potentiel appliqué ;
- arrêt du courant induit établissant le gradient thermique et lancement simultané de l'onde thermique (durée de la mesure : 180 s);
- rétablissement du gradient thermique initial ;

L'isolation des câbles est ainsi soumise à un gradient de température moyen de 10 °C, avec 70 °C sur le conducteur et 60 °C sur le semi-conducteur extérieur (Figure 20).

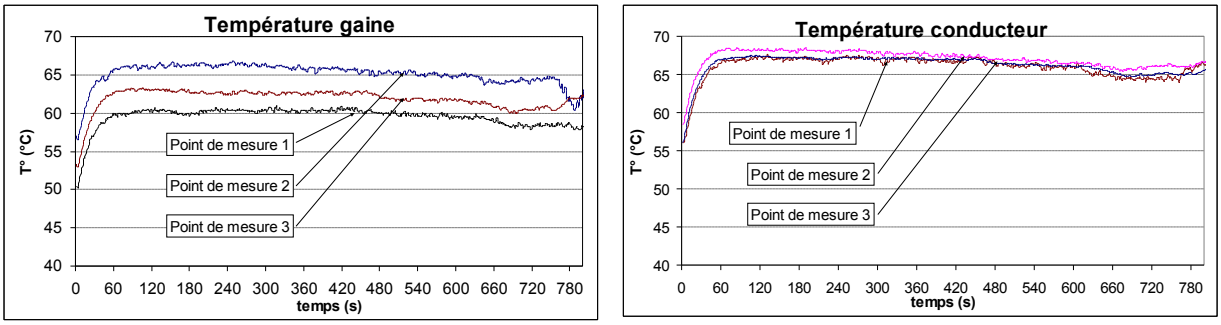


Figure 20 : Températures gaine (courbes de gauche) et conducteur (courbes de droite) définissant le gradient thermique appliqué

Une troisième boucle de câble identique aux deux autres (câble de mesure et câble de compensation) est parcourue par le même courant induit et permet d'effectuer les mesures de températures sans perturber les mesures de courant. Le montage permet l'acquisition des températures sur le conducteur central et sur la gaine en trois endroits différents sur la longueur du câble ; les résultats associés sont présentés dans la Figure 20.

2.8.1.2. PRÉSENTATION DES MESURES EFFECTUÉES

Le montage permet d'effectuer des mesures pour différentes valeurs de potentiel appliqué et différentes valeurs d'échelon thermique. Nous présentons sur la Figure 21 les courants MOT obtenus pour un potentiel appliqué de -100kV et -150kV (+/- 5%), avec 2 échelons thermiques différents (40°C et 60°C), et nous pouvons observer dans chaque cas une dérive du signal due au gradient thermique en comparaison avec une mesure isotherme (Figure 19).

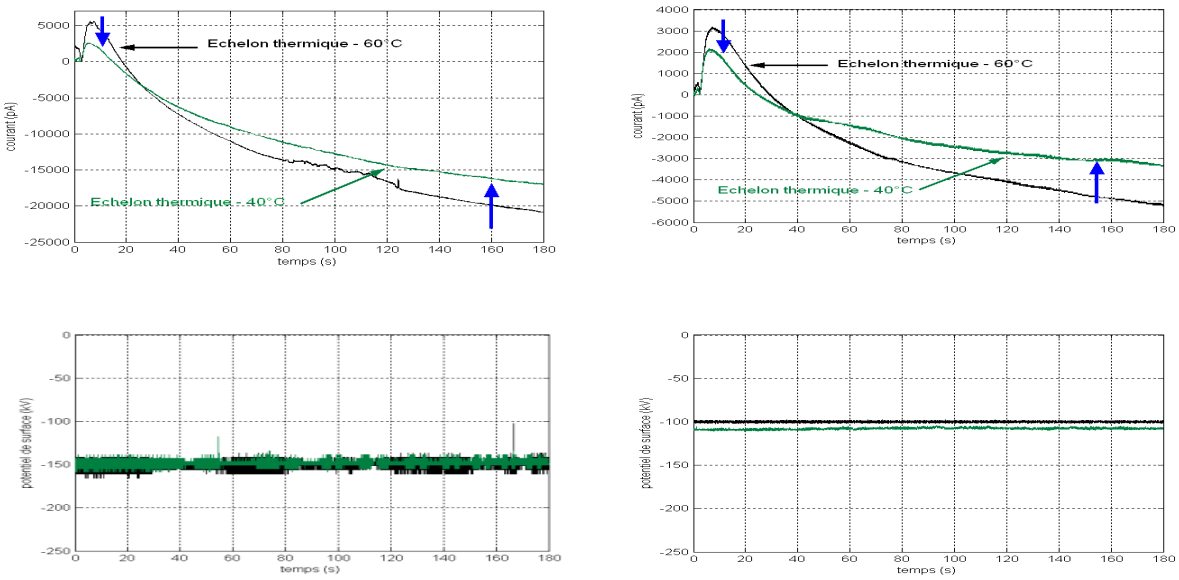


Figure 21 : Signaux mesurés ($I_{MOTmesuré}$ et $V_{potentiel\ appliqué}$) pour des potentiels appliqués d'environ – 150 kV (figure de gauche) et -100 kV (figure de droite), et 2 échelons thermiques différents : - 60 °C et – 40 °C

Dans les deux cas nous observons une dérive des signaux MOT plus ou moins accentuée par l'amplitude de l'échelon thermique. Cela signifie que l'échelon thermique influe aussi sur la conductivité du câble de mesure qui subit l'onde thermique. De plus, les courants sont proportionnels au potentiel appliqué, tel défini dans l'expression du courant MOT sous champ appliqué (équation 55).

Afin de pouvoir déterminer la distribution du champ interne à partir de ces mesures, il nous a fallu séparer les contributions des divers phénomènes perturbant la mesure de courant lors de l'application de l'échelon thermique.

Pour ce faire, nous avons considéré le modèle électrique équivalent du montage « double condensateur » décrit dans la Figure 16, où C_1 R_1 et C_2 R_2 représentent respectivement les capacités électriques et les résistances de l'isolant du câble de mesure et du câble de compensation.

La résistivité du matériau variant beaucoup plus que la capacité électrique avec la température, nous avons considéré que le courant mesuré ($I_{mesuré}$) était la somme du courant I_{MOT} (dû au charges d'espace), d'un courant de conduction $I_{conduction\ mesuré}$ engendré par la combinaison du gradient thermique (diminution de la résistivité) et d'un déséquilibre entre les résistances des deux câbles (non compensation des courants de conduction). Nous avons donc effectué des mesures de courant de conduction afin d'évaluer le déséquilibre existant entre les résistances de la partie isolante des deux câbles (Figure 22) en l'absence d'onde thermique.

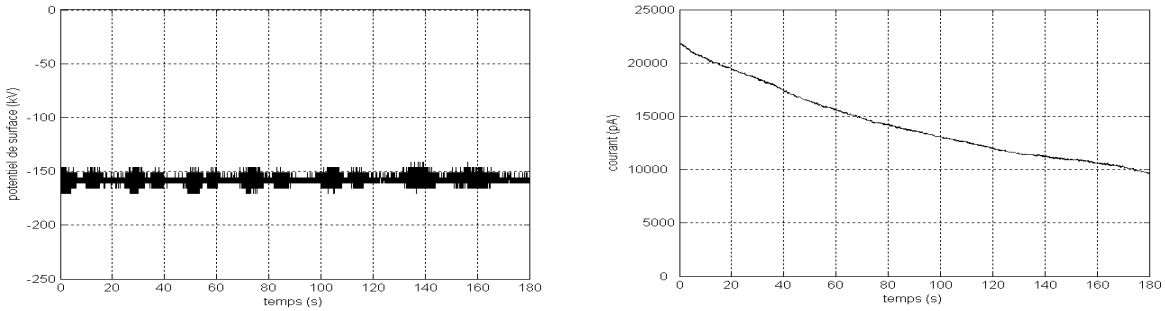


Figure 22 : Mesure du potentiel appliqué aux câbles (à gauche) et du courant de déséquilibre sans onde thermique (à droite)

De plus, la diminution du courant de dérive avec la diminution de l'échelon de température (Figure 21) nous a conduit à prendre en compte la variation de résistance engendrée par le passage de l'onde thermique sur le câble de mesure. Il s'agit de R_1 dans le schéma Figure 16 qui est exprimé par $R(t)$ ci-après.

Après calculs, nous avons pris en compte cette résistance variable sous la forme :

$$R(t) = \frac{R_0}{\ln\left(\frac{r_{ext}}{r_{\text{int}}}\right)} \int_{r_{\text{int}}}^{r_{ext}} \frac{dr}{r} \exp\left(-\frac{E_T \ \Delta T \ (x,t)}{k \ T_0^2}\right) \qquad (57)$$

Où E_T est l'énergie d'activation des pièges participant à la conduction, T_0 la température initiale du semi-conducteur externe et $\Delta T(x,t)$ la propagation de l'échelon thermique. Avec $R_0 = \rho_{70} \frac{\ln\left(\frac{r_{ext}}{r_{\text{int}}}\right)}{2\pi h}$ la résistance de la partie isolante du câble sous le diffuseur thermique avant le passage de l'onde thermique, ρ_{70} la résistivité du diélectrique à 70°C, et h la longueur du câble sous le diffuseur. Dans nos simulations, nous avons opté pour une valeur de E_T = 0,8 eV en accord avec *Tanaka* [TAN 73].

Le courant engendré par cette résistance variable est de la forme :

$$I_{R(t)}(t) = V\left(\frac{1}{R_0} - \frac{1}{R(t)}\right) \qquad (58)$$

Où V est le potentiel appliqué sur les conducteurs.

Sur la Figure 23, sont représentées les simulations que nous avons effectuées de ce courant $I_{R(t)}(t)$ pour trois échelons thermiques différents.

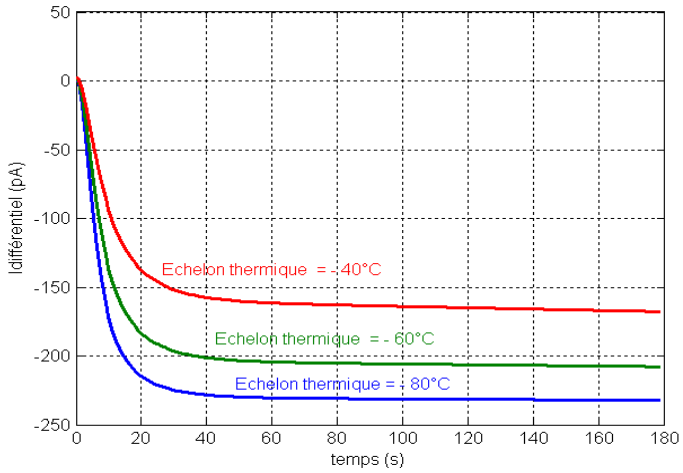


Figure 23 : Courants $I_{R(t)}(t)$ simulés pour V=-150 kV, E_T=0.8 eV et 3 échelons thermiques de – 40 °C, - 60 °C et – 80 °C

Finalement, nous pouvons écrire que le courant mesuré ($I_{mesuré}$) sous gradient de champ électrique et de température est la somme de 3 courants :

- le courant MOT « classique » dû au rééquilibrage des charges d'influences appelé IMOT ;
- le courant de conduction dû au gradient thermique et à une différence de résistance des 2 câbles de mesure (que nous avons mesuré) appelé I conduction mesuré ;
- le courant dû à la variation de résistance engendrée par le passage de l'onde thermique sur le câble de mesure appelé I R(t) .

$$I_{mesuré} = I_{MOT} + I_{conduction\ \ mesuré} + I_{R(t)} \qquad (59)$$

A partir des mesures effectuées et du courant $I_{R(t)}$ simulé, il est donc possible de remonter au courant d'onde thermique I_{MOT} permettant d'établir la distribution du champ électrique interne.

$$I_{MOT} = I_{mesuré} - I_{conduction\ \ mesuré} - I_{R(t)\ simulé} \qquad (60)$$

2.8.1.3. Résultats des mesures de charge d'espace sur câbles soumis à un gradient de champ électrique et de température

Sur la Figure 24, sont représentés les courants sur lesquels ont été effectuées les opérations décrites dans la partie précédente, afin de déterminer la distribution du champ électrique interne dans l'épaisseur d'isolant.

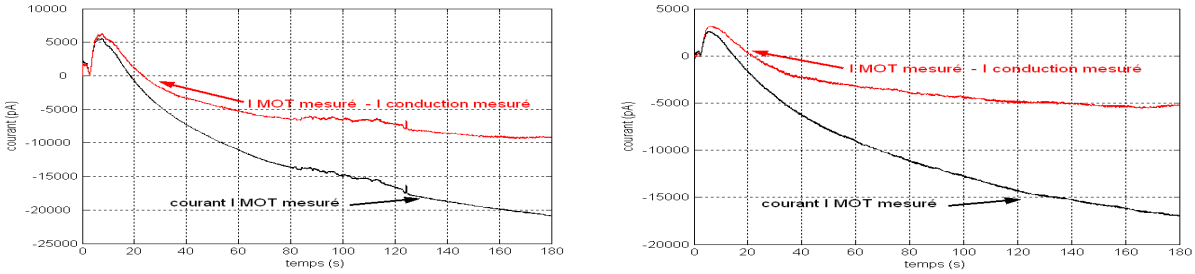


Figure 24 : Courants mesurés et courants modifiés pour deux échelons thermiques (- 60 °C (figure de gauche) et – 40 °C (figure de droite)) et 150 kV appliqué sur conducteur.

Sur la Figure 25, sont représentées les distributions du champ électrique interne et de la charge d'espace dans le diélectrique (la gaine du câble se trouve sur la gauche et le conducteur sur la droite).

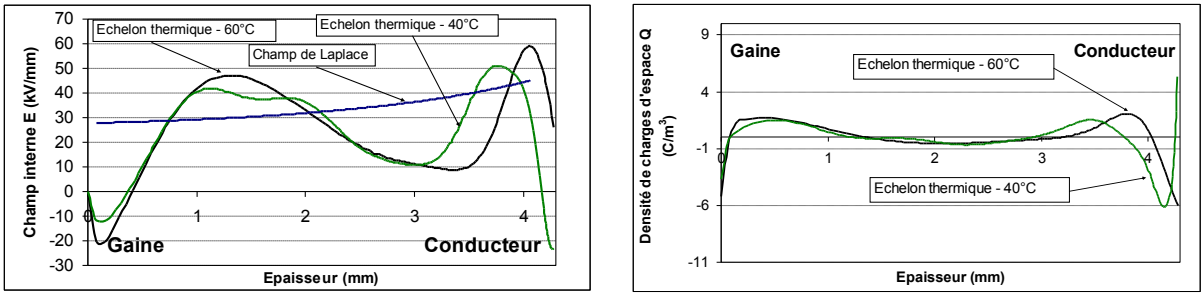


Figure 25 : Distribution du champ électrique interne (figure de gauche) et de la charge d'espace (figure de droite)

Nous pouvons observer Figure 25 que la présence des charges d'espace induit une distorsion du champ électrique interne sur l'épaisseur de l'isolant (voir la comparaison avec le champ de Laplace).

D'autre part, les résultats obtenus pour deux valeurs d'échelon thermique différentes (-40 °C et -60 °C) montrent des distributions de champ et de charges sensiblement équivalentes. D'autant plus que le maximum de sensibilité est du coté de la gaine extérieure où est appliquée l'onde thermique et les très faibles différences constatées le sont près du conducteur. La concordance de ces résultats semble montrer la cohérence du protocole appliqué au courant mesuré. Les résultats confirment la forte influence des charges d'espace qui modifient sensiblement le champ électrique par rapport au champ de Laplace, et ce après quelques heures de polarisation sous champ électrique moyen (≈ 30 kV/mm) et sous gradient de température.

Cette série d'expériences constitue une amélioration de la procédure de mesure des distributions de champ électrique et de charge d'espace dans le diélectrique d'un câble soumis aux conditions réelles de fonctionnement en régime continu. Les résultats font apparaître la possibilité de parvenir à ce type de mesure à condition de prendre en compte les évolutions dues au gradient de température. Ces évolutions permettent de mieux cerner les conditions de mesure conduisant alors aux résultats représentatifs de la réalité pour des câbles fortement influencés par le champ appliqué et le gradient thermique.

Une fois ce protocole adopté, diverses études ont été menées sur des câbles développés par Nexans pour des applications HTCC [CAS09].

2.8.2. PRÉSENTATION DES CÂBLES EN TEST

Pour évaluer les performances électriques des câbles à isolation extrudée sous HTCC, des câbles prototypes aux dimensions réduites (Tableau 1) ont été fabriqués en utilisant les dernières mises à jour pour la technologie très haute tension (ligne d'extrusion verticale à triple tête d'extrusion). Pour simplifier, les deux couches de semi-conducteur interne et externe qui enveloppent la couche isolante sont toutes les 3 extrudées en même temps (Figure 26). Cela engendre, entre autres, un gain de temps considérable dans la fabrication du câble et une optimisation des interfaces semi-conducteur/isolant.

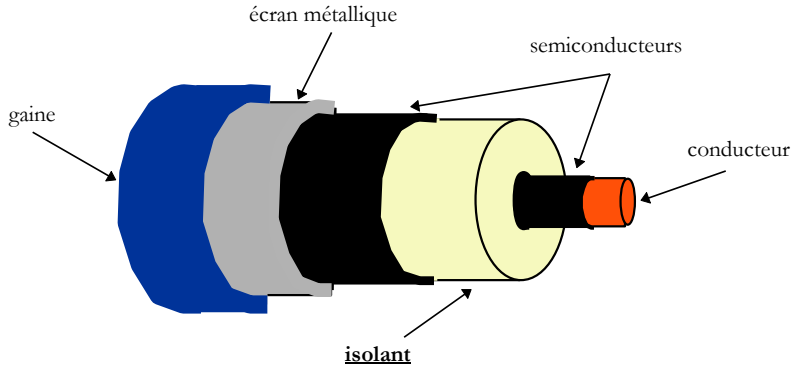


Figure 26 : Présentation du câble de test et ses composantes

Les matériaux isolants et semi-conducteurs ont été développés par Nexans en respectant leur capacité à « gérer » l'établissement de la charge d'espace sous fort champ continu et température [JAN 03]. L'isolant consiste en un alliage de polymères thermoplastiques avec une matrice de base polyéthylène. Deux d'entre eux parmi les plus prometteurs ont été sélectionnés pour ce test « longue durée » et seule leur matrice de base diffère.

Câble	*Isolation*	*Épaisseur d'isolant*	*Section du conducteur*
1	*polymère 1*	*4.6 mm*	*95 mm²*
2	*polymère 2*	*4.9 mm*	*95 mm²*

Tableau 1 : Caractéristiques principales des câbles de test

Les caractéristiques diélectriques de base de ces matériaux résident dans le fait que leur résistivité dépend fortement du champ électrique et faiblement de la température. Ces propriétés ont été recherchées pour favoriser l'évacuation de la charge d'espace [JAN 03].

En considérant la loi de résistivité exponentielle usuelle (61), pour avoir une distribution résistive du champ la plus lisse possible dans un câble en charge, il faut que le paramètre β soit élevé et que α soit faible tel que déduite de la résistivité dans un état stable [EOL 75] [ALA 97]:

$$\rho = \rho_0 \exp\left[-\alpha T - \beta E\right] \qquad (61)$$

Les coefficients de résistivité pour les deux matériaux sont résumés dans le Tableau 2. Ils ont été utilisés pour calculer les distributions théoriques résistives du champ électrique dans les différentes conditions d'essais.

Isolant	*α (°C^{-1})*	*β (mm/kV)*	*ρ_0 (W.m)*
polymère 1	*0.065*	*7.3 10^{-2}*	*3.5 10^{18}*
polymère 2	*0.058*	*8.2 10^{-2}*	*2.3 10^{18}*

Tableau 2 : Coefficient de la loi exponentielle de résistivité

2.8.3. CONDITIONS EXPÉRIMENTALES

Le but de cette étude était de déterminer les distorsions du champ électrique qui peuvent être attendues dans les isolations en raison de l'accumulation des charges d'espace pendant des longues durées d'essai (plus de 2500 heures) [MAT 07]. Ceci est rendu possible grâce à l'aspect non destructif de notre technique de mesure. Ces mesures ont été réalisées en conservant autant que possible les conditions réelles d'utilisation de ces câbles; présence d'un champ appliqué et d'un gradient thermique. Cependant, compte tenu des caractéristiques de conduction du « polymère 2 », les mesures sous champ appliqué avec un gradient thermique étaient impossibles à réaliser en raison de courants différentiels et de phénomènes de déclin de potentiel importants présents pendant la mesure. Par conséquent, il a été décidé de mesurer le câble 2 sans tension appliquée à la température ambiante (18 °C durant la campagne de mesure). Ce qui revient à une configuration de mesure en court-circuit (conditions classiques MOT refroidissement extérieur), mais toujours avec le même dispositif expérimental en configuration « double condensateur » (voir Figures 15 à 17). De cette façon, le suivi de l'évolution dans le temps de la charge d'espace a pu être observé. Les conditions de vieillissement pour les essais des deux câbles 1 et 2 sont données dans le Tableau 3.

Câble	*$I_{âme}$ (A)*	*$T_{âme}$ (°C)*	*Gradient thermique ΔT (°C)*	*Potentiel appliqué (kV)*	*Champ appliqué sur l'âme (kV/mm)*
1	*480*	*80*	*14*	*- 150*	*43*
2	*476*	*80*	*15*	*- 230*	*63*

Tableau 3 : Conditions de vieillissement pour tests « longue durée »

La Figure 27 présente les distributions de champ théoriques sur les deux câbles en considérant les différentes conditions de vieillissement (gradient thermique et tension appliquée).

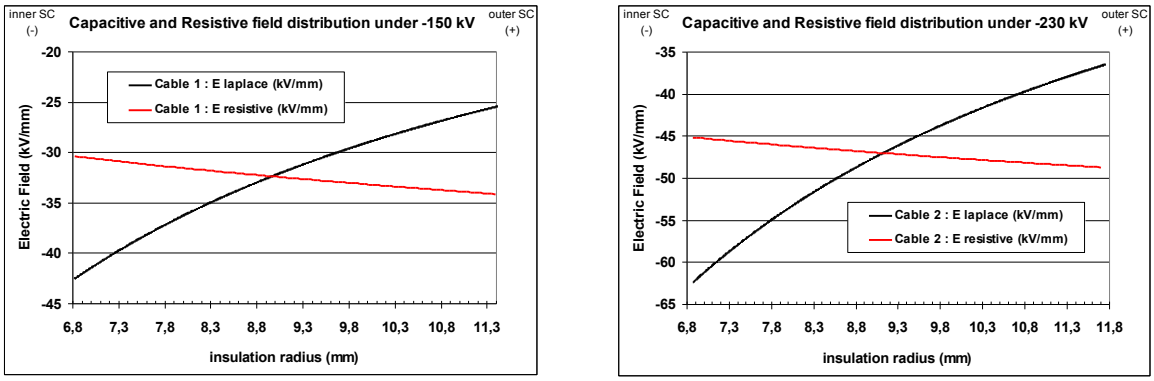


Figure 27 : Calculs des distributions capacitives « Laplace » et résistives du champ dans chaque câble en fonction des conditions de vieillissement (-150 kV à gauche et -230 kV à droite)

Toutes les conditions de mesure sont données dans le Tableau 4. Dans le cas des essais sur le câble 2, les deux câbles ont été mis à la terre et refroidis pendant 3 heures avant chaque mesure d'onde thermique.

Câble	*$T_{âme}$ (°C)*	*$T_{écran}$ (°C)*	*T liquide dans le diffuseur (°C)*	*Échelon thermique (°C)*	*Potentiel appliqué pendant la mesure (kV)*
1	*80*	*60*	*30*	*- 30*	*- 150*
2	*20*	*20*	*-10*	*- 30*	*0*

Tableau 4 : conditions de mesure sur chaque câble

2.8.4. RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX

2.8.4.1 ÉTUDE DU CÂBLE 1 : MESURES SOUS CHAMP APPLIQUÉ

Une campagne de 2600 h de vieillissement a été réalisée sur le câble 1 sous -150 kV et 80 °C sur le conducteur. Les mesures ont été régulièrement effectuées pour suivre les évolutions du champ électrique dans l'isolant. A chaque reprise, le « courant d'onde thermique » et le « courant différentiel » ont été enregistrés (Figure 28).

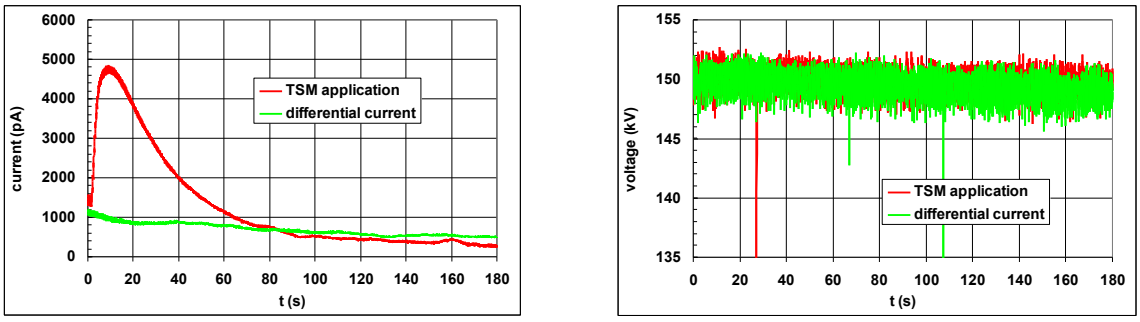


Figure 28 : Exemple de mesures après 91 jours de vieillissement. 1 (courbes rouges) : acquisition du courant MOT. 2 (courbes vertes) : acquisition du courant différentiel. La stabilité de la tension appliquée est vérifiée dans chaque cas.

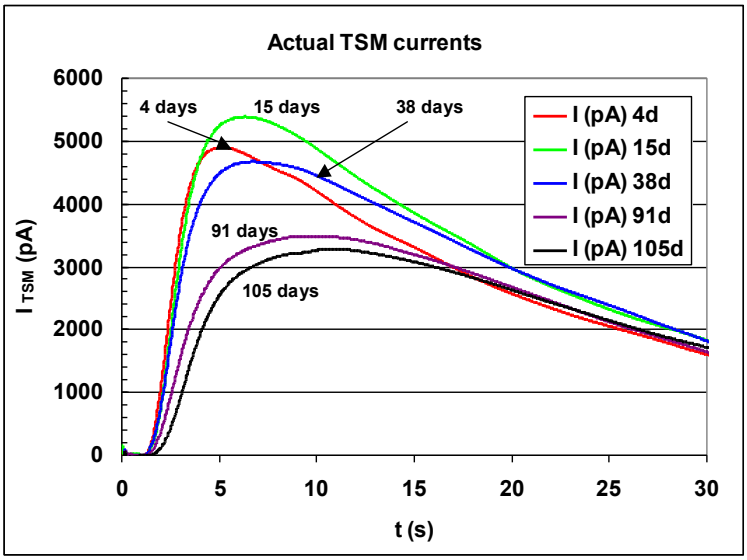


Figure 29 : Courants MOT calculés à partir des courants mesurés avec puis sans appliquer l'onde thermique : $I_{MOT}=I_{MOT\ mesuré}$ - $I_{Différentiel}$.

A première vue, une augmentation du signal d'onde thermique est observée jusqu'à 15 jours, suivie d'une diminution du signal le reste du temps (Figure 29). Il en résulte une distorsion maximale du champ après 15 jours, suivie d'un « lissage » de la distribution du champ électrique jusqu'à 105 jours de vieillissement (Figure 30). La distribution du champ peut tendre vers la distribution purement résistive, mais cela est loin d'être évident, même après 105 jours de vieillissement. Une double injection de charges au niveau des électrodes est observée au cours de la campagne de vieillissement. Dans le temps, l'accumulation de charges négatives tend à s'estomper alors que les charges positives progressent vers le centre de l'isolation (Figure 31).

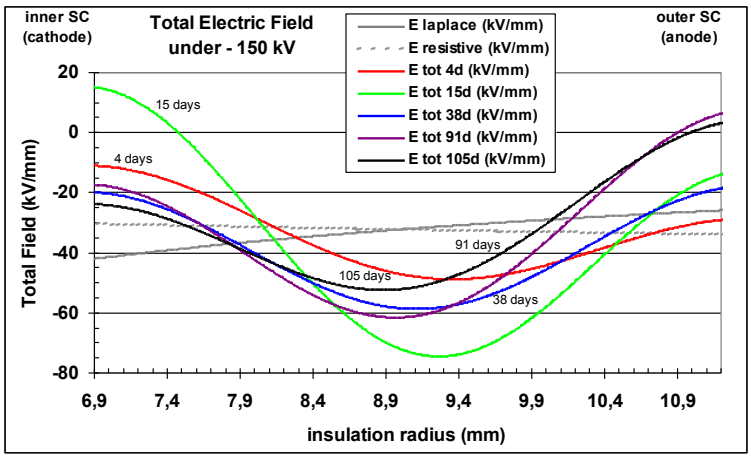


Figure 30 : Distorsions de champ électrique « total » dans le câble 1 durant le vieillissement : (Mesures sous champ électrique et gradient thermique) avec pour comparaison les distribution capacitives et résistives du champ théorique (sans charge d'espace)

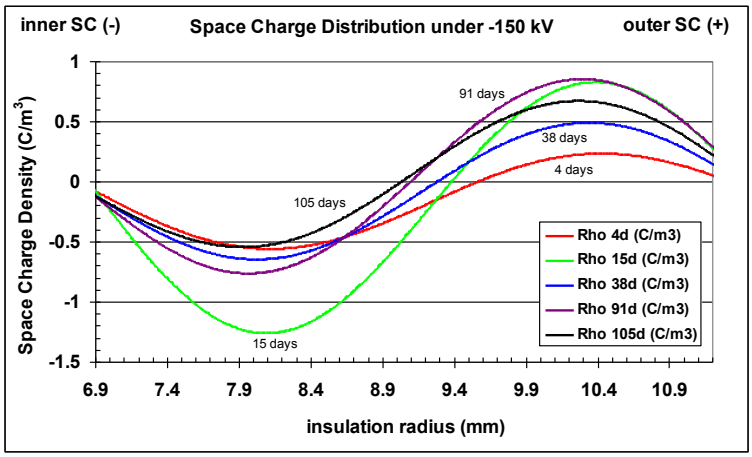


Figure 31 : Distribution des charges d'espace dans le câble 1 durant le vieillissement : (Mesures sous champ électrique et gradient thermique)

Pour conclure sur les principaux résultats de cette étude, les plus fortes distorsions de champ électrique et les niveaux de charge d'espace maximums sont observés après 10-15 jours de vieillissement. Au-delà, les distorsions de champ s'affaiblissent : les charges négatives commencent à être évacuées ou recombinées et les charges positives tendent à s'accumuler. En fait, le bilan net des charges dominantes glisse d'une valeur négative vers une valeur positive, tel que le montre la Figure 32 où les quantités de charges ont été calculées par intégration de la charge d'espace sur le volume de la zone mesurée du câble. Le rôle des porteurs positifs semble être essentiel dans la dynamique des charges d'espace.

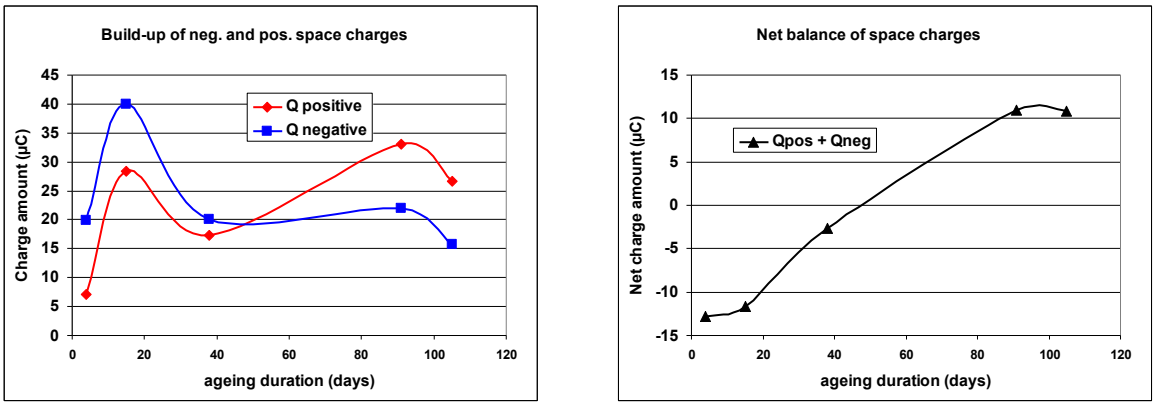


Figure 32 : Évolution des charges positives comparées aux négatives (gauche) et bilan net de l'ensemble des charges (droite) dans le Câble 1 (Mesure sous champ électrique et gradient thermique)

2.8.4.2 Étude du câble 2 : mesures en court-circuit

Après l'étude sur le câble 1, une autre campagne de vieillissement a été menée sur le câble 2 avec un champ appliqué 50% supérieur à celui du câble 1. Tel que précisé dans le paragraphe 2.8.3, les mesures n'ont pu être réalisées sous tension sur un tel câble. L'accumulation de charge d'espace a été étudiée sans champ appliqué, autrement dit, seuls les effets liés aux charges profondément piégées ont pu être observés.

Pendant toute la campagne de vieillissement du câble 2, les courants MOT ont évolué de la même manière (comme pour le câble 1) : une diminution du signal a été observée au fil du temps et a même été suivie d'une inversion du début du signal dans le cas présent (Figure 33). Notons que cette inversion n'a pas été observée dans le câble 1, mais la durée de vieillissement était plus courte.

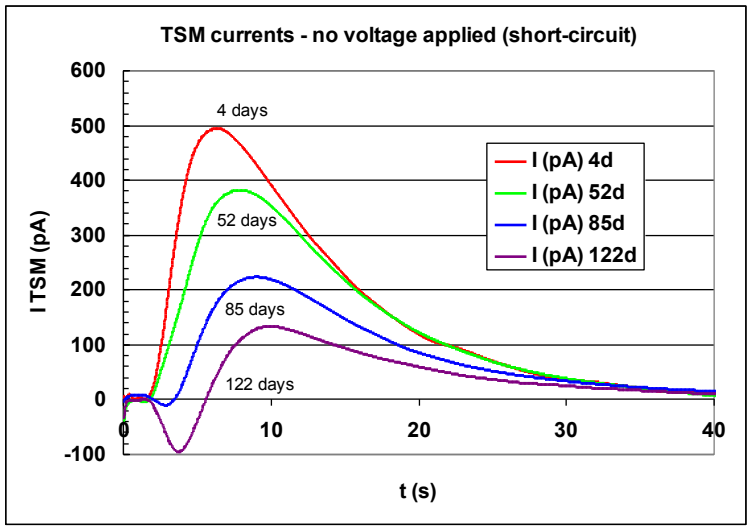


Figure 33 : Évolution des courant MOT obtenus sans tension appliquée dans le câble 2 en fonction du vieillissement.

Le champ résiduel majoritairement négatif observé à l'anode tend à s'inverser dans le temps et devenir positif, car son amplitude baisse à la cathode (Figure 34). Par conséquent, la charge négative injectée à proximité du semi-conducteur interne (cathode) diminue, laissant place à une charge majoritairement positive qui s'étend en volume (Figure 35). Les niveaux de charge d'espace sont limités par rapport à ceux mesurés sur le câble 1 sous un champ appliqué inférieur et en l'absence de celui ci pendant la mesure (Figure 31). Toutefois, nous devons garder à l'esprit que « la charge d'espace de conduction » en présence du champ appliqué n'est pas visible dans les distributions de la Figure 34.

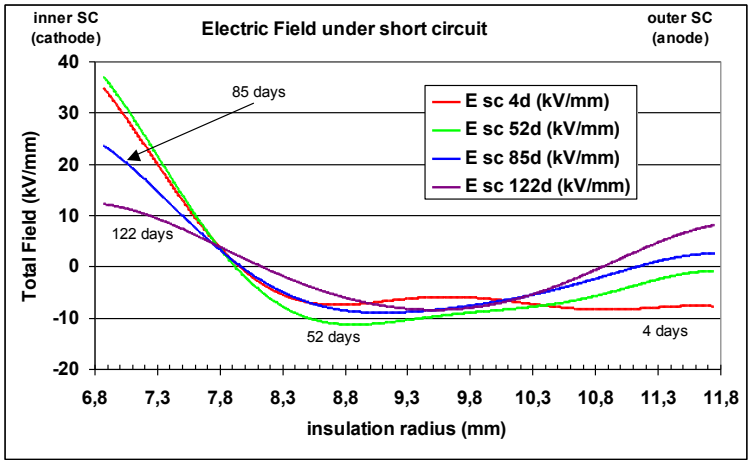


Figure 34 : Évolution du champ résiduel dans le câble 2 en fonction du vieillissement : mesures sans tension appliquée.

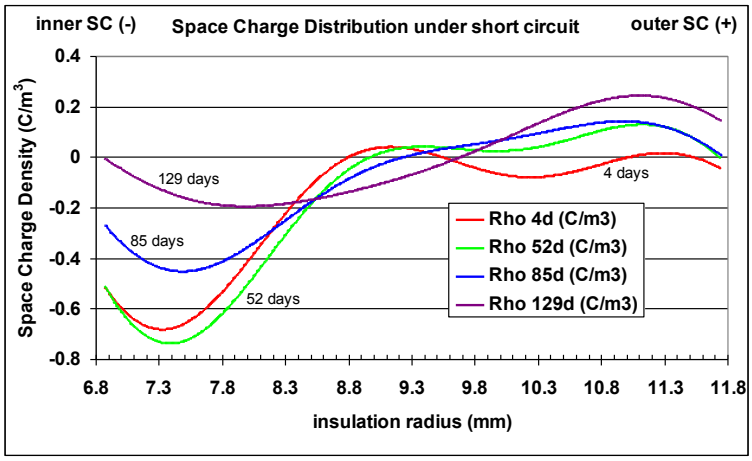


Figure 35: Évolution de la charge d'espace résiduelle dans le câble 2 en fonction du vieillissement : mesure sans tension appliquée

Les phénomènes qui se produisent dans le câble 2 semblent être très similaires à ceux observés dans câble 1, malgré les différences dues au champ appliqué et au protocole de mesure. En effet, le contenu de charges négatives tend à diminuer alors les charges positives semblent se répandre à travers l'isolation. Après intégration de la charge d'espace sur le volume de la zone mesurée du câble (comme pour le câble 1), l'évolution du bilan net de charges est édifiant car il se rapproche de zéro au fil du temps (Figure 36). L' « évacuation » de la

charge due à la compensation des charges d'espace négatives par les positives peut exister en raison des propriétés diélectriques du matériau d'isolation. Nous rappelons que cela faisait partie du cahier des charges lors du développement des matériaux pour la HTCC. Ce système d'isolation peut alors être considéré comme particulièrement intéressant pour une longue application d'une forte contrainte.

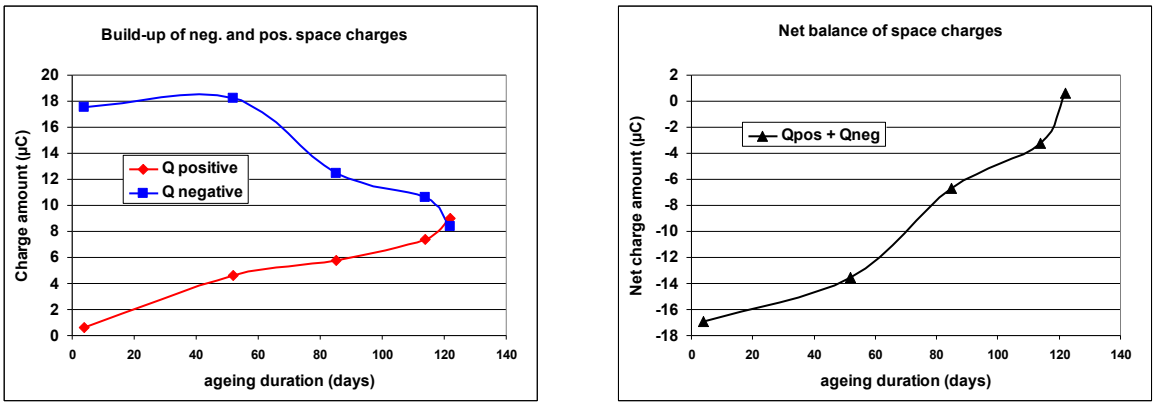


Figure 36 : Évolutions des charges positives et négatives (courbe de gauche) et bilan net de l'ensemble des charges (courbe de droite) dans le câble 2 (Mesures hors tension à la température ambiante)

Depuis, les mêmes tendances ont été observées sur les matériaux isolants comparables en utilisant des mesures sous tension et sans tension appliquée. Nous pouvons ainsi envisager d'effectuer des mesures sans tension appliquée comme alternative intéressante afin d'évaluer les distorsions de champ électrique dans un câble en conditions de service.

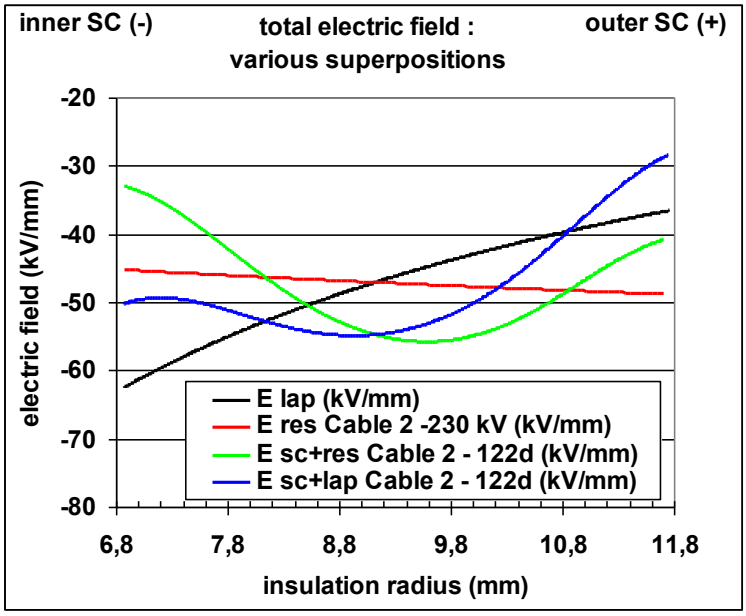


Figure 37: Hypothèses diverses pour l'estimation des distorsions de champ après 122 jours de vieillissement sur le câble 2. Superposition du champ de Laplace et du champ résiduel (courbe bleue), superposition du champ résistif et du champ résiduel (courbe verte).

Cela a par exemple été réalisé pour le câble 2 dans la Figure 37, en superposant une distribution de champ capacitive, ou encore mieux une distribution de champ résistive, avec les distributions de champs dues à la présence de charges d'espace résiduelles.

Enfin, nous concluons sur la bonne performance du matériau isolant appelé « polymère 2 » utilisé dans le câble 2. En effet, l'accumulation de charges d'espace reste limitée et de ce fait les distorsions de champ électrique apparaissent acceptables vis à vis des niveaux de champ appliqué et de température élevés.

2.9. CONCLUSION

Ce chapitre passe en revue le développement d'un dispositif expérimental, tant sur l'aspect instrumentation que sur son adaptation, pour des applications spécifiques aux câbles de grandes dimensions et longueurs soumis à de fortes contraintes électriques et thermiques en environnement industriel. Deux techniques en ressortent, celle du refroidissement extérieur et celle du chauffage par l'intérieur. Toutes deux sont applicables en court-circuit et en présence d'un champ électrique à courant continu appliqué.

Ce développement n'a pu être mené sans œuvrer sur la recherche de nouveaux outils de traitements numériques des données. Ainsi, l'utilisation des « pseudo » séries de Fourrier pour le traitement mathématique des signaux MOT ont permis d'obtenir des distributions de champ électrique et de charges d'espace résiduelles de meilleures précision et résolution.

Les problématiques liées aux forts champs électriques appliqués, ainsi qu'aux gradients de températures présents dans les isolations cylindriques de fortes épaisseurs, ont également pu être considérés grâce à la mise en place, entre autres, d'un protocole expérimental adapté.

Les études réalisées et les résultats qui leurs sont associés concernent l'évolution de la charge d'espace accumulée dans l'isolation des câbles, soumis à des fortes contraintes de durées, en fonction des deux régimes de fonctionnement utilisés dans le transport de l'énergie en haute tension, le courant alternatif et le courant continu.

Dans le cas de câbles haute tension à courant alternatif (HTCA) soumis à différents stress de longues durées, la quantité de charges piégées profondément tend à augmenter avec le champ électrique, la température et le temps de vieillissement. La mesure de ces charges dites « stables », associée à des changements morphologiques et chimiques locaux témoins d'une dégradation du polymère, pourrait être utilisée comme un marqueur potentiel de vieillissement de l'isolation du câble. Ce marqueur a pu être observé, tant sur des tronçons de quelques dizaines de centimètres, que sur des câbles de plusieurs mètres de long.

Pour ce qui est des câbles haute tension à courant continu (HTCC), les données obtenues sont utiles pour les orientations décisives quant au choix de l'isolation et la conception des câbles pour des applications

particulières ; elles permettent en effet d'évaluer la distorsion du champ électrique dans un câble, y compris en présence d'un gradient thermique, et la capacité de son isolation à « évacuer » la charge accumulée au fil du temps.

2.10. PERSPECTIVES

Par soucis de fiabilité et de durée de vie, de nombreuses études sont actuellement menées pour comprendre les cinétiques de dégradation des isolants synthétiques soumis à une contrainte électrique continue. Cette problématique a été largement étudiée en régime alternatif, un peu moins lorsque ceux-ci sont utilisés en courant continu. A l'heure actuelle, les processus de qualification des câbles à courant continu utilisent la loi de vieillissement établie pour les câbles à courant alternatif sans prendre en compte les spécificités du courant continu.

En effet, nous avons largement démontré dans les paragraphes précédents que, de par la sollicitation électrique constante soumise à l'isolation des câbles HTCC, des charges électriques (communément appelées charges d'espace) sont injectées dans l'isolant et modifient la répartition du champ électrique interne. La présence de charges d'espace dans le matériau induit des renforcements locaux de champ électrique importants, lesquels vont conduire à une forte distorsion du champ théorique. Ce renforcement de champ local peut engendrer une accélération du vieillissement.

De plus, la résistivité électrique de l'isolant en courant continu dépend fortement de la température et du champ électrique. La combinaison des gradients électriques et thermiques appliqués à l'isolation des câbles conduit à une modification de la distribution du champ électrique dans l'isolant.

Pour ce faire, il est nécessaire de considérer les phénomènes d'accumulation de charges électriques susceptibles d'apparaître dans les diélectriques et aux interfaces entre divers matériaux (semi-conducteurs, isolants). Il s'agit d'investiguer ces phénomènes afin de mettre au point des nouveaux matériaux et structures pour la HTCC. Ils seront étudiés notamment en relation avec les propriétés physiques et morphologiques des matériaux (mise en œuvre) et dans des conditions les plus proches possibles de celles rencontrées dans les câbles.

Une partie indispensable des programmes de recherche futurs concernant les systèmes pour la haute tension à courant continu est d'étudier les mécanismes de vieillissement des isolants sous contraintes continues et de générer une loi de vieillissement qui prend en compte l'influence des phénomènes tels que les charges d'espace, la température ou encore le champ électrique réel dans l'isolation.

L'autre partie consiste aux transferts technologiques de bancs de mesures sur câbles en « grandeur réelle » avec des épaisseurs d'isolants jusqu'à 27 mm, des sections de conducteurs pouvant atteindre 2500 mm^2

et soumis à des champs électriques appliqués jusqu'à 320 kV avec un gradient thermique de plusieurs degrés. Les premiers essais sont prévus, dans un premier temps sur le site de Nexans France à Calais pendant le premier semestre 2013 suivi du site d'Alstom Grid à Stafford (Angleterre) au second semestre 2013. Le développement de ces bancs de mesures s'appuient sur celui déjà installé à Calais pour des câbles modèles (avec 5 mm environ d'épaisseur d'isolant et 240 mm^2 de conducteur) [FU 13] [CAS 13]. Cependant, ce projet est totalement novateur aux vues des caractéristiques « gigantesques » des câbles à étudier et au protocole d'essais de types orchestré par de nombreuses inversions de polarités, conformes aux recommandations CIGRE du comité d'étude B1 [CIG 12].

L'ensemble de ces travaux à fort potentiel scientifique et industriel doivent s'étaler sur environ 5 ans à minima à travers deux thèses déjà acceptées (une CIFRE avec EDF R&D et une autre sur contrat de collaboration scientifique avec Nexans Research Center), un chercheur post doctorant recruté au sein de la société Nexans Calais et un stagiaire de Master 2 Energie & Fiabilité recruté chez Alstom Grid Stafford.

3. CARACTÉRISATION ET DÉVELOPPEMENT DE MATÉRIAUX NANODIÉLECTRIQUES INNOVANTS DESTINÉS À L'ISOLATION DES GRANDS SYSTÈMES DU GÉNIE ÉLECTRIQUE DU FUTUR

Contrats de recherche associés et Publications associées : [CR38] - [O6] - [RI8, 13-20] - [RN1] - [CI25, 27, 32, 36, 38, 93, 41, 43, 44, 46, 48-58, 60, 65, 67-70] [CN2, 6, 8, 10] - [RS1, 3, 5, 7]

Encadrement : 2 M2R, 2 Thèses doctorales (1 soutenue et 1 en cours)

3.1. INTRODUCTION

Aujourd'hui, **les nanosciences** regroupent les recherches visant à comprendre et mettre en œuvre les phénomènes, lois physiques et propriétés apparaissant dans les objets, dispositifs et systèmes dont au moins une dimension est nanométrique.

Nous allons nous intéresser ici aux systèmes isolés et plus précisément aux isolations électriques pour les systèmes électrotechniques hautes tensions. Dans cette logique, il est reconnu que le comportement macroscopique d'un diélectrique peut trouver son origine à l'échèle nanométrique. Ainsi, la nanostructuration d'un diélectrique par la présence de nanostructures en volume et/ou en surface pourrait conduire à une modification des performances à l'échelle macroscopique. Ces matériaux innovants aux propriétés structurelles modifiées, sont communément appelés « nanodiélectriques » [FRE 01]. Ce concept a été introduit dans les années 1990 par des chercheurs pionniers dans ce domaine tels que *Lewis* en 1994 [LEW 94], *Fréchette* en 2001 [FRE 01], *Imai* en 2002 [IMA 02], *Nelson* en 2002 [NEL 02] et *Tanaka* en 2004 [TAN 04] qui ont mis en avant les perspectives d'avenir de ces matériaux en tant que diélectrique et isolant électrique. Depuis 2004, la production scientifique autour des nanodiélectriques ne cesse de croître de façon exponentielle. Ces nanodiélectriques ou polymères nanocomposites (PNC) sont des composites généralement constitués d'une matrice polymère organique et de charges nanométriques inorganiques. Ils ont pour particularité d'avoir d'énormes superficies d'interfaces autour des charges nanométriques qui sont en contact avec les matrices polymères. Il est d'ailleurs largement reconnu que les performances de ces matériaux sont fortement liées aux propriétés de ces interfaces, plus précisément appelées « interphases ».

Voici une liste non exhaustive des propriétés essentiellement électriques et thermiques influencées par la nanostructuration : la permittivité et le facteur de pertes, la conductivité électrique en courant continu sous fort et faible champ appliqué, la charge d'espace, la rigidité diélectrique, la résistance aux décharges partielles, aux arborescences, aux radiations, l'endurance thermique, la conductivité thermique, l'ininflammabilité et la température de transition vitreuse. Pour donner une idée de l'effet de la nanostructuration sur l'amélioration des

propriétés diélectriques des polymères nanocomposites, nous pouvons citer pour les plus marquantes, l'augmentation de la résistance à l'érosion de surface et une réduction de l'accumulation de charges d'espace.

Les différents travaux présentés dans ce chapitre vont s'efforcer de démontrer cette dernière constatation. Cependant, plusieurs étapes sont nécessaires afin de conforter ce constat :

- Tout d'abord, il est nécessaire de s'assurer de la bonne dispersion des nanoparticules car des agglomérats peuvent totalement fausser les résultats. Cette vérification passe par l'utilisation de techniques de microscopie telles que la TEM (Transmission Electron Microscopy) et la SEM (Scanning Electron Microscopy).
- Ensuite, le matériau doit être parfaitement stable d'un point de vue électrique et thermique. Le matériau doit être convenablement polymérisé ; ce degré de réticulation peut être contrôlé à travers des mesures de spectroscopie diélectrique (SD) et de calorimétrie différentielle à balayage (DSC).
- Des mesures de perte de masse par ATG (Analyse ThermoGravimétrique) permettent de contrôler la stabilité thermique des matériaux dans le temps pour une température d'utilisation donnée. Un contrôle des matières volatiles, tout comme la masse de particules inorganiques, peut également être effectué par le biais de ces mesures.
- Couplées aux mesures de charges d'espace, des mesures de caractéristiques courant/tension et de conductivité électrique permettront d'identifier les différents phénomènes de piégeage et dépiégeage dans les matériaux et pourront nous informer sur la faculté des matériaux à accumuler et/ou écouler la charge d'espace.
- Enfin, la rigidité diélectrique et/ou l'endurance en tension seront également des indicateurs importants pour la connaissance de la tension de claquage et de la tenue en tension des matériaux.

Cependant, la société ne pouvait pas accepter de nouvelles technologies, telles que les nanodiélectriques, dans le domaine des nanotechnologies sans la preuve qu'ils soient inoffensifs en matière de santé.

Les applications possibles des nanodiélectriques en tant qu'isolant électrique concernent l'appareillage électrique, les câbles de transport d'énergie à courant continu, les fils émaillés, les machines tournantes, les condensateurs, les sous-stations de conversion, les disjoncteurs, les isolateurs et l'électronique de puissance.

A ce titre, l'IES-GEM est impliqué dans un projet 7ème PCRD intitulé ANASTASIA qui traite de la problématique des isolations statoriques du futur pour des applications aux machines électriques. D'autres travaux ont été menés à travers d'autres projets collaboratifs internationaux entre l'Hydro Québec, l'École de Technologie Supérieure de Montréal, les sociétés Nexans, ABB, Dow Chemical et l'ensemble des membres du groupe de travail D1.24 du Conseil International des Grands Réseaux Électriques (CIGRE) en regard des applications pour les systèmes HT et les câbles de transport d'énergie électrique en courant continu.

Ces travaux sur les nanodiélectriques ont été menés à mon initiative, depuis ma nomination au poste de Maître de conférences en 2005 à l'IES. Totalement novatrices, ces études s'inscrivent également dans les travaux de recherche des thèses de **Laurent BANET** (soutenue le 20 décembre 2012) et de **Ioana PREDA** ainsi que des stages de Master 2 de **Hung Nam NGUYEN** et **Ioana PREDA**.

Ce chapitre s'articule en deux parties : une première partie traite des isolations à base de polyéthylène utilisées pour les applications des câbles de transport d'énergie à courant continu et une deuxième partie concerne les applications pour les systèmes haute tension isolés par des matériaux à base de résine époxy. Il en convient que toutes ces isolations sont nanostructurées dans le but d'améliorer leurs propriétés afin de rendre ces systèmes du « futur » plus performants.

3.2. MATÉRIAUX POLYMÈRES NANOCOMPOSITES POUR L'ISOLATION DES CÂBLES DU FUTUR.

3.2.1. INTRODUCTION

Depuis peu, les nanotechnologies font progressivement leur apparition dans le domaine de l'isolation pour les futures liaisons en haute tension courant continu (HTCC). Les matériaux nanocomposites étudiés sont issus de produits commerciaux, tels que le Polyéthylène Haute Densité (PEHD) et le Polyéthylène Réticulé Chimiquement (PRC), dans lesquels ont été ajoutées des nanoparticules de SiO_2. Les paramètres analysés dans cette partie, relatifs aux nanoparticules, sont la teneur en poids de nanoparticules de silice et le traitement de surface de ces particules. Après l'analyse de la dispersion des nanoparticules dans la matrice à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB), l'analyse structurelle des échantillons a été assurée par spectroscopie diélectrique à large bande [DAV 11] [SAM 09]. Enfin, la faculté des différents matériaux à accumuler les charges d'espace en fonction de la tension appliquée pendant le conditionnement électrique et la durée d'application de la contrainte a été étudiée. Les résultats obtenus ont, dans certains cas, été confortées par des mesures de conductivité électrique en courant continu. Le but d'une telle étude est de révéler une teneur idéale en nanoparticules et l'intérêt ou non de traiter les nanoparticules. Le traitement réalisé sur les nanoparticules de silice (présentes sous forme de fumée) est une fonctionnalisation [TAN 11]. Si au final, nous démontrons des améliorations des propriétés de ces matériaux par rapport aux matériaux de référence sans nanoparticule, ces « nouveaux » matériaux pourraient bien augurer des applications futures dans le domaine des câbles HT et THT extrudés [CAS 11a].

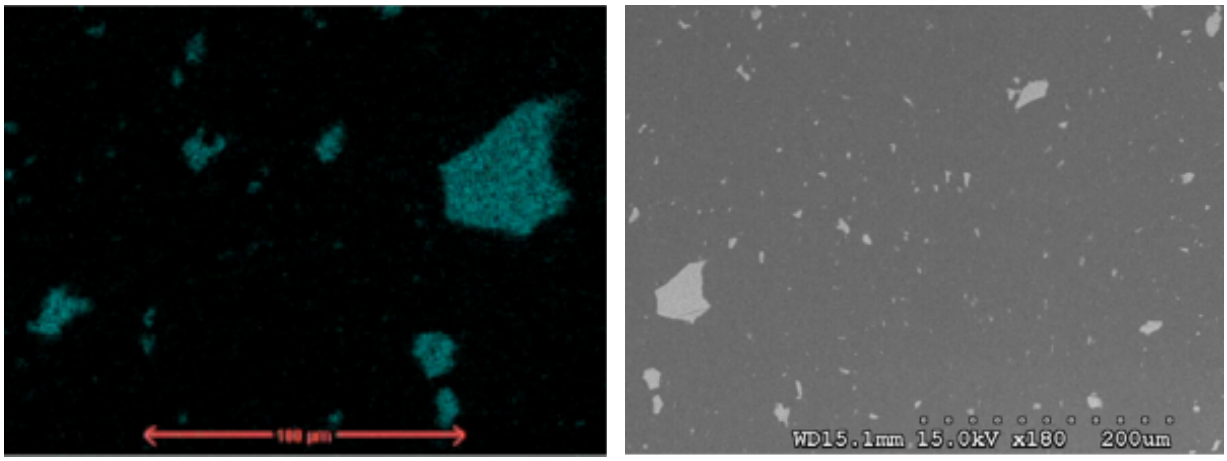
3.2.2. PRÉSENTATION DES ÉCHANTILLONS

Les matériaux nanocomposites à base de PEHD/nSiO_2 étudiés ici on été réalisés à l'aide d'une extrudeuse à double vis Rheomix 600 pour différents contenus de nanoparticules 0, 1, 2 et 4% en poids. Les nanoparticules de SiO_2 (appelées nSiO_2) ont été fournis par l'industrie chimique Nissan dans une solution colloïdale de

l'isopropanol sous la forme de sphères de 15 nm de diamètre avec une pureté de 99,9%. Le PEHD sans aucun additif a été fourni par la société Dow Chemical (Pétromont) sous la forme d'une poudre fine. Le polyéthylène et les nanoparticules ont été préalablement mélangés mécaniquement avant leur introduction dans l'extrudeuse.

Les granulés obtenus après extrusion ont ensuite été pressés à chaud à 160 °C sous 5 MPa. Les échantillons se présentent sous forme de plaques de 10 cm de côté et 1 mm d'épaisseur. Afin d'éviter l'effet de l'humidité sur les propriétés électriques, tous les échantillons ont été conservés dans le four pendant 48 h avant les mesures.

La dispersion des particules dans la matrice polymère a été observée à l'aide d'un Microscope Électronique à Balayage (MEB) (Figure 38). Nous avons volontairement choisi le cas le moins favorable avec le plus fort contenu en nanoparticules de silice (4% en poids) qui présente un risque important d'agglomérat. Il semble que les nanoparticules de silice de 15 nm n'aient pas été dispersées convenablement dans le PEHD. Les additifs nanométriques peuvent conduire à des réactions supplémentaires, et une intimité différente avec la matrice.



a) *b)*

Figure 38 : Identification des particules de silice dans la matrice PEHD pour une teneur de 4% en poids de particules par imagerie MEB a) échelle 100 µm, b) échelle 200 µm.

La première image (Figure 38-a) montre une cartographie au MEB de l'identification de la silice. Elle montre que des structures micrométriques sont formées dans l'échantillon. Dans la deuxième image (Figure 38-b), une plus grande surface est montrée donnant l'occasion d'apprécier la dispersion de la silice. Il y apparaît des structures micrométriques parmi les nanostructures de silice dispersées. Cependant, nous verrons par la suite qu'un mélange de particules micrométriques et nanométriques peut conduire à de bonnes propriétés diélectriques. Il s'agit de polymères microcomposites nanostructurés [FRE 08].

3.2.3. ACCUMULATION DES CHARGES D'ESPACE

Les mesures de charges d'espace ont été réalisées pour différents champs électriques appliqués et pour différentes durées de conditionnement électrique. Ces mesures ont pour but de suivre l'évolution de la charge d'espace accumulée dans les PNC en fonction du champ appliqué et de la durée de conditionnement.

Le protocole expérimental des mesures de charges d'espace sur les échantillons avec et sans nSiO2 est le suivant :

- Conditionnement électrique jusqu'à 30 kV/mm (5, 10, 20 and 30 kV/mm) à 70°C pendant 40 heures;
- Conditionnement électrique jusqu'à 894 heures (40, 220, 400, 584, 728 and 894 heures) à 70°C sous 30 kV/mm.

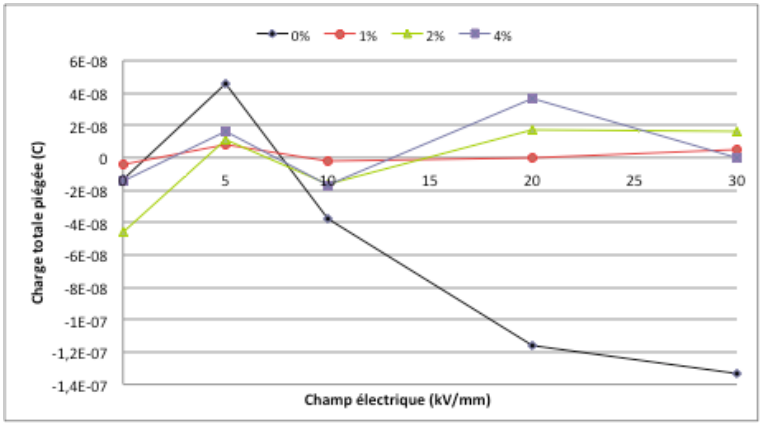


Figure 39 : Évolution de la charge totale piégée Q_T = (Q +) + (Q-) en fonction champ électrique appliqué

Remarque: La charge totale présentée dans les Figures 39 et 40 correspond à la somme des charges positives et négatives contenues dans l'isolant. Une charge totale Q_T proche de zéro ne signifie pas que l'échantillon n'a pas accumulé des charges d'espace. Ce type d'approche permet de révéler une charge totale dominante.

L'échantillon contenant 1% de poids de $nSiO_2$ accumule moins de charges d'espace quel que soit le champ électrique appliqué pendant le conditionnement (Figure 39). Une augmentation de la charge totale piégée est observée pour l'échantillon de référence, en particulier après un conditionnement sous 10 kV/mm. Pour ce même échantillon, nous pouvons également observer une charge négative dominante probablement due à un phénomène d'injection d'électrons à la cathode.

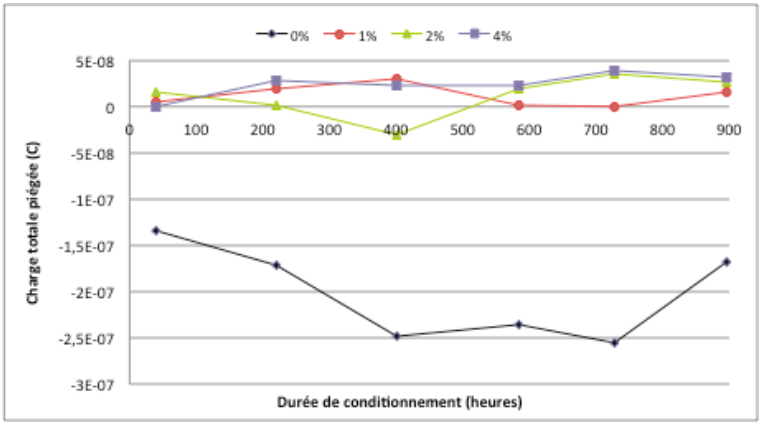


Figure 40 : Évolution de la charge totale piégée $Q_T = (Q+) + (Q-)$ en fonction de la durée de conditionnement

Tout au long de la durée de conditionnement, l'échantillon contenant 1% en poids de $nSiO_2$ présente la plus faible charge totale piégée (Figure 40). Des variations importantes de la charge totale sont observées pour l'échantillon de référence pour lequel une charge négative dominante probablement caractéristique d'une injection d'électrons à la cathode est observée [CAS 10]. Il semble donc ressortir un pourcentage « idéal » de nanoparticules conduisant à une plus faible accumulation de la charge d'espace [KRI 12] [CAS 11a].

Des mesures semblables ont également été réalisées sur les échantillons de PRC chargés de nanoparticules de SiO_2 dans le but d'étudier l'influence de la fonctionnalisation des nanoparticules pour obtenir une meilleure affinité avec la matrice polymère sur l'accumulation de la charge d'espace. Ces échantillons destinés à l'isolation des câbles de transport d'énergie haute tension ont été préparés par la société Dow Chemical [TAN 11].

Trois types de matériaux ont ainsi été étudiés : un matériau de référence (matrice PRC), un matériau contenant 5% de $nSiO_2$ non fonctionnalisée et un dernier contenant 5% de $nSiO_2$ fonctionnalisée dans la matrice PRC.

La charge de silice de haute pureté est un dioxyde de silicium stoechiométrique (SiO_2) dont la taille moyenne est d'environ 12 nm et la surface a été fonctionnalisée par un agent de couplage chimique spécifique afin d'améliorer la dispersion dans le polyéthylène pour le dernier matériau listé ci-avant. Le mélange des nanoparticules dans le polyéthylène a été réalisé dans un malaxeur pour mélange intensif de façon à maximiser la dispersion et à minimiser l'agrégation des particules de $nSiO_2$. Les nanoparticules ont été dispersées dans du polyéthylène avant l'ajout des agents réticulants.

Les plaques de matériaux de 1 mm d'épaisseur ont été préparées par pressage à chaud dans un moule de 200 mm de coté et 1 mm d'épaisseur. Les échantillons ont été initialement maintenus à 120 °C pendant 10 minutes dans la presse, pour permettre un écoulement uniforme de la plaque dans le moule, puis réticulés à 180 °C pendant 30 minutes. Avant toute mesure électrique, les échantillons ont ensuite été maintenus à 60 °C pendant une semaine.

Le protocole expérimental est exactement le même que celui évoqué précédemment puisque les mesures ont été réalisées en même temps que celles sur les échantillons à base de PEHD.

Les résultats obtenus sont présentés dans les Figures 41 et 42.

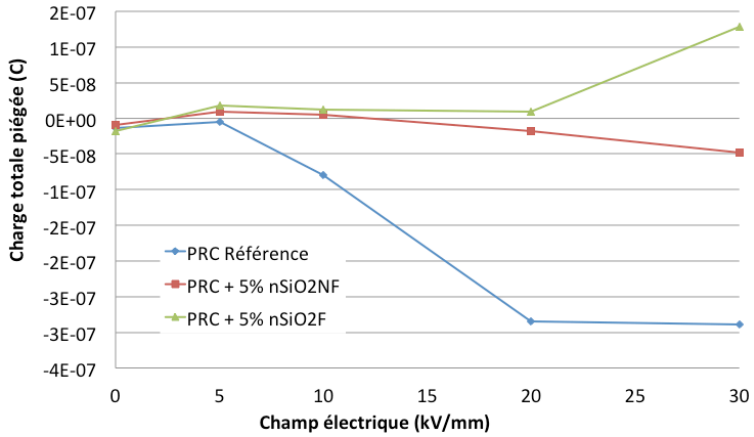


Figure 41 : Évolution de la charge totale piégée Q_T = (Q +) + (Q-) en fonction champ électrique appliqué

La Figure 41 montre l'évolution de la charge totale piégée en fonction du champ électrique appliqué lors du conditionnement jusqu'à 30 kV/mm pendant 40 heures à 70 °C.

La charge accumulée dans l'échantillon de référence augmente à mesure que le champ électrique augmente. Par contre, elle tend à être beaucoup plus limitée lorsque le polymère est nanostructuré ; hormis pour l'échantillon de PRC chargé de particules fonctionnalisées pour un champ appliqué de 30 kV/mm où la charge piégée tend à augmenter à nouveau. La charge piégée dominante dans l'échantillon de référence est négative et de ce fait probablement représentative d'une injection d'électrons à la cathode.

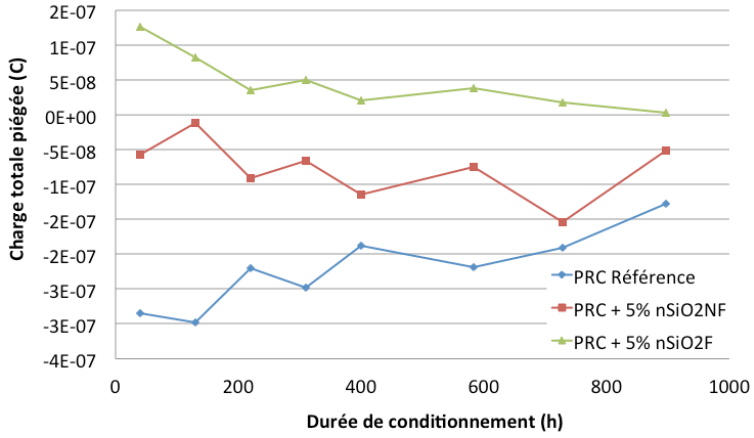


Figure 42 : Évolution de la charge totale piégée Q_T = (Q+) + (Q-) en fonction de la durée de conditionnement

La Figure 42 montre l'évolution de la charge piégée en fonction de la durée de conditionnement électrique jusqu'à 897 heures sous un champ appliqué de 30 kV/mm à 70°C.

Le matériau de référence présente toujours la plus forte quantité de charge piégée. Cette charge est majoritairement négative et pourrait ainsi être issue d'un phénomène d'injection d'électrons à la cathode (homocharges).

Une diminution significative de la charge accumulée est observée quand la durée de conditionnement augmente dans l'échantillon chargé de particules fonctionnalisées. A la vue des distributions de champ électrique, non présentées ici, il semblerait dans le cas de l'échantillon chargé de particules fonctionnalisées qu'il y ait une double injection d'électrons à la cathode et de « trous » à l'anode [TAN 11]. Ainsi, les charges se compenseraient au fur et à mesure que la durée de conditionnement augmente.

3.2.4. MESURES DE COURANTS DE CONDUCTION

Les courants de conduction ou caractéristiques I = f (V) mesurées dans le mode quasi-stationnaire permettent l'identification des mécanismes de conduction d'un matériau. Ce paragraphe exploite seulement l'évolution de la densité de courant J par rapport au champ électrique appliqué E.

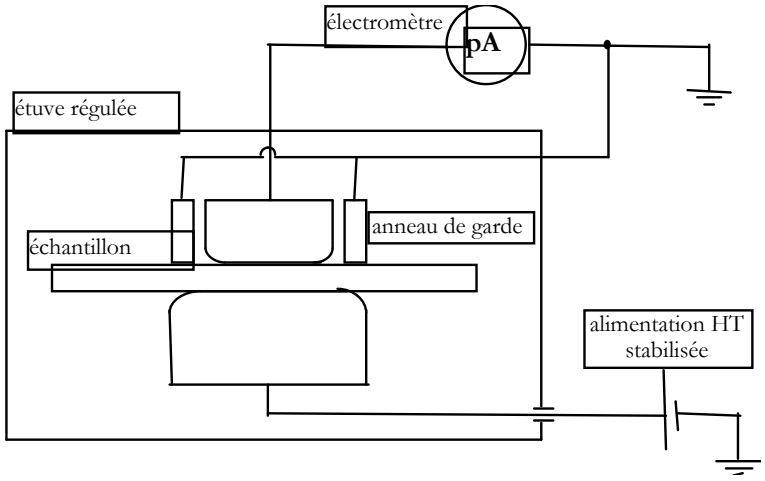


Figure 43 : Système de mesure du courant de polarisation.

Le système de mesure du courant de conduction (Figure 43) est composé d'un électromètre (Keithley 6517A) et d'une alimentation 35 kV DC dotée d'une faible ondulation résiduelle de la tension de sortie (Fug HCP140-35000). Les mesures de courant de polarisation ont été effectuées pour des tensions allant de 6 à 30 kV sous 70 °C. Les caractéristiques courant-tension ont été tracées à partir des courants de conduction relevés lorsque ceux-ci se trouvaient dans un état quasi-stationnaire au bout de 2 heures d'application de la tension.

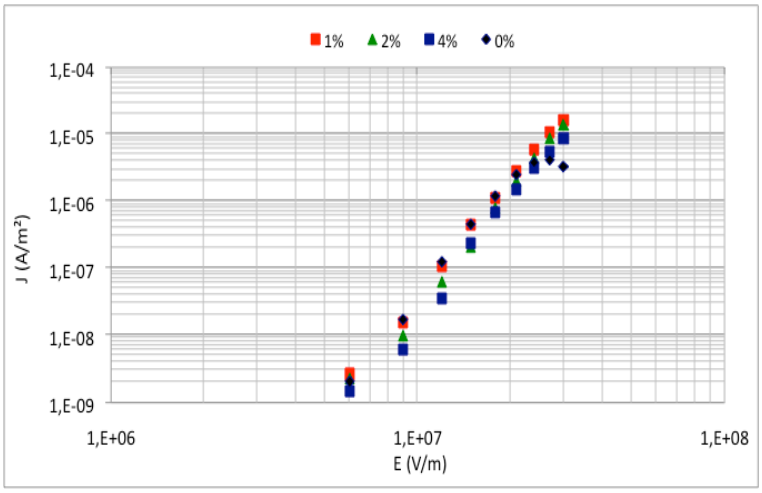


Figure 44 : Évolution de la densité de courant en fonction du champ appliqué à 70°C

La Figure 44 présente la caractéristique $J = f(E)$ des échantillons de PEHD chargés ou non de nanoparticules de SiO_2 pour des teneurs en particules allant jusqu'à 4% en poids. Les résultats montrent des phénomènes de conduction similaires pour chaque échantillon jusqu'à 20 kV/mm. Au delà de 20 kV/mm, les échantillons nanocomposites suivent tous la même pente alors que le PEHD de référence reflète un courant limité par charge d'espace, sans doute en raison d'une quantité significative de charges d'espace injectées qui tendent à limiter le courant de conduction. Ce résultat coïncide clairement avec le phénomène d'injection majoritaire observé lors des résultats de charge d'espace.

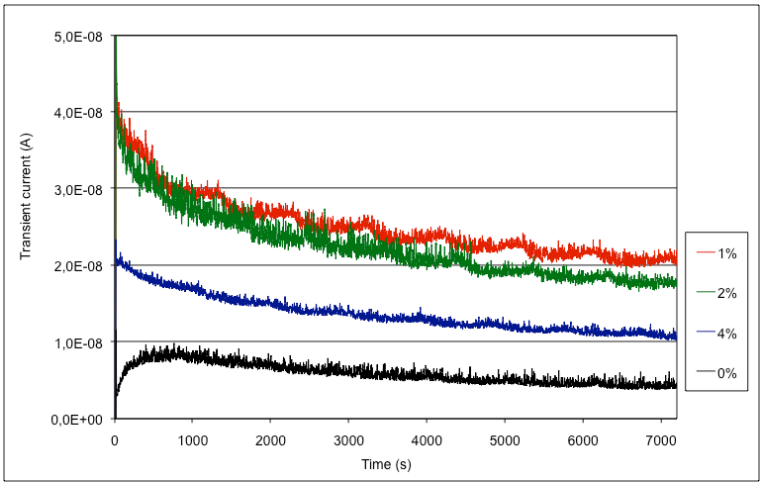


Figure 45 : Courants transitoires en fonction de la teneur en nanoparticules sous 30 kV à 70 °C.

La présence de nanoparticules semble fortement influencer l'allure du courant transitoire en particulier pour des champs électriques élevés (Figure 45). Ce courant transitoire nous renseigne sur l'effet capacitif ajouté à l'effet du courant de conduction et du piégeage des charges. Ces effets sont mis en évidence pour le matériau de référence PEHD intitulé 0% où l'on peut observer une combinaison d'injection et de piégeage de charges : en effet, le courant augmente puis diminue [TOU 76]. Le contenu de nanoparticules influence peu l'amplitude du courant de conduction (Figure 44) cependant, pour le champ le plus élevé, on observe une conductivité plus élevée pour l'échantillon contenant 1% en poids de $nSiO_2$. Dans ce cas, la faculté du matériau à écouler la charge

d'espace pourrait être favorisée par rapport HDPE de référence. Ce résultat est en adéquation avec les résultats relatifs à la charge d'espace car c'est ce matériau qui tend à accumuler le moins de charges d'espace.

3.2.5. CONCLUSION

Les résultats présentés dans cette partie montrent des différences significatives entre un échantillon PEHD de référence et les échantillons chargés en nano particules. Le PEHD tend à accumuler plus de charges d'espace, et révèle également un phénomène d'injection dominant, en particulier à la cathode. D'autre part, les échantillons contenant des nanoparticules montrent un comportement relativement stable vis à vis des charges d'espace quel que soit le champ électrique appliqué et la durée de polarisation. Ils accumulent toujours moins de charges d'espace que l'échantillon de référence sans nanoparticule.

Il semble que l'échantillon de PEHD contenant 1% en poids de nanoparticules de silice résiste mieux à l'accumulation des charges d'espace. Ceci est probablement dû à la plus forte conductivité de ce matériau, en particulier pour des champs électriques élevés, qui pourrait faciliter leur écoulement.

Des phénomènes semblables ont été observés avec les matériaux nanocomposites à base de PRC où la présence de nanoparticules de SiO_2 tend à limiter l'accumulation de la charge d'espace.

Un effet bénéfique à été observé au fur et à mesure que la durée de conditionnement augmente sur l'échantillon contenant des particules fonctionnalisées. Il semble que, grâce à une double injection de charges à l'anode et à la cathode, celles-ci se neutralisent et donnent un bilan de charges accumulées très faible.

Compte tenu de ces résultats, et dans la mesure où les particules sont dispersées convenablement, les matériaux nanocomposites à base de PEHD et/ou de PRC pourraient convenir pour les isolations des câbles d'énergie du futur.

3.3. ANALYSE DES PROPRIÉTÉS DIÉLECTRIQUES DES MATÉRIAUX POLYMÈRES NANODIÉLECTRIQUES POUR LES ISOLATIONS DES ALTERNATEURS DE PUISSANCE DU FUTUR.

3.3.1. INTRODUCTION

L'utilisation de matériaux nanodiélectriques dans la conception des isolations de barres statoriques des alternateurs de puissance laisse envisager une amélioration de leurs performances, grâce à la création de nouveaux types d'alternateur fonctionnant sous une classe thermique supérieure. Le vieillissement de l'isolation est dû aux contraintes existantes pendant le fonctionnement mais aussi aux contraintes environnementales. Il est connu que la contrainte thermique joue un rôle prépondérant sur le vieillissement de l'isolation. Lorsque cette

dernière est associée à d'autres contraintes (électriques, environnementales, radiations…), la dégradation de l'isolant tend à s'accélérer, se traduisant par une diminution de ses propriétés physiques. Nous allons nous intéresser particulièrement ici aux contraintes électriques et thermiques. L'ajout dans un polymère de particules ayant des propriétés thermiques et/ou électriques avantageuses donne lieu à un nouveau matériau possédant des performances plus élevées que le matériau de référence.

Les barres statoriques des alternateurs de puissance sont isolées à partir d'un ruban (composé de tissu de verre et de papier micacé) et d'une résine d'imprégnation servant de liant. Les principaux résultats présentés ici ont pour partie été défendus par **Laurent BANET** lors de sa soutenance de thèse le 20 décembre 2012 [BAN 12] et par **Ioana PREDA** à travers plusieurs publications. Ces travaux s'inscrivent en majeure partie dans le cadre d'un projet Européen 7ème PCRD intitulé ANASTASIA qui avait pour objectif l'amélioration des propriétés des résines d'imprégnation en utilisant les concepts de la nanotechnologie.

L'analyse des propriétés électriques et thermiques des résines d'imprégnations « modifiées », en fonction de leur processus de mise en œuvre, de la nature des particules, de leur taille, de leur forme, de leur contenu, de leur traitement, permettra la sélection de plusieurs choix techniques retenus pour l'amélioration des propriétés des résines servant de liant dans la fabrication des prototypes sous formes de plaques et de barres statoriques. L'amélioration des performances sera par la suite confirmée ou infirmée, en configuration composite, sur les prototypes d'isolations réalisés dans le cadre du projet par l'analyse de leurs propriétés physiques. Cette partie fera l'objet du dernier volet du mémoire.

Les propriétés thermiques ont été étudiées à travers des mesures de température de transition vitreuse, de pertes de masse et de diffusivité thermique [PRE 12]. Pour évaluer les propriétés électriques de chaque matériau, nous avons effectué des mesures de charges d'espace, de rigidité diélectrique ainsi que de spectroscopie diélectrique.

3.3.2. Étude des résines d'imprégnation

Pour le développement des résines d'imprégnation, plusieurs pistes classées en trois catégories ont été explorées. Ces pistes, appelées « routes », ont été discriminées suivant un critère de risque associé à une technicité de plus en plus avant-gardiste. Ces trois routes peuvent être décrites succinctement de la manière suivante :

- La « route 1 » vise le remplacement des charges conventionnelles par des particules dont la taille et la forme sont contrôlées par une technologie innovante, dans le but d'uniformiser et d'augmenter les propriétés des résines d'imprégnation.

- La « route 2 » a pour objectif de changer radicalement l'interface entre les nanoparticules et la résine, en créant directement à l'intérieur de cette dernière les nanoparticules à partir de précurseurs organiques.
- La « route 3 » a pour but de remplacer les résines standards par des résines sol-gel à la matrice hybride inorganique/organique pour obtenir des propriétés thermiques et électriques exceptionnelles.

Les résultats présentés ci-après ont été obtenus sur des matériaux issus des routes 1 et 2. La première étape non présentée ici a concerné le paramétrage du processus de fabrication réalisé à travers le choix des paramètres tels que le ratio résine/durcisseur, la température et durée de polymérisation optimums. Après vérification de l'homogénéité des échantillons, plusieurs matériaux élaborés avec des résines époxy chargées avec des particules de différentes natures, tailles, formes et contenus ont été étudiés.

3.3.2.1. Influence de la nature et du pourcentage en poids de particules sur les propriétés électriques des matériaux

Cette étude concerne l'influence de la nature et du pourcentage en poids de particules mélangées dans la résine commerciale de type DER 332 sur les propriétés électriques. Pour cela, des mesures de rigidité diélectrique et de charges d'espace ont été effectuées sur une série de matériaux élaborés, selon la route 1, à partir de cette résine, du durcisseur Jeffamine D230 et de l'ajout de particules submicroniques de nitrure de bore (BN) ou de nanoparticules de dioxyde de silicium ($nSiO_2$). Le Tableau 5 rappelle la composition de ces matériaux.

Référence Matériaux	*Composition (résine + durcisseur) et paramètres de polymérisation*	*Nature et pourcentage en poids des particules*
D230	*Composition :* *DER 332* + *Jeffamine D230* *(1000/344)* *Polymérisation :* *4h – 80°C*	*0%*
D230 + 2,5% BN		*Nitrure de bore (2,5%)*
D230 + 5% BN		*Nitrure de bore (5%)*
D230 + 2,5% $nSiO_2$		*Dioxyde de silicium (2,5%)*
D230 + 5% $nSiO_2$		*Dioxyde de silicium (5%)*

Tableau 5 : Matériaux utilisés pour observer l'influence de la nature et du pourcentage en poids de différentes particules sur les propriétés électriques

3.3.2.2. Influence sur la charge d'espace

L'influence de l'ajout de particules dans la résine DER 332 (matériaux D230, D230 + 2,5% BN et D230 + 5% BN) a été observée en termes d'accumulation de charges d'espace après le conditionnement sous 10 kV-60°C-2h (Figure 46).

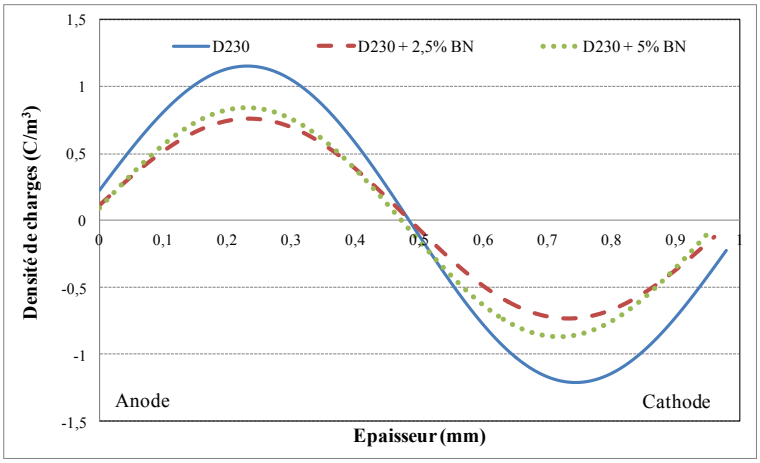


Figure 46 : Distributions de la densité de charges après conditionnement 10kV-60°C-2h

Les distributions de charges d'espace (Figure 46) présentent des allures similaires pour les trois matériaux et présentent des homocharges au niveau des électrodes révélant ainsi un phénomène d'injection majoritaire. Les résines chargées de BN présentent une charge électrique accumulée inférieure à celle de la résine de référence. Cependant, pour les deux pourcentages en poids étudiés, la résine chargée de 2,5% de BN est celle qui accumule le moins de charges d'espace. Ces résultats sont à priori en accord avec ceux de rigidité diélectrique ; en effet, le matériau qui accumule le moins de charges d'espace (donc qui présente, à priori, le moins de défauts) est celui qui possède la plus forte valeur de rigidité diélectrique.

Les mêmes mesures ont été réalisées sur des échantillons chargés (ou non) avec les mêmes contenus de nanoparticules de SiO_2 après le même conditionnement électrique (Figure 47).

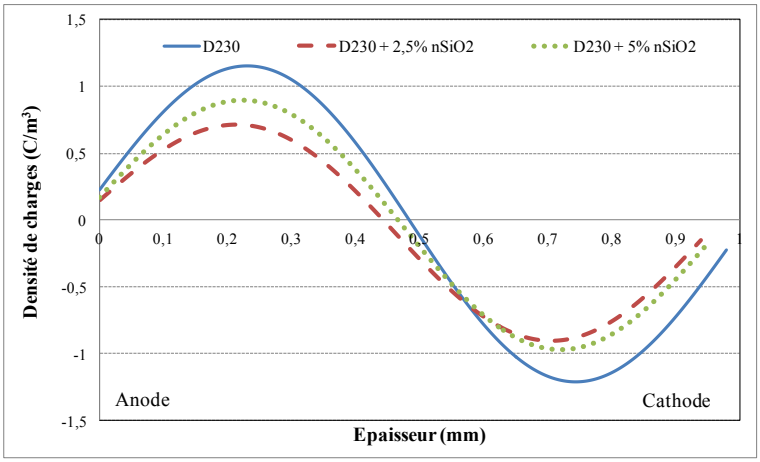


Figure 47 : Distributions de la densité de charges après conditionnement 10kV-60°C-2h

Notons que ces allures ressemblent à celles obtenues avec le nitrure de bore, avec des densités de charges inférieures à celle du matériau de référence. Le minimum a été observé pour la résine élaborée avec 2,5% de nanoparticules de SiO_2.

Le Tableau 6 ci après présente le bilan des charges accumulées ainsi que les valeurs de rigidité diélectrique pour les trois matériaux (D230, D230 + 2,5% BN et D230 + 2,5% $nSiO_2$).

Référence Matériaux	*Rigidité diélectrique (kV/mm)*	*Charge totale (µC)*
D230	*147,5*	*0,502*
D230 + 2,5% BN	*159,9*	*0,337*
D230 + 2,5% $nSiO_2$	*144,2*	*0,359*

Tableau 6 : Valeurs de rigidité diélectrique et bilan des charges accumulées

- La résine chargée de particules submicroniques de BN présente des propriétés intéressantes à la fois en matière de rigidité diélectrique et de charges d'espace ;
- La résine chargée de nanoparticules de SiO2 semble mieux résister à l'accumulation de charges d'espace, tout en présentant une tenue au champ électrique quasi-équivalente (baisse relative d'environ 2%).

A l'issue de ces résultats, nous allons nous intéresser aux performances en matière de rigidité diélectrique pour la résine chargée de BN et aux performances en matière d'accumulation de charges d'espace pour la résine chargée de nanoparticules de SiO_2. En effet, plusieurs travaux de recherche ont pu mettre en évidence que la résine époxy pouvait voir sa rigidité diélectrique s'améliorer par l'ajout de particules de BN [REA 11a], et pouvait voir l'accumulation de charges d'espace se réduire par l'ajout de particules de SiO_2 [CAS 11]. Nous pouvons même imaginer à terme une combinaison de particules de BN et de $nSiO_2$ pour agir conjointement sur

la rigidité diélectrique et l'accumulation des charges d'espace. Des études ont montré que le mélange de particules micrométriques et nanométriques pouvait améliorer les propriétés diélectriques de résines microcomposites nanostructurées [CAS 11b] [KRI 12] [FRE 08].

En considérant les résultats obtenus en termes de rigidité diélectrique et de charges d'espace, mais également d'autres paramètres tels que le risque d'agglomérat pour des forts taux de particules et l'influence du taux de particules sur la viscosité, il ressort qu'un taux de 2,5% de particules de BN ou de $nSiO_2$ pourrait être le compromis idéal.

Cependant, une des conclusions importantes des recherches déjà menées sur les matériaux composites est que lorsque des nanoparticules sont ajoutées (cas de la route 1), le prétraitement de ces dernières en utilisant un agent chimique joue, dans la plupart des cas, un rôle déterminant dans les propriétés finales [FRE 08]. Cela signifie que pour garantir l'amélioration espérée des propriétés diélectriques, la nature de l'interface nanoparticule/matrice est certainement le paramètre majeur qui doit être étroitement contrôlé.

Ce nouveau concept de croissance in-situ de nanoparticules dans des matrices époxy, qui s'affranchit du processus de dispersion intermédiaire des nanocharges, va renforcer fortement la continuité de l'interface matrice/charge inorganique. Ce changement dans la nature chimique de l'interface est une avancée radicale dans la manière de gérer les charges électriques à l'intérieur du matériau. Un autre avantage notable de la production in-situ est de garder intacte la résine (notamment sa viscosité) de la synthèse des particules à l'imprégnation.

Un tel procédé permet de nanostructurer une grosse quantité de résine tout en maîtrisant la dispersion des particules pour des applications industrielles. Ainsi, suite aux résultats encourageants obtenus sur les résines chargées de nanoparticules de SiO_2 selon la route 1, une résine contenant des nanoparticules de SiO_2 crues in-situ a été élaborée selon la route 2.

3.3.2.3. Étude des propriétés électriques des résines nanostructurées élaborées selon la route 2.

Un procédé sol-gel, pour l'introduction de nanoparticules dans la résine époxy, a été développé avec succès. Ce procédé a été adapté en fonction de la nature des résines utilisées d'origines commerciales ou industrielles. Les réactions se font sans solvant et les nanoparticules ont été synthétisées directement dans la matrice polymère par réaction tétraéthoxysilane (TEOS) à la température ambiante. La croissance in-situ de nanoparticules a facilité le développement des résines thermodurcissables polymérisables dopées avec un plus fort contenu de nanoparticules de silice poreuses, sans affecter de manière significative de la viscosité tout en atteignant une plus grande affinité entre la matrice et la nanoparticule. En outre, la dispersion des nanoparticules est restée stable, malgré les plus forts contenus, dans la matrice polymère en solution. Par conséquent, les matériaux obtenus après réticulation ne présentaient pas d'agglomérat de nanoparticules et présentaient des propriétés optiques translucides.

Ainsi, plusieurs échantillons ont été réalisés à partir des résines industrielles utilisées par les sociétés Von Roll et Alstom Power pour l'imprégnation des rubans isolants. Des mesures de charges d'espace ont été réalisées sur plusieurs matériaux élaborés selon ce procédé. La figure ci-après présente une comparaison en matière d'accumulation de charges d'espace sur une résine de référence et la même résine nanostructurée avec des particules de silice ayant crues in-situ.

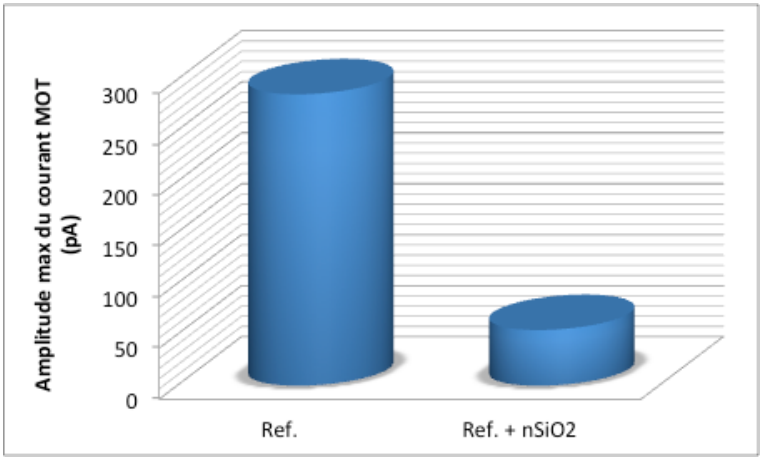


Figure 48 : Mesure de charge d'espace après conditionnement 10kV-60°C-2h

La Figure 48 présente les mesures de charges d'espace après un conditionnement électrique sous 10 kV, 60°C durant 2 heures sur une résine de référence et une résine nanostructurée in-situ. La résine nanostructurée présente une plus faible accumulation de charges d'espace très significative, d'un facteur 6 environ. Ces résultats confirment ceux obtenus sur les matériaux élaborés selon la route 1 et montrent que ce procédé de mise en œuvre semble être encore plus performant que le mélange de particules, probablement grâce à une amélioration de l'interface entre la matrice et la particule.

3.3.2.4. Synthèse des résultats obtenus sur les résines nanostructurées selon les routes 1 et 2.

Un effet positif de l'utilisation, dans la résine époxy, des particules de nitrure de bore et des nanoparticules de dioxyde de silicium peut être observé sur l'accumulation de la charge d'espace et la rigidité diélectrique. Si l'ajout de nanoparticules de SiO_2 dans la résine époxy n'influence pas la rigidité diélectrique, l'ajout de particules de BN augmente significativement la rigidité diélectrique de cette dernière. De plus, les matériaux chargés par un de ces deux types de particules accumulent moins la charge d'espace que la résine époxy pure (de référence).

Qu'il s'agisse de résines utilisées dans la route 1 et la route 2, qui sont respectivement d'origines commerciales et industrielles, la présence de nanoparticules de SiO_2 limite l'accumulation de charges d'espace. Cependant, la croissance de nanoparticules in-situ selon la route 2 présente l'avantage d'une meilleure dispersion, d'une meilleure affinité matrice/particules et surtout permet l'élaboration d'une grande quantité de résine nanostructurée.

Compte tenu des résultats obtenus sur l'ensemble des matériaux élaborés, le consortium a donc décidé de réaliser le développement des prototypes d'isolation en utilisant une résine d'imprégnation chargée en particules de BN et/ou en nanoparticules de SiO_2. Une combinaison de ces types de particules pourrait également être bénéfique pour les propriétés des résines d'imprégnation. Toutefois, une attention toute particulière devra être portée à la viscosité de la résine d'imprégnation.

Les résultats encourageants obtenus, au travers des routes 1 et 2, par l'ajout de ces particules (BN et/ou $nSiO_2$) ont servi dans un premier temps à modifier la résine « Damisol » (résine habituellement utilisée par la société Von Roll) pour imprégner des prototypes « laminés ». Cependant, l'amélioration des propriétés thermiques et électriques de l'isolation a aussi été envisagée par une approche inédite qui consiste à modifier directement le ruban (composé de tissu de verre et de papier micacé) par l'ajout d'une couche de résine chargée de ces mêmes particules. L'approche basée sur une modification du ruban a été utilisée par la société Alstom, en complément de l'approche basée sur la modification de la résine d'imprégnation, pour créer des prototypes de plaques et de barres statoriques rubanées les plus proches de la réalité.

3.3.3. Étude des Prototypes industriels

Les résines « modifiées » qui ont présenté les propriétés les plus prometteuses à l'issue des campagnes de caractérisation ont été utilisées pour l'imprégnation des prototypes à base d'un substrat (appelés tapes en anglais) qui est composé de papier micacé et de tissu de verre. Plusieurs combinaisons ont été abordées, s'appuyant sur les résines modifiées et/ou les substrats modifiés. Ces prototypes ont été réalisés en s'appuyant sur les techniques abordées dans les trois routes du projet.

Ces prototypes ont respectivement été développés par la société Von Roll qui fabrique des bandes isolantes pour l'isolation de machines électriques de forte puissance et par la société Alstom Power qui fabrique des alternateurs de puissance ; ces deux sociétés sont membres du consortium ANASTASIA.

Deux catégories de prototypes composites ont été réalisées :

- Des prototypes appelés « laminés » constitués d'empilement de huit couches élémentaires constituées de tissu de verre et de papier mica, chacune imprégnée de résines modifiées (ou non). Ces échantillons constituent une étape intermédiaire avant la réalisation de prototypes rubanés.
- Des prototypes « rubanés » à demi recouvrement, avec un ruban modifié (ou non), sur une barre statorique, imprégnés avec de la résine modifiée (ou non). Ce type de prototypes représente le système d'isolation le plus proche de la réalité.

3.3.3.1. ÉTUDE DES PROTOTYPES « LAMINÉS »

En s'appuyant sur les concepts développés dans la route 1 du projet ANASTASIA, la société Von Roll a élaboré une série de prototypes d'isolation, appelés « laminés ». Quatre prototypes de laminés ont été réalisés à partir de la couche élémentaire utilisée pour la conception du laminé de référence, en y ajoutant une ou deux couches de résine chargée de particules inorganiques. Le laminé dit de référence (appelé Ref pour la suite de l'étude) est constitué à partir de matériaux (ruban + résine d'imprégnation) couramment utilisés pour l'isolation des barres statoriques. La chaîne d'assemblage traditionnelle a été utilisée pour la réalisation des différentes structures afin de vérifier la faisabilité à l'échelle industrielle de ces nouvelles isolations.

3.3.3.1.1. PRÉSENTATION DES PROTOTYPES « LAMINÉS » ÉTUDIÉS

La structure appelée « Ref» est la structure de référence commercialisée par la société Von Roll et se compose d'un ruban Samicapor imprégné d'une résine Damisol 3309 (Figure 49).

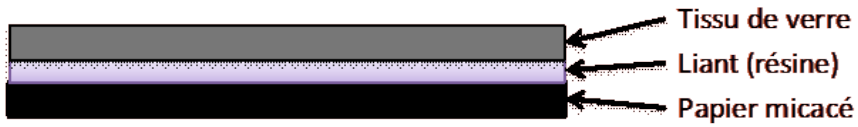


Figure 49 : Structure élémentaire standard

La structure Ref + 5BN diffère de la structure de référence par un dépôt d'une couche de résine contenant 5 g/m^2 de particules de BN sur la partie supérieure du tissu de verre (Figure 50).

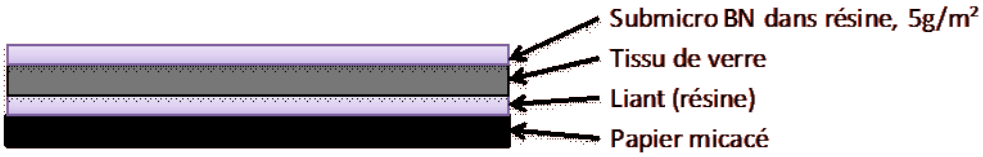


Figure 50 : Structure élémentaire innovante (couche BN)

Dans la structure Ref + 4nSiO_2, les particules submicroniques de BN présentes dans la couche supérieure de résine sont remplacées par 4 g/m^2 de nanoparticules de SiO_2 (Figure 51).

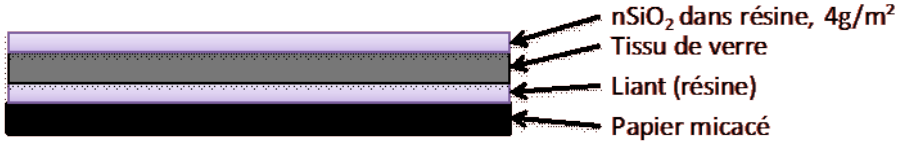


Figure 51: Structure élémentaire innovante (couche $nSiO_2$)

Le matériau Ref +2BN+2nSiO_2 utilise la structure de référence mais dispose sur le tissu de verre d'une couche de résine chargée de 2 g/m^2 de particules de BN et sur la face opposée, le papier mica est recouvert d'une couche de résine chargée avec 2g/m^2 de nanoparticules de SiO_2 (Figure 52).

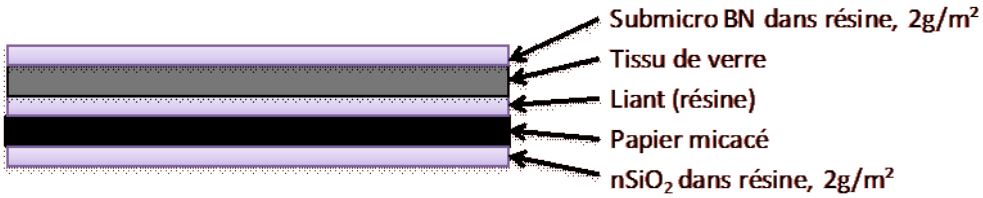


Figure 52 : Structure élémentaire innovante (multi BN et nSiO_2)

Le matériau Ref +4BNnSiO_2 est doté d'une couche supérieure de résine contenant 2 g/m^2 de particules de BN mélangées à 2 g/m^2 de nanoparticules de SiO_2 (Figure 53).

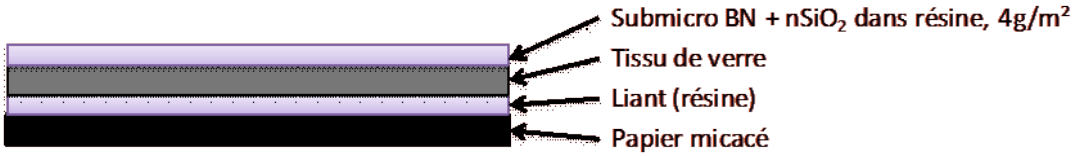


Figure 53 : Structure élémentaire innovante (mélange BN et nSiO_2)

Les différentes compositions des prototypes sont résumées dans le Tableau 7 ci-après.

Référence Prototypes (empilement de 8 couches élémentaires)	*Composition d'une couche élémentaire*	
	Type de ruban et résine de référence	*Nature et densité surfacique des particules*
Ref	*Ruban + résine Damisol 3309*	/
Ref + 5BN		*BN 5 g/m²*
Ref + 4nSiO_2		*nSiO_2 4 g/m²*
Ref + 2BN + 2nSiO_2		*BN 2g/m² + nSiO_2 2 g/m²*
Ref + 4BNnSiO_2		*4 g/m² avec 1:1 BN et nSiO_2*

Tableau 7 : Prototypes « laminés » élaborés par la société Von Roll

3.3.3.1.2. ETUDE DES PROPRIÉTÉS PHYSIQUES DES PROTOTYPES LAMINÉS

Les propriétés thermiques et électriques des différents échantillons de prototypes laminés, de 1,1 mm d'épaisseur, ont été évaluées à travers des mesures de diffusivité thermique, de rigidité diélectrique et de charges d'espace.

Avant cela, la société Von-Roll qui a fabriqué les laminés a réalisé des mesures de perte de masse pour évaluer la stabilité thermique des matériaux et des mesures de température de transition vitreuse pour évaluer leur niveau de réticulation.

A ce titre, pour l'ensemble des laminés étudiés, les mesures de perte de masse confirment une stabilité thermique acceptable jusqu'à 400 °C, température pour laquelle a été relevée 5% de perte de masse lors de leur analyse par ATG. Ainsi, la stabilité thermique est toujours plus élevée que pour les résines d'imprégnation étudiées séparément, pour lesquelles a été relevé, dans le meilleur des cas, 5% de perte de masse à 360°C.

L'ajout de particules (BN et/ou $nSiO_2$) dans la résine d'imprégnation augmente légèrement de façon systématique (de 7 à 11%) la valeur de la température de transition vitreuse des laminés par rapport au laminé de référence. La valeur de température de transition vitreuse semble également être affectée par la diminution de la densité surfacique des particules de $nSiO_2$.

Ces valeurs de température de transition vitreuse, anormalement basses (habituellement autour de 150°C [source Von Roll]), semblent indiquer que la réticulation des laminés n'a pas été entièrement réalisée lors du protocole de polymérisation initial sous 150 °C pendant 12 heures. L'évolution de la température de transition vitreuse a alors été étudiée en fonction de différents post traitements thermiques effectués sur les laminés.

La Figure 54 montre les valeurs de température de transition vitreuse en fonction des paramètres température/durée du post traitement thermique.

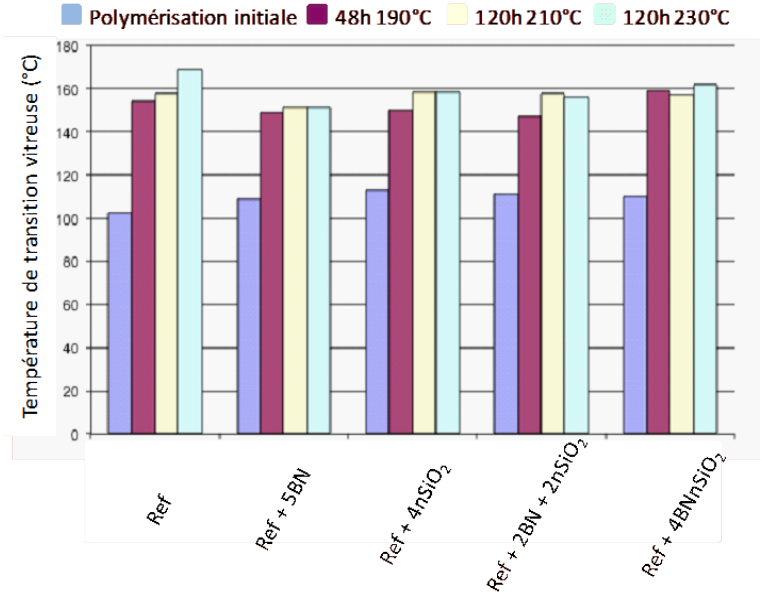


Figure 54 : Évolution de la température de transition vitreuse des laminés en fonction du post traitement thermique (Sources Alstom Power)

Les fortes augmentations (> 25 °C) des températures de transition vitreuse des laminés après les post traitements thermiques confirment que la réticulation de ces derniers, après leur polymérisation initiale, n'était pas complète. En regardant l'évolution de leur température de transition vitreuse en fonction des différents post traitements, un post traitement sous 210°C pendant 120 heures semble être suffisant pour finaliser leur processus de réticulation puisque peu de différences sont observables entre les post traitements sous 210 °C et 230 °C.

Les mesures de diffusivité thermique, présentées dans le Tableau 8, indiquent que tous les laminés, hormis le laminé de référence, voient leur valeur de diffusivité thermique augmenter de 30 à 37% par rapport à la référence. Il semble que le mélange de particules de BN et de $nSiO_2$ dans une même matrice résine Damisol 3309 pour imprégner le ruban de référence (Ref + 4BNnSiO_2) induise la plus forte diffusivité thermique, avec 0,137 mm²/s. Incorporées séparément dans les résines, les particules de $nSiO_2$ et de BN augmentent également la valeur de la diffusivité thermique.

Le Tableau 8 présente les résultats obtenus pour ces différents paramètres.

Référence	*Diffusivité thermique (mm²/s)*	*Rigidité diélectrique (kV/mm)*
Ref	*0,100*	*18,4*
Ref + 5BN	*0,133*	*20,4*
Ref + 4$nSiO_2$	*0,130*	*21*
Ref + 2BN + 2$nSiO_2$	*0,134*	*20,9*
Ref + 4BNnSiO_2	*0,137*	*19,4*

Tableau 8 : Caractéristiques thermiques des laminés

Les mesures de rigidité diélectrique ont été effectuées sous une tension alternative de fréquence 50 Hz et sur des échantillons de 1,1 mm d'épaisseur.

Les valeurs de rigidité diélectrique des différents laminés sont relativement basses (de 18,4 kV/mm à 20,9 kV/mm) et inférieures à celle d'une plaque de résine époxy pure de 1 mm d'épaisseur (≈ 40 kV/mm) [PAR 12] [REA 11b]. La rigidité diélectrique des différents laminés est systématiquement améliorée par rapport au laminé de référence, lorsque la résine d'imprégnation est modifiée par l'incorporation de particules de BN et/ou $nSiO_2$ (14% dans le meilleur des cas).

Comme pour les résines d'imprégnation, la méthode de l'onde thermique a été utilisée pour observer les différences de comportement en termes d'accumulation de charges d'espace dans les différents laminés.

Par rapport à la résine d'imprégnation, les laminés possèdent, de par la présence du papier mica, une barrière diélectrique supplémentaire. Il a alors été décidé d'appliquer un protocole expérimental différent de celui des résines d'imprégnation en appliquant des contraintes plus sévères en matière de tension appliquée et de durée d'application de la contrainte. Ainsi, deux conditionnements électriques ont été rajoutés : 30 kV-60°C-2h et 30 kV-60°C-24h.

Sont présentés dans la Figure 55 les niveaux des signaux d'onde thermique obtenus après les conditionnements électriques suivants : 10 kV-60°C-2h, 30 kV-60°C-2h et 30 kV-60°C-24h.

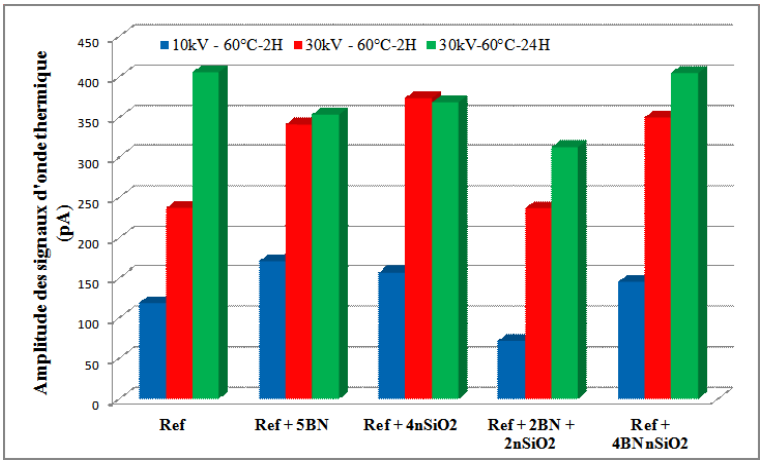


Figure 55 : Niveaux des signaux d'onde thermique obtenus après plusieurs conditionnements successifs

Une première analyse des signaux (Figure 55)**Erreur ! Source du renvoi introuvable.** souligne des différences significatives entre les différents laminés et une forte influence de la tension de conditionnement. Ainsi, on s'intéressera par la suite aux conditionnements électriques les plus contraignants en matière d'accumulation de charges d'espace, soit 30 kV-60°C.

Les distributions de charges d'espace présentées ci-après proviennent des caractérisations électriques effectuées après les deux derniers conditionnements (30kV-60°C-2h et 30kV-60°C-24h). En effet, c'est pour 30 kV appliqués que les niveaux de charges ont été les plus significatifs.

Les distributions de charges obtenues après un conditionnement de 2 heures sont présentées Figure 56.

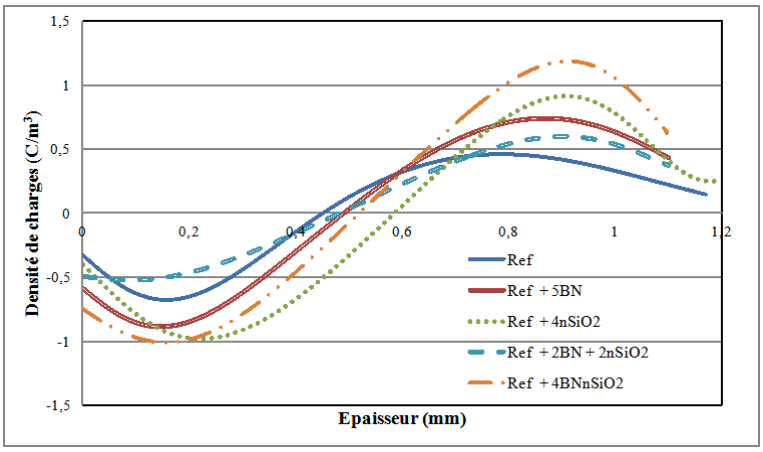


Figure 56 : Distributions de la densité de charges après conditionnement 30 kV-60°C-2h

La Figure 56 présente des profils similaires de distributions de la densité de charges pour chaque laminé étudié. Le comportement en termes de distribution de charges est totalement opposé à celui des résines d'imprégnation. Les profils de charges d'espace mettent en évidence, par la présence d'hétérocharges aux électrodes, l'existence d'un phénomène prédominant de polarisation. L'origine de ce dernier pourrait être expliquée par la structure des laminés, composée d'un empilement de huit couches isolantes élémentaires, qui génère des interfaces dans le matériau et favorise ainsi la polarisation interfaciale de type Maxwell-Wagner [CAS 97].

Des profils similaires avec toutefois des niveaux différents ont été observés en analysant les distributions de charges d'espace obtenues sur les différents laminés après le conditionnement électrique sous 30 kV-60°C-24h.

Afin d'établir une comparaison quantitative, le bilan des charges piégées dans chaque laminé après chaque conditionnement électrique a été calculé et présenté dans le Tableau 9.

Référence	*Charge totale (µC) 30 kV-60°C-2h*	*Charge totale (µC) 30 kV-60°C-24h*	*Évolution de la charge entre 2h et 24h*
Ref	*0,550*	*0,960*	*+ 75%*
Ref + 5BN	*0,782*	*0,748*	*- 4%*
Ref + 4nSiO$_2$	*0,930*	*0,880*	*- 5%*
Ref + 2BN + 2nSiO$_2$	*0,534*	*0,653*	*+ 22%*
Ref + 4BNnSiO$_2$	*1,046*	*1,004*	*- 4%*

Tableau 9: Bilan des charges après chaque conditionnement sous 30 kV-60°C

Le bilan des charges, présenté dans le tableau ci avant, révèle les points suivants :

- Les laminés Ref + 5BN, Ref + 4nSiO2 et Ref + 2BN + 2nSiO2 accumulent moins de charges d'espace que le laminé de référence après 24 heures de conditionnement. Ces résultats sont à priori en accord avec les mesures de rigidité diélectrique qui ont montré que ce même laminé modifié possédait une tenue au champ électrique supérieure au laminé de référence (Tableau 8). Ces résultats semblent également coïncider avec ceux obtenus sur les résines étudiées précédemment. En effet, les résines chargées de particules de BN ou de particules de nSiO2, dont les résultats sont donnés dans le paragraphe 3.3.2.2, présentaient elles aussi une charge accumulée plus faible par rapport à la résine de référence.
- Le laminé qui accumulait le moins de charges d'espace après 2 heures de conditionnement reste celui qui accumule le moins de charges d'espace après 24 heures (Ref + 2BN + 2nSiO2).
- Le laminé de référence présente une tendance significative à l'augmentation (75%), tandis que les niveaux observés sur les autres laminés tendent vers un phénomène de « saturation ».

3.3.3.1.3. DISCUSSION SUR LES PROPRIÉTÉS DES PROTOTYPES « LAMINÉS »

Les résultats des caractérisations effectuées sur les prototypes laminés ont montré que la modification du laminé de référence par l'ajout de particules dans la résine d'imprégnation, de natures et/ou de tailles différentes, pouvait parfois entrainer une amélioration des propriétés électriques et thermiques des laminés.

Il a été montré qu'un post traitement thermique réalisé après la polymérisation permettait de compléter la réticulation de l'ensemble des laminés étudiés. Ceci est confirmé par l'augmentation systématique de la température de transition vitreuse après post traitement.

La diffusivité thermique et la rigidité diélectrique sont systématiquement améliorées par l'ajout de particules dans la résine d'imprégnation des laminés. Nous rappelons que la tenue au champ électrique et la conductivité thermique (propriété intervenant dans la diffusivité thermique) sont des propriétés pour lesquelles des améliorations sont espérées pour les isolations des machines électriques.

Quelque soit le conditionnement électrique, le laminé imprégné de deux couches de résine respectivement chargées de particules de BN et de particules de $nSiO_2$ (Ref + 2BN + $2nSiO_2$) accumule moins de charges d'espace que le laminé de référence. L'effet bénéfique observé lors de l'étude des résines seules (chargées de particules de BN ou de particules de $nSiO_2$) semble ainsi être répercuté en configuration laminé.

La présence de particules dans les résines d'imprégnation des laminés semble atténuer l'effet de la durée de conditionnement. Il est possible que la présence de particules inorganiques favorise l'écoulement des charges lors de l'application de la contrainte [CAS 10]. De la même manière, si avec la durée de conditionnement, la

charge d'espace accumulée continuait à augmenter, le risque de rupture diélectrique pourrait également augmenter. Or, les mesures de rigidité diélectrique effectuées sur ces laminés ont mis en évidence de meilleures tenues au champ électrique par rapport au laminé de référence, pour lequel, l'augmentation des charges est importante avec la durée de conditionnement.

3.3.3.2. Étude des prototypes « Rubanés»

Les prototypes (barres rubanées) conçus par la société Alstom ont été élaborés selon le procédé V.P.I. (Vacuum Pressure Insulation) : la barre de cuivre est recouverte par un ruban isolant (tape) composé de papier mica et de tissu de verre selon la technique dite du « demi-recouvrement » (Figure 57).

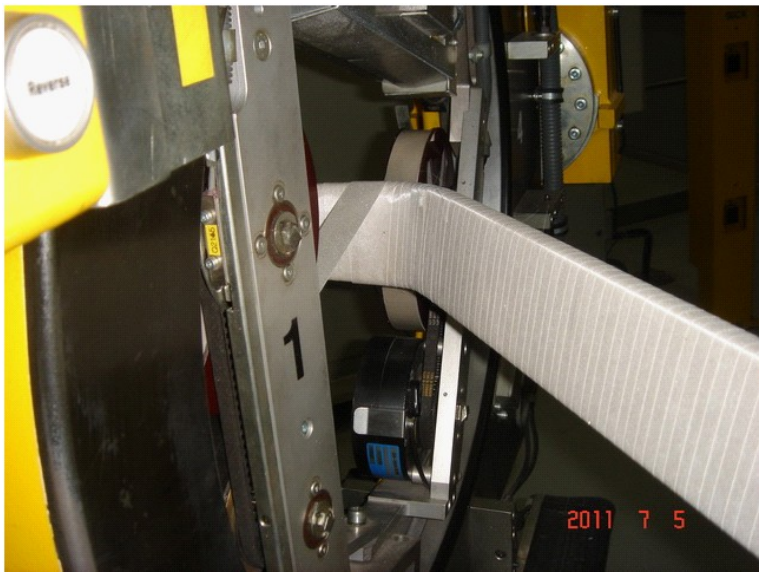


Figure 57 : Enrubannage à demi-recouvrement d'une barre statorique (source Alstom)

Une fois enrubannée, la barre est plongée dans un bain de résine d'imprégnation, puis pressée et polymérisée sous vide (Figure 58).

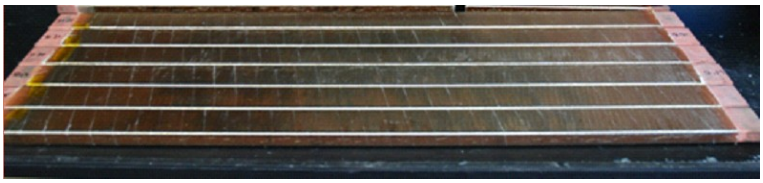


Figure 58 : Prototypes de barres rubanées (source Alstom)

Les prototypes réalisés par la société Alstom ont été imprégnés à l'aide de résines issues des routes 1 et 2. Ces deux routes ont d'ailleurs été confrontées pour la réalisation des dits prototypes.

Dans le cadre de la route 2, le Commissariat à l'Energie Atomique (CEA) a nanostructuré la résine d'imprégnation développée par la société Alstom par croissance in-situ de nanoparticules de SiO_2, telle que nous

l'avions étudiée dans la section 3.3.2.3., pour imprégner les prototypes dits « modifiés » de cette partie. Tandis que la route 1 a été utilisée pour élaborer la résine chargée en particules de BN destinée à la modification du ruban, telle que nous l'avions étudiée dans la section 3.3.2.1.

Des prototypes ont ainsi été élaborés à partir des résines standard et nanocomposites dites « modifiées », ainsi qu'à partir de rubans standard et modifiés.

Dans cette partie, des caractérisations ont été menées sur échantillons plans et directement sur barres prototypes. Les échantillons plans ont été prélevés des barres prototypes sur lesquelles une couche anti-adhésive a été insérée entre le conducteur et l'isolation. Cependant, afin de valider les résultats obtenus sur des échantillons plans, des mesures ont été réalisées directement sur barres prototypes selon le même protocole expérimental.

3.3.3.2.1. PRÉSENTATION DES PROTOTYPES « RUBANÉS » ÉTUDIÉS

Pour la réalisation des prototypes rubanés, la société Alstom a utilisé deux résines d'imprégnation et trois substrats différents, tels que le montrent les figures suivantes :

- La bande référence (tape) appelée « BS » et composée d'un assemblage de tissu de verre et de papier micacé est présentée Figure 59.

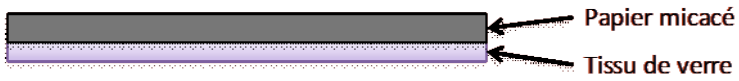


Figure 59 : Structure de la bande référence « BS »

- La bande modifiée par l'ajout d'une couche de résine chargée de particules de nSiO2 appelée « BM-nSiO2 », réalisée selon le procédé de la route 1, est présentée Figure 60.

Figure 60 : Structure d'une bande modifiée « BM-$nSiO_2$ »

- La bande modifiée à partir de l'ajout d'une couche de résine chargée de particules de BN (16 g/m²) sur la couche de résine de résine chargée de nanoparticules de SiO2,(4 g/m²) appelée « BM-nSiO2-BN », est présentée dans la Figure 61.

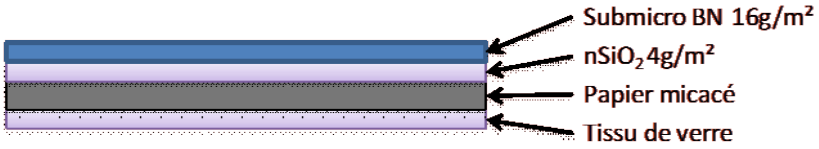


Figure 61 : Structure d'une bande modifiée « BM-nSiO2-BN ».

Les résines d'imprégnation sont respectivement appelées « RS » pour résine standard et « RM » pour résine modifiée. Cette dernière a été élaborée par le CEA selon la route 2 et contient 1,6% en poids de nanoparticules de SiO_2 qui ont crues in-situ.

En combinant ces deux résines et ces trois bandes, la société Alstom a élaboré six prototypes qui sont référencés dans le Tableau 10.

Référence	*Résine d'imprégnation*	*Bande*
RS+BS (Ref)	*Standard*	*Standard*
RS+BM-nSiO₂		*Modifiée nSiO₂*
RS+BM-nSiO₂-BN		*Modifiée nSiO₂ + BN*
RM+BS	*Modifiée nSiO2*	*Standard*
RM+BM-nSiO₂		*Modifiée nSiO₂*
RM+BM-nSiO₂-BN		*Modifiée nSiO₂ + BN*

Tableau 10 : Prototypes de barre statorique réalisés par la société Alstom

3.3.3.2.2. Caractérisation des prototypes rubanés directement sur barres

Afin de valider les résultats de charges d'espace qui seront obtenus sur plaques prélevées des prototypes rubanés, des mesures de charges d'espace ont été réalisées directement sur barres rubanées. Ainsi, deux barres rubanées présentées dans le Tableau 11 ci-après ont été fabriquées par la société Alstom sur lesquelles, ont été prélevés des échantillons plans (plaques rubanées). Les résultats obtenus sur ces échantillons plans et directement sur les barres sont comparés ci- après.

Référence	*Résine d'imprégnation*	*Ruban*
RS'+BS (Ref)	*Standard*	*Standard*
RM'+BS	*Modifiée*	*Standard*

Tableau 11 : Prototypes d'isolation réalisés par la société Alstom

Ces deux barres rubanées utilisent un ruban standard et une résine d'imprégnation modifiée (ou non). La résine modifiée choisie pour imprégner le prototype référencé RM'+BS est différente de celle utilisée pour l'imprégnation des prototypes précédents (Tableau 10). Pour cela, et dans le but de les différentier, la dénomination de la nouvelle résine modifiée est « RM' ». La résine et le ruban standard sont, quant à eux, identiques à ceux utilisés par les précédents prototypes. Toutefois, La résine ne provenant pas du même bain, sa référence a aussi été modifiée pour devenir « RS' ».

Deux campagnes de mesures ont été réalisées sur chaque plaque et barre rubanée, pour les conditionnements électriques suivants : 10 kV-45°C-2h et 10 kV-100°C-2h. Les résultats obtenus pour le conditionnement à 45°C sont présentés dans la Figure 62.

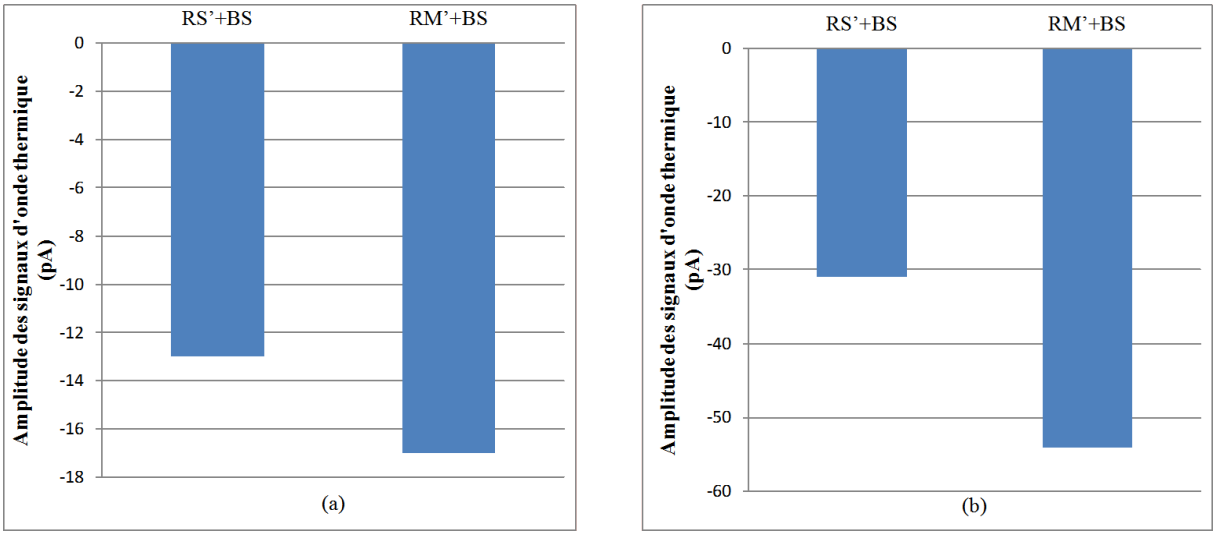


Figure 62 : Amplitude des signaux MOT (10 kV-45°C) - (a) plaques et (b) barres

Après ce conditionnement, on observe la même tendance sur plaques et sur barres avec une quantité de charges accumulées plus importante dans le prototype imprégné avec la résine modifiée. Les amplitudes des signaux sont plus élevées pour les barres que pour les plaques, à cause de la plus faible capacité électrique de ces dernières. Nous rappelons que l'amplitude des signaux d'onde thermique est proportionnelle à la capacité des échantillons.

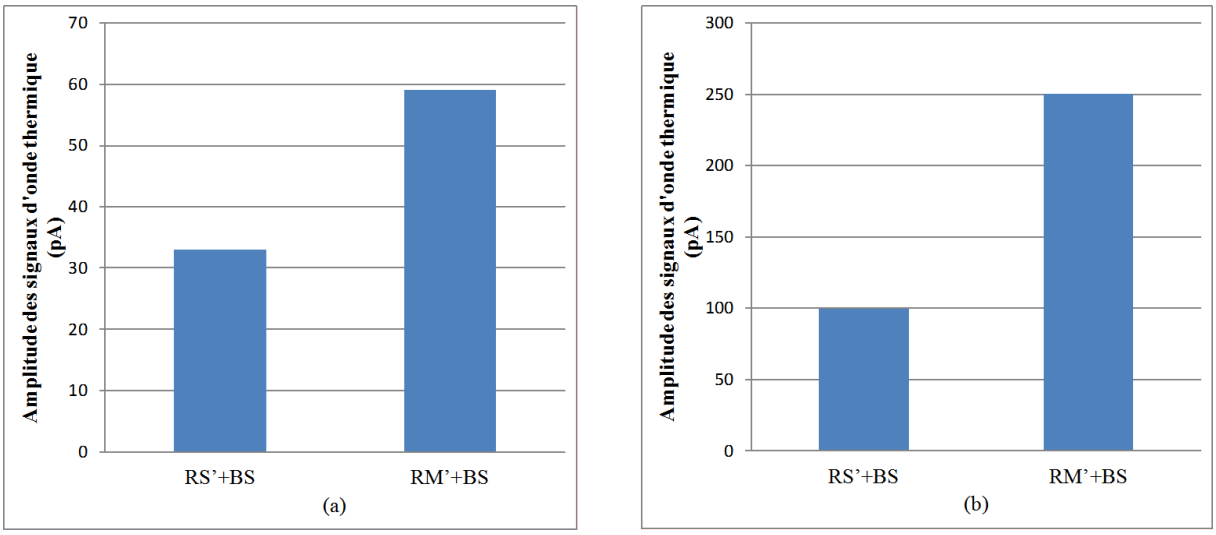


Figure 63 : Amplitude des signaux MOT (10 kV-100°C) - (a) plaques et (b) barres

Après le conditionnement électrique à 100 °C (Figure 63), nous observons à nouveau les mêmes tendances des signaux obtenus sur plaques et sur barres. Cependant, on constate une inversion de signe entre les signaux obtenus à 45 °C et ceux obtenus à 100 °C. Ce changement de signe est lié à un changement de phénomène dominant dans le matériau ; caractéristique par exemple du passage d'un phénomène dominant de polarisation à 45 °C vers un phénomène dominant d'injection à 100 °C. Ici encore, le prototype imprégné avec la résine modifiée accumule plus de charges que celui de référence.

Ces résultats ont permis de confirmer une bonne adéquation quand à l'accumulation des charges d'espace quelle que soit la configuration des prototypes rubanés sous forme de plaques ou de barres [CAS 97]. L'étude qui suit a donc été réalisée sur échantillons plans pour des commodités expérimentales.

3.3.3.2.3. CARACTÉRISATION DES PROTOTYPES RUBANÉS SOUS FORME DE PLAQUES

Cette étude porte sur l'analyse des propriétés électriques et thermiques des prototypes rubanés détaillés dans le Tableau 10.

Les propriétés thermiques des plaques rubanées ont été étudiées à travers des mesures de conductivité thermique et de température de transition vitreuse. Les différentes valeurs obtenues sont présentées dans le tableau ci-après.

Référence	*Conductivité thermique (W/m.K)*
RS+BS (Ref)	*0,30*
RS+BM-nSiO$_2$	*0,31*
RS+BM-nSiO$_2$-BN	*0,37*
RM+BS	*0,31*
RM+BM-nSiO$_2$	*0,30*
RM+BM-nSiO$_2$-BN	*0,37*

Tableau 12 : Résultats des caractérisations thermiques des plaques rubanées

Les valeurs de conductivité thermique relevées sur les plaques rubanées ne paraissent pas affectées par l'utilisation de la résine modifiée (ou non) pour imprégner une bande modifiée (ou non) par l'ajout d'une couche de nanoparticules de SiO_2. Par contre, la conductivité thermique augmente significativement (23 %) lorsqu'on utilise une bande modifiée par une couche de nanoparticules de SiO_2 superposée d'une couche de particules de BN.

Les propriétés électriques ont été obtenues à partir des mesures de charges d'espace et d'endurance en tension.

Les résultats des mesures de charges d'espace obtenus à l'issue du conditionnement sous 10 kV-100°C sont présentés dans la Figure 64.

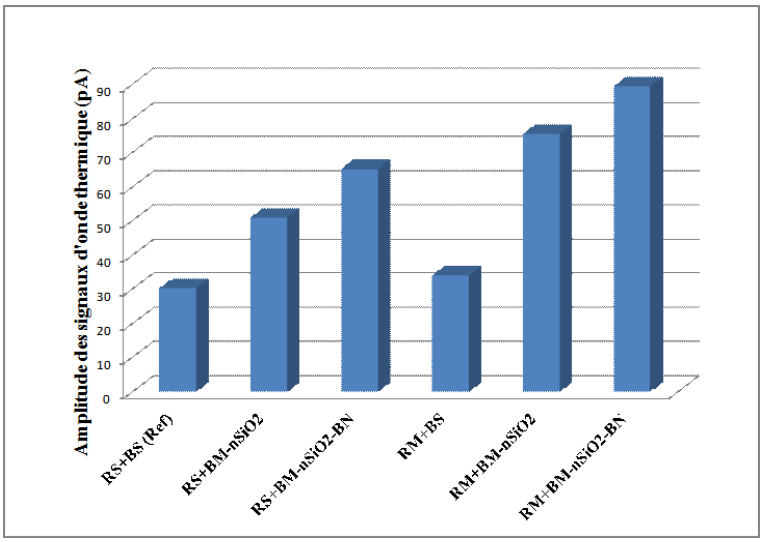


Figure 64 : Amplitude des signaux d'onde thermique

Nous observons Figure 64 que les plaques rubanées à partir de rubans standards imprégnés de résine modifiée (RM+BS) (ou non (RS+BS)) accumulent moins de charges d'espace que les plaques rubanées à l'aide des différents rubans modifiés. La modification du ruban n'apporte donc pas d'amélioration quant à l'accumulation des charges d'espace. Si nous nous référons aux résultats des mesures d'endurance en tension, réalisées par la société Alstom sur les barres prototypes, à partir desquelles ont été prélevées les plaques rubanées, nous observons Tableau 13 que, pour une même résine d'imprégnation, plus la charge accumulée est faible, plus la durée de tenue en tension (endurance) est élevée.

Référence	*Temps pour lequel 63,2% de la population est défaillante*	*Amplitude signaux MOT*
RS+BS (Ref)	*63 h → 73 h*	*30 pA*
RS+BM-nSiO$_2$	*42 h → 47 h*	*50 pA*
RS+BM-nSiO$_2$-BN	*9 h → 11 h*	*65 pA*
RM+BS	*132 h → 139 h*	*34 pA*
RM+BM-nSiO$_2$	*50 h → 56 h*	*75 pA*
RM+BM-nSiO$_2$-BN	*17 h → 19 h*	*89 pA*

Tableau 13 : Synthèse des résultats d'endurance en tension et de charges d'espace

Ces tests d'endurance en tension ont été effectués sous une tension de 38 kV et sur 10 barres rubanées identiques pour chaque référence. La valeur du temps de défaillance avancée correspond au temps nécessaire pour que 63,2 % des échantillons aient subi une rupture diélectrique. Le Tableau présente une synthèse des résultats d'endurance en tension et des amplitudes de signaux d'onde thermique.

Les données collectées par ces tests d'endurance en tension montrent que, pour un même ruban, les prototypes imprégnés avec la résine modifiée présentent une espérance de vie plus longue.

3.3.3.2.4. Discussion sur les propriétés des prototypes « rubanés »

L'étude réalisée sur les plaques rubanées a montré que la modification du ruban par une couche de particules de BN pouvait améliorer les propriétés thermiques (augmentation significative de la conductivité thermique de 23%) par rapport au ruban standard, quelle que soit la résine utilisée. Par contre, les propriétés électriques se sont vues dégradées dans ces conditions à travers une plus forte quantité de charges d'espace accumulées et une plus faible endurance en tension.

L'étude réalisée sur les barres rubanées a montré que les barres imprégnées avec la résine modifiée ne voyaient pas leur propriété en termes d'accumulation de charges d'espace améliorée, contrairement à ce qui avait été observé lors de l'étude des résines seules. Pour espérer relever une amélioration, il sera nécessaire d'optimiser le processus de réalisation de l'isolation des barres rubanées (imprégnation et polymérisation) et surtout se préoccuper des problèmes de viscosité des résines modifiées. En effet, une résine présentant une viscosité trop importante peut difficilement migrer au cœur du ruban.

Une fois ces optimisations effectuées et ces problèmes résolus, et étant donné que la même tendance a été observée entre les mesures de charges d'espace réalisées sur plaques et sur barres, il pourra être envisagé à l'avenir de caractériser directement les prototypes sous forme de barres.

3.3.4. Conclusion

L'ensemble des résultats obtenus sur les résines d'imprégnation puis sur les prototypes industriels réalisés à partir de ces résines modifiées et des rubans modifiés a laissé présager des augmentations des performances électriques et thermiques des isolations statoriques d'alternateurs de puissance.

Cependant, il a été montré que certaines optimisations devaient être apportées pour atteindre un gain à la fois sur les propriétés électriques et thermiques.

Les optimisations ont été prises en considération en conservant l'association de couches de résine contenant des nanoparticules de SiO_2 générées in-situ et contenant des particules submicroniques de BN mélangées à la résine, mais en les disposant de façon différente dans la structure. Cette nouvelle structure de bande modifiée diffère dans le sens où la couche de résine avec $nSiO_2$ a été disposée entre le tissu de verre et la feuille de mica et la couche de résine mélangée aux particules de BN a été déposée sur la feuille de mica (Figure 65). Ainsi, un nouveau prototype aux caractéristiques thermiques et électriques prometteuses a été réalisé à partir de ce nouveau ruban modifié imprégné d'une résine standard.

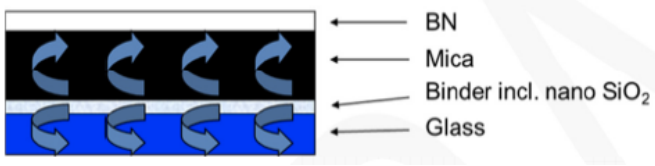


Figure 65 : Nouvelle structure d'une bande modifiée « BM-BN-$nSiO_2$ ».

Les mesures de conductivités thermiques et d'endurances en tension effectuées par la société Alstom sur ce nouveau prototype sont respectivement présentées dans les Figures 66 et 67.

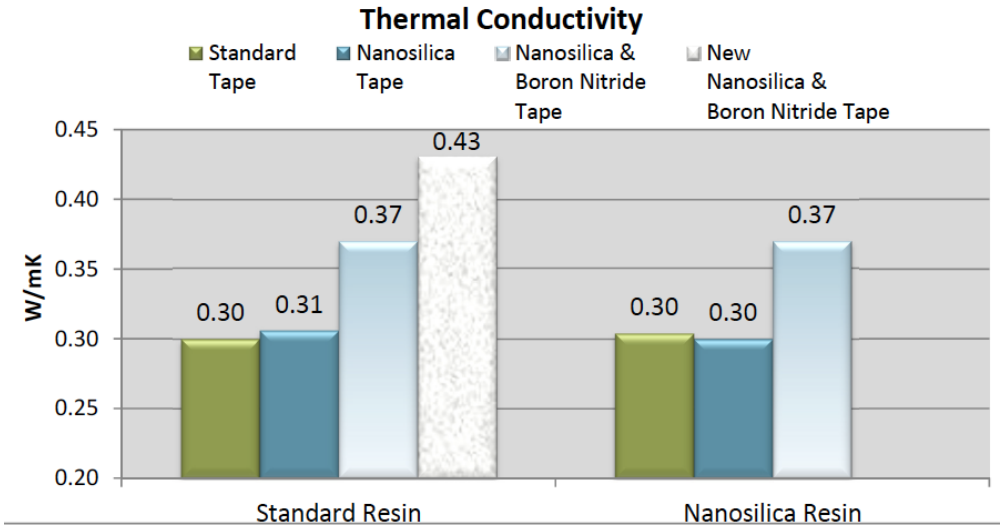


Figure 66 : Mesure de conductivité thermique sur le nouveau prototype rubané (source Alstom Power)

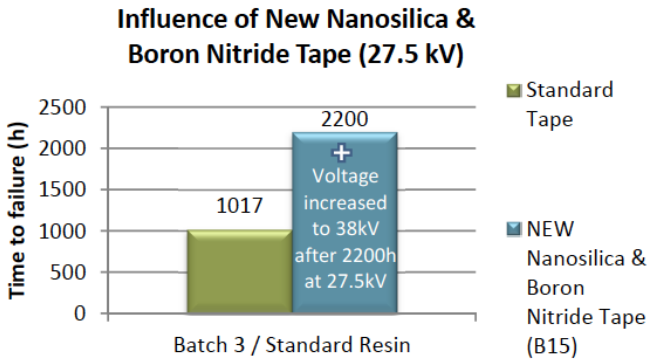


Figure 67 : Mesure d'endurance en tension sur le nouveau prototype rubané (source Alstom Power)

Les résultats de conductivité thermique montrent 43% d'augmentation et ceux d'endurance en tension révèlent une augmentation d'au moins un facteur 2 du temps de tenue sous tension par rapport au prototype rubané d'une bande standard.

Ces résultats prometteurs confirment les effets bénéfiques liés à l'utilisation des nanodiélectriques dans les isolations d'alternateurs de puissance sur les propriétés à la fois électriques et thermiques. Ces avancées technologiques contribueront ainsi à l'augmentation des performances des alternateurs de puissance de demain.

4. CONCLUSION GÉNÉRALE ET PERSPECTIVES

4.1. CONCLUSION

Mes activités de recherche ont débuté il y a presque 20 ans, lors de mes travaux de thèse dans le domaine des matériaux et des structures isolantes pour le génie électrique. J'ai alors découvert un domaine passionnant et pluridisciplinaire qui reste malheureusement peu enseigné encore aujourd'hui.

Électrotechnicien de formation, j'ai été séduit par ce domaine et ces années passées m'ont ainsi permis d'approfondir et de transmettre mes connaissances dans les composants et systèmes du génie électrique, mais également dans les matériaux isolants et leur comportement sous l'action de contraintes diverses. Nommé Maître de Conférences en 2005 au sein de l'Institut d'Électronique du Sud (IES), après une année d'ATER et 7 ans en tant que chercheur et créateur d'entreprise, je me suis investi dans mes activités de recherche dont une synthèse de l'essentiel de mes travaux est présentée dans ce mémoire.

L'équipe « Structures et Matériaux Isolants pour le Génie Électrique » du Groupe Énergie et Matériaux (GEM) effectue ses recherches sur la fiabilité des matériaux isolants solides, des composants et des structures utilisés en Génie Électrique. L'amélioration de la fiabilité des isolants dans les composants et systèmes passe par la compréhension des divers phénomènes de dégradation ou de vieillissement pouvant conduire à la rupture diélectrique. Les techniques d'études développées par l'équipe permettent, sur un plan fondamental, de mieux comprendre l'origine des charges d'espace, leur évolution dans le temps et ainsi d'établir le lien avec la rupture diélectrique. Sur un plan pratique, les fortes et étroites relations avec le monde industriel du génie électrique que nous avons pu tisser et maintenir, permettent d'optimiser les structures et de choisir les matériaux les mieux adaptés à leurs conditions spécifiques d'utilisation.

Les projets scientifiques dans lesquels je me suis investi s'orientent suivant deux principaux axes de recherche :

- Un premier axe à forte implication industrielle, très proche de l'application « câble de transport d'énergie », concerne pour l'essentiel le développement, la mise au point et le transfert technologique dans l'industrie de techniques de caractérisation de l'isolant des câbles et la compréhension des phénomènes relatif à la charge d'espace pouvant conduire à une baisse de performance dans le temps de ces isolations. Les principales évolutions des outils de caractérisation et les principaux résultats obtenus sur câbles de transport d'énergie, que ce soit pour des applications en courant alternatif ou en courant continu, sont contenus dans ce mémoire. Ils montrent pour l'essentiel que le critère charge d'espace et les techniques qui en permettent la

mesure sont aujourd'hui incontournables dans l'étude, le développement et l'utilisation des câbles de transport d'énergie.

- Le deuxième axe, plus novateur et fondamental, mais non loin des applications industrielles concernent l'utilisation des matériaux nanodiélectriques pour l'isolation des composants et systèmes du génie électrique. Les travaux menés dans cet axe traitent essentiellement de la caractérisation électrique et thermique de ces matériaux innovants avec comme principale préoccupation leur faculté à accumuler ou écouler les charges d'espace mais également leur faculté à dissiper les calories. Ces différentes caractérisations, dont un résumé est présenté dans ce mémoire, ont fortement contribué au développement et au design de matériaux nanodiélectriques innovants pour les « câbles de transport d'énergie » et les « alternateurs de puissance » du futur.

L'ensemble des travaux principalement menés au travers de ces deux axes de recherche a donné lieu, entre autres, à 46 contrats de recherche pour l'essentiel en relation avec l'industrie, à la publication de 20 articles de revues internationales à comité de lecture, à 2 articles de revues nationales à comité de lecture, à 4 chapitres d'ouvrages collectifs, à 3 brochures techniques internationales, à 1 brevet d'invention, à 69 communications dans des conférences internationales, à 7 conférences internationales invitées et à 11 communications en congrès nationaux soumis à lectures et actes, ainsi qu'à l'encadrement ou co-encadrement de 19 DEA/DESS/Master et 5 thèses de doctorat (dont 3 soutenues).

4.2. PERSPECTIVES

Mes principaux projets de recherche et les perspectives qui leur sont associées se situent dans la continuité des activités qui ont été présentées dans la deuxième partie de ce mémoire.

A court et moyen terme

Pour répondre aux besoins croissants en matière de caractérisation des matériaux isolants, composants et systèmes du génie électrique et aux problématiques soulevées par le monde industriel liées aux avancées technologiques de plus en plus performantes, mes projets s'orientent vers deux développements d'outils de caractérisation :

- Le premier s'inscrit dans la suite du système de mesure de champ électrique dans l'isolation des câbles de transport d'énergie aux dimensions réduites en courant continu, déjà installé en 2000 dans la société Nexans à Calais, et concerne le développement, la mise au point et l'installation d'un système de mesure de champ dédié aux câbles en grandeurs réelles dits « Full size ». En effet, ce projet en cours d'exécution et mené en collaboration avec la société Nexans de Calais, concerne le développement du câble de transport d'énergie pour la liaison haute tension courant continu (HTCC) France-Italie. Il s'agit de mettre en place un essai de type correspondant aux

préconisations du Conseil International des Grandes Réseaux Électriques (CIGRE), dans lequel il est demandé de suivre l'évolution de la charge d'espace dans le temps. Ainsi, un câble présentant 27 mm d'épaisseur d'isolant et une section de conducteur en cuivre de 2500 mm2 pourra être caractérisé au travers des mesures de charges d'espace sous une tension appliquée pouvant atteindre 1,45 fois sa tension nominale, soit 464 kV. Ces liaisons hautes tensions en courant continu étant destinées à relier des stations de conversion utilisant l'électronique de puissance, la société Alstom Grid à Stafford (GB) qui fabrique ces stations de conversion, nous a demandé de développer un système semblable à celui de la société Nexans afin d'étudier le comportement diélectrique de ces liaisons lorsque la source d'alimentation n'est pas parfaitement continue et contient des harmoniques. Ainsi, l'impact des distorsions et des variations de la tension de la source sur l'isolation des câbles pourra être considéré et évalué. Ces deux projets d'envergure, mettant en jeu d'importants moyens, humains, matériels et financiers, constituent une première mondiale dans le domaine.

- Le second concerne le développement de systèmes de mesures de charges d'espace non destructifs à haute résolution et forte sensibilité. Ces systèmes ouvrent de nombreuses perspectives notamment pour l'analyse des matériaux de faibles épaisseurs mais aussi pour l'analyse des interfaces. En effet, sont concernés les composants de la micro-électronique et plus généralement tout les systèmes isolants en contact avec un conducteur, les accessoires pour la haute tension qui nécessitent la présence d'au minimum deux matériaux isolants de natures différentes, les matériaux isolants composites (multi-couches) et d'un point de vue plus novateur les matériaux isolants nanodiélectriques pour lesquels l'interface joue un rôle essentiel dans leur comportement électrique. Ce développement nécessite des compétences pluridisciplinaires dans les domaines de l'instrumentation, de la thermique, de l'analyse mathématique, du traitement du signal et bien entendu de la physique des matériaux. Plusieurs projets sont déjà en cours d'exécution ou en phase de lancement comme notamment une thèse avec la société Nexans à Lyon (Nexans Research Center) qui sera suivie d'un transfert technologique du système haute résolution développé, et une demande de financement ANR déposée en relation avec l'Ecole Supérieure de Physique et de Chimie Industrielle de Paris et le laboratoire Laplace de Toulouse.

La volonté actuelle de développer et exploiter au mieux les différentes sources d'énergies renouvelables pousse les acteurs du secteur énergétique à étudier le transit de puissance en courant continu. L'utilisation de câbles synthétiques en polyéthylène réticulé dans la réalisation d'interconnexion à courant continu permet un gain en transit de l'ordre de 8% par rapport à une technologie en papier imprégné. Des études sont actuellement menées pour comprendre les cinétiques de dégradation dans le temps des isolants synthétiques soumis à une contrainte électrique continue. Cette problématique a été largement étudiée en régime alternatif (AC), un peu moins lorsque ceux-ci sont utilisés en courant continu (CC).

En effet, de par la sollicitation électrique constante soumise à l'isolation des câbles HTCC, le renforcement de champ local lié à la présence de charges d'espace, peut engendrer une accélération du vieillissement. De plus, la résistivité électrique de l'isolant en courant continu dépend fortement de la température du champ électrique et de la température. Ainsi, la combinaison des gradients électriques et thermiques appliqués à l'isolation des câbles conduit à une modification de la distribution du champ électrique dans l'isolant. Il est donc indispensable d'étudier les mécanismes de vieillissement des isolants sous contraintes continues et de générer une loi de vieillissement qui prend en compte l'influence des phénomènes tels que les charges d'espace, la température ou encore le champ électrique. Ces travaux font l'objet de la thèse d'**Aurélien HASCOAT** en contrat CIFRE avec EDF en collaboration avec les sociétés RTE et Borealis.

A plus long terme

Étudier et modéliser le comportement des « nouveaux » matériaux, composants et systèmes isolants destinés aux applications électrotechniques du futur. Ce domaine relativement vaste concerne :

- Les réseaux haute tension à courant continu (HTCC) qui mettent en jeu des moyens de transport d'énergie tels que les câbles isolés mais aussi des « accessoires » comme les disjoncteurs, les jonctions, les extrémités. Les puissances de plus en plus importantes à transiter qui induisent des tensions de plus en plus élevées (plusieurs centaines de kiloVolts) mais aussi de très forts courants. L'association de ces contraintes « sévères », tant sur le plan électrique que thermique nécessite des développements de matériaux innovants de plus en plus performants. Ces matériaux requièrent des caractéristiques combinées comme une bonne tenue au champ électrique avec une faible accumulation des charges d'espace et une bonne dissipation de la chaleur.
- Parmi ces matériaux « innovants », nous retrouvons le concept « nanodiélectrique » dont les bienfaits dans le monde du génie électrique ont déjà été discutés dans les travaux présentés dans ce mémoire mais également à travers les nombreux travaux de notre communauté scientifique. Cependant, étant donné la complexité des ces matériaux puisque l'ajout de nanoparticules agit directement sur la structure même du matériau, les procédés de mise en œuvre qui évoluent sans cesse (mélange, croissance in-situ, sol-gels, colloïdes …), l'émergence de nouvelles particules aux propriétés plus ou moins bien maîtrisées, il est nécessaire d'approfondir leur analyse afin de bien comprendre les phénomènes diélectriques présents dans ces matériaux. La maîtrise de ces phénomènes doit passer par la compréhension des phénomènes d'interfaces en lien étroit avec le projet de développement à court terme d'un équipement de mesures à haute résolution et forte sensibilité. Le but étant de contribuer au développement et à l'optimisation de ces nouveaux matériaux « nanodiélectriques » à travers leur caractérisation et assurer l'interface entre leur synthèse et leur utilisation.

L'ensemble de ces projets devrait s'inscrire en partie dans les actions de l'Institut d'Excellence sur les Energies Décarbonées « IEED » intitulé « Supergrid » dédié aux réseaux de transport électrique du futur, qui vient de démarrer cette année et s'étale sur les dix prochaines années pour un budget de plusieurs dizaines de millions d'Euros dans sa totalité.

Le marché mondial du Supergrid est un marché en croissance estimé à plus de 15 milliards d'euros par an à l'horizon 2020. Il est composé de systèmes électrotechniques des réseaux, de systèmes de gestion des flux d'énergie et de câbles de transport.

Cet institut a pour objectif de développer les technologies pour le Supergrid, à savoir les futurs réseaux de transport de l'énergie électrique, utilisant du courant continu et du courant alternatif à fortes tensions (de l'ordre d'un million de volts), conçus pour acheminer à grande-échelle de l'énergie produite par des sources renouvelables éloignées des centres de consommation, dont une partie significative se trouve en mer (off-shore), et qui permettront en lien avec des moyens de stockage flexibles, de gérer le caractère intermittent des énergies renouvelables et d'assurer la stabilité et la sécurité du réseau. Parmi les porteurs du projet, on retrouve des acteurs académiques comme le CNRS, le laboratoire Ampère et des industriels comme Nexans, Alstom, EDF, RTE, avec qui nous collaborons au travers de nos activités de recherche. Nous devrions intégrer le quatrième programme, parmi les cinq proposés, qui traitera des câbles, notamment pour les liaisons sous-marines et des nanomatériaux conducteurs et isolants.

5. BIBLIOGRAPHIE

[ABO 91] M. Abou Dakka, Mesures de charges d'espace dans divers polymères par la méthode de l'onde thermique, Thèse de Doctorat, Université Montpellier 2, France, 1991

[AGN 01] S. Agnel, P. Notingher jr, A. Toureille, Space charge measurements on power cable length, Proceedings ICSD'01 (Eindhoven, The Netherlands), pp. 390-395, 2001

[ALA 97] B. Aladenize, R. Coelho, F. Guillaumond, P. Mirebeau, On the intrinsic space charge in a power cable, Journal of Electrostatics, 39, pp 235-251, 1997

[ALQ 81] C. Alquie, G. Dreyfus, J. Lewiner, Stress-wave probing of electric field distributions in dielectrics, Phys. Rev. Lett., Vol. 47, No. 20, pp 1983-1987, 1981

[BAN 12] L. Banet, Étude des propriétés diélectriques de matériaux nanocomposites innovants. Application à l'isolation des alternateurs de puissance du futur, Thèse de Doctorat, Université Montpellier 2, France, 2012

[BOD 06] R. Bodega, Space charge accumulation in polymeric HVDC cable systems, Ph.D. Thesis, Delft University, The Netherlands, 2006

[CAS 95] J. Castellon, S. Malrieu, Radial and angular study of XLPE in HV cables by the thermal step method / Étude radiale et angulaire du PRC dans les câbles H.T par la méthode de l'onde thermique, Revue des Électriciens et des Électroniciens (REE), Hors série "Spécial câbles et isolants", pp 91-95, 1996

[CAS 97] J. Castellon, Application des mesures de charges d'espace à la caractérisation de composants et matériaux composites industriels isolants, Thèse de Doctorat, Université Montpellier 2, France, 1997

[CAS 03] J. Castellon, S. Malrieu, P. Notingher Jr, A. Toureille, J. Becker, P.M. Dejean, H. Janah, J.C. Verite, On site TSM measurements on HV cable loops as part of the Artemis project, Proceedings JiCable'2003, pp 714-715, 2003

[CAS 05] J. Castellon, P. Notingher Jr, S. Agnel, A. Toureille, J. Matallana, H. Janah, P. Mirebeau and D. Sy, Industrial Installation for Voltage-on Space Charge Measurements in HVDC cables, Conference record 40th IEEE IAS Annual Meeting, Vol. 2, pp. 1112-1118, 2005

[CAS 10] J. Castellon, L. Banet, I. Preda, S. Agnel, A. Toureille, M. Fréchette, E. David, S. Abdelkhalek, Space charge measurements on polymer nanocomposite HDPE/SiO2 materials, IEEE Proceedings of CEIDP 2010, West Lafayette (USA), CD-Rom proceedings

[CAS 11a] J. Castellon, L. Banet, I. Preda, S. Agnel, A. Toureille, E. David, A. Sami, M. Frechette, Dielectric properties analysis of HDPE/SiO2 nanodielectric materials for future cable insulation, 8th International Conference on Insulated Power Cables (JICABLE 2011), Versailles, France, juin 2011, pp 92-96, 2011.

[CAS 11b] J. Castellon, H.N. Nguyen, S. Agnel; A. Toureille, M. Frechette, S. Savoie , A. Krivda, L.E. Schmidt, Electrical properties analysis of micro and nano composite epoxy resin materials, IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 18, No. 3, pp. 651-658, 2011.

[CAS 13] J. Castellon, P. Notingher Jr., S. Agnel, M. Plopeanu, L. Boyer, P. Mirebeau, M. Gardelein, F. Perrot, C. Green, M. Fu, Space charge measurement system for full size HVDC cables based on the Thermal Step Method, 18th International Symposium on High Voltage Engineering, Seoul, Korea, to be published in August 25-30, 2013

[CER 08] A. Cernomorcenco, P. Notingher Jr, Application of the Thermal Step Method to Space Charge Measurements in Inhomogeneous Solid Insulating Structures: A Theoretical Approach, Applied Physics Letters 93, 192903, 2008

[CIG 12] TB 496, Cigre SC B1, Recommendations for Testing DC Extruded Cable Systems for Power Transmission at a Rated Voltage up to 500 kV, Technical Brochure Cigre Ref. 496, 36 pages, 2012

[COL 76] R.E. Collins, Analysis of spatial distribution of charges and dipoles in electrets by a transient heating, J. Appl. Phys., Vol. 47, No. 11, pp 4804-4808, 1976

[DAV 11] E. David, A. Sami, H. Couderc, M. Fréchette, Dielectric response of polyethylene loaded with nanoparticles of SiO_2, Proceedings JiCable'11, paper C.5.5., pp. 102-105, 2011

[DER 78] A. De Reggi, C.M. Guttman, F.I. Mopsik, G.T. Davis, M. Broadhurst, Determination of charge polarization distribution accross polymer electrets by the thermal pulse method and Fourier analysis, Phys. Rev. Lett., Vol. 40 n° 6, pp. 413-416, 1978.

[DID 04] N. Didon, Dynamique du développement des charges d'espace dans les isolants synthétiques sous champ électrique et gradient de température, Thèse de Doctorat, Université Montpellier 2, France, 2004

[DID 06] N. Didon, S. Agnel, J. Castellon, P. Notingher jr., A. Toureille, J. Matallana, H. Janah, P. Mirebeau, R. Coelho, Distribution du champ électrique sous haute tension continue et gradient de température dans le diélectrique des câbles extrudés, Journal of Electrostatics, Vol. 64, pp. 456-460, 2006

[EOL 75] C.K. Eoll, Theory of stress distribution in insulation of high voltage DC cables, part 1, IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, 10 (1), pp. 27-35, 1975

[FRE 01] M.F. Fréchette, M. Trudeau, H.D. Alamdari, S. Boily, Introductory remarks on nanodielectrics, IEEE Conf. Electr. Insul. Dielectr. Phenomena (CEIDP), Kitchener, Canada, pp. 92-99, 2001

[FRE 08] M.F. Frechette, K. Cole, J. Castellon, G. Platbrood, R.Y. Larocque, M. Trudeau, R. Veillette, R. Rioux, S. Pelissou, s. Besner, M. Javan, M.T. Ton That, D. Desgagnés, S. Agnel, A. Toureille, Nanostructured polymer microcomposites: a distinctive class of insulating materials, IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 15, N°1, pp 90-105, 2008

[FU 13] M. Fu, F. Perrot, C. Green, S. Dood, J. Fothergill, J. Castellon, P. Notingher Jr., P. Mirebeau, D. Dubois, L. Boyer, H. Tanaka, H. Niinobe, HVDC cables during a long-term ageing program, Insucon 2013, Birmingham (UK), to be published in may 29-31, 2013

[FUK 98] K. Fukunaga, T. Maeno, Y. Hashimoto, K. Suzuki, Space charge formation at the interface between a charge transport layer and a polyester film, IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 5 n° 2, pp 276-280, 1998

[HAA 98] V. Haas, C. Scouarnec, J.L. Franceschi, Modélisation des charges d'espace dans les isolants solides par une analyse spectrale, Eur. Phys. J. Appl. Phys., 1, pp 27-34, 1998

[IMA 02] T.Imai, Y. Hirano, H. Hirai, S. Kojima, T. Shimizu, Preparation and properties of epoxy-organically modified layered silicate nanocomposites, Conference record IEEE ISEI, pp. 379-383, 2002

[JAN 03] H. Janah, J. Matallana, D. Sy, P. Mirebeau, HVDC extruded cables: testing of cable systems aiming at VSC or LCC applications, Proceedings of the 6th International Conference on Insulated Power Cables, Proceedings JiCable'03, Paper A.7.5., pp 223-228, 2003

[KRI 12] A. Krivda, T. Tanaka, M. Frechette, T. Andritsch, M. Anglhuber, J. Castellon, D. Fabiani, R. Gorur, S. Gubanski, J. Kindersberger, G. Iyer, G.C. Montanari, P. Morshuis, S. Pelissou, L.E. Schmidt, J. Seiler, Y. Tanaka, A.S. Vaughan, Characterization of Epoxy Micro and Nano Composite Materials for Power Engineering Applications, IEEE Electrical Insulation Magazine, Vol.28, N°2, pp 38-51, 2012

[LAN 86] 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, J. Appl. Phys., Vol. 59, No. 6, 1986

[LAU 77] P. Laurenceau, G. Dreyfus, J. Lewiner, New principle for the determination of potential distributions in dielectrics, Phys. Rev. Lett., Vol. 38, No. 1, pp 46-49, 1977

[LAU 03] C. Laurent, A. Campus and co-authors, Evaluation and modeling of thermo-electrical ageing of XLPE insulated power cables: the ARTEMIS outcome, Proceedings JiCable'03, Paper B.7.5, pp. 525-530, 2003

[LEW 94] T.J. Lewis, Nanometric Dielectrics, Transaction on Dielectrics and Electrical Insulation, vol.1, n° 5, pp. 812-825, 1994

[MAE 88] T. Maeno, T. Futami, H. Kuside, T. Takada, C.M. Cooke, Measurement of spatial charge distribution in thick dielectrics using the pulsed electroacoustic method, IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 23, No. 3, pp 433-439, 1988

[MAR 03] S. Maruyama, N. Ishi, T. Yamanaka, T. Kimura, H. Tanaka, Development of 500 kV DC XLPE cable system and its pre-qualification test, Proceedings of Jicable'03, Paper A.7.2, pp. 232-237, 2003

[MAT 01] J. Matallana, Etude des propriétés de transport et de charge d'espace d'un nouveau matériau à base de polyéthylène pour l'isolation des câbles haute tension à courant continu, Thèse de Doctorat, Université Montpellier 2, 2001

[MAT 07] J. Matallana, H. Janah, P. Mirebeau, B. Sanden, J. Castellon, S. Agnel, P. Notingher Jr., A. Toureille, Evolution of Space Charge and Internal Electric Field Distributions In HVDC Cable Under Long Term Testing, Proceedings of Jicable'07, pp. 232-237, 2007

[MAZ 99] G. Mazzanti, G.C. Montanari, L.A. Dissado, A Space-charge life model for the ac electrical ageing of polymers, IEEE Trans. on Dielectrics and Electrical Insulation 6 (6), pp. 864-875, 1999

[MUR 96] T. Muronaka, Y. Tanaka, T. Takada, S. Maruyama, H. Mutou, Measurement of space charge distribution in XLPE cable using PEA system with flat electrode, 1996 IEEE Annual Report, CEIDP, San Francisco, pp 266-269, 1996

[NEL 02] J.K. Nelson, J.C. Fothergill, L.A. Dissado, W. Peasgood, Towards an Understanding of Nanometric Dielectrics, IEEE Conf. Electr. Insul. Dielectr. Phenomena (CEIDP), Cancun, Mexico, pp. 295-298, 2002

[NOT 01a] P. Notingher Jr, S. Agnel, A. Toureille, The Thermal Step Method for Space Charge Measurement under Applied dc Field, IEEE TDEI, Vol. 8, N°6, pp 985-994, 2001

[NOT 01b] P. Notingher Jr, A. Toureille, J. Santana, L. Martinotto, M. Albertini, Study of Space Charge Accumulation in Polyefins Submitted to ac Stress, IEEE TDEI, Vol. 8, N°6, pp 972-984, 2001

[NOT 03] P. Notingher Jr., A. Toureille, S. Agnel, N. Didon, J. Castellon, S. Malrieu, Survey of space charge evolution in high voltage cables submitted to AC voltage as part of the Artemis project, Proceedings JiCable'03, Paper B.6.1, pp. 468-472, 2003

[NOT 09] P. Notingher Jr, A. Toureille, S. Agnel, J. Castellon, Determination of electric field and space charge in the insulation of power cables with the thermal step method and a new mathematical processing, IEEE Trans on Industrial Applications, Vol. 45, No. 1, 67-74, 2009

[NOT 11] P. Notingher Jr, Contribution à l'étude des charges électriques dans les milieux diélectriques solides, Habilitation à Diriger les Recherches, Université Montpellier 2, France, 2011

[ODI 00] F. Odiot, Mesures de charges d'espace dans le SiO_2 par la méthode de l'onde thermique : application aux technologies MOS, Thèse de Doctorat, Université Montpellier 2, France, 2000

[PAR 12] J.J. Park, Ac Electrical Breakdown Characteristics of an Epoxy/Mica Composite, IEEE Transaction on Electrical and Electronic Materials, Vol. 13, No. 4, pp 200-203, 2012

[PRE 12] I. Preda , J. Castellon, H. Couderc M. Frechette S. Savoie F. Gao , R. Nigmatullin , S.Thompson , AF. Vaessen, Dielectric Response of Various Partially Cured Epoxy Nanocomposites, IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, accepté à paraître, 2013

[REA 11a] M. Reading, A.S. Vaughan, P.L. Lewin, An investigation into improving the breakdown strength and thermal conduction of an epoxy system using boron nitride, IEEE Proceedings of CEIDP 2011, pp. 635-639, 2011

[REA 11b] M. Reading, Z. Xu, The effect of sample thickness on the relative breakdown strength of epoxy systems, At Dielectrics 2011, University of Kent, UK, 13-15 April, 2011

[SAB 91] A. Sabir, Sur une nouvelle méthode de mesure des charges d'espace dans les câbles haute tension, Thèse de Doctorat, Université Montpellier 2, France, 1991

[SAM 09] A. Sami, E. David and M. Fréchette, Dielectric Characterization of High Density Polyethylene/SiO_2 Nanocomposites, Annual report of the CEIDP 2009, pp. 689-692, 2009

[SAN 94] J. Santana, Mesures de charges d'espace dans les câbles de transport de l'énergie électrique, Thèse de Doctorat, Université Montpellier 2, France, 1994

[SES 82] G.M. Sessler, J.E. West, G. Gerhard, High-resolution laser-pulse method for measuring charge distributions in dielectrics , Phys. Rev. Lett., Vol. 48 No. 8, pp 563-566, 1982

[TAN 73] T. Tanaka, Optical Absorption and Electrical Conduction in Polyethylene, Journal of Applied Physics, Vol. 44, N°5, pp. 2430-2432, 1973

[TAN 04] T. Tanaka, G.C. Montanari, R. Muelhaupt, Polymer nanocomposites as dielectrics and electrical Insulation—perspectives for processing technologies, IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 11, No. 3, pp 763-784, 2004

[TAN 11] T. Tanaka, A. Bulinski, J. Castellon, M. Frechette, S. Gubanski, J. Kindersberger, G.C. Montanari, M. Nagao, P. Morshuis, Y. Tanaka, S. Pelissou, A.S. Vaughan, Y. Ohki, C.W. Reed, S. Sutton, Dielectric Properties of XLPE/SiO2 Nanocomposites Based on CIGRE WG D1.24 Cooperative Test Results, IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, Vol. 18, No. 5, pp. 1484-1517, 2011.

[TOU 74] A. Toureille, Sur les phénomènes de conduction à champ électrique élevé dans les hauts polymères, Thèse d'état, Université des sciences et techniques du Languedoc, 1974

[TOU 76] A. Toureille, High field conduction and oscillations in polymers, J. Appl. Phys., Vol. 47, pp. 2961-2965, 1976

[TOU 87] A. Toureille, Sur une méthode de détermination de la densité de charges d'espace dans le polyéthylène, JICABLE 87, pp 89-103, 1987

[TOU 91a] A. Toureille, J.P. Reboul, P. Merle, Détermination des densités de charge d'espace dans les isolants solides par la méthode de l'onde thermique, J. Phys. III France, n° 1, pp. 111-123, 1991

[TOU 91b] A. Toureille, Détermination des charges d'espace dans les isolants solides par la méthode de l'onde thermique, Revue Générale d'Électricité, No. 8, pp 15-20, 1991

[TOU 07] A. Toureille, S. Agnel, P. Notingher Jr, J. Castellon, La méthode de l'onde thermique pour la mesure des charges d'espace, Chapitre 14 du livre « Matériaux diélectriques pour le génie électrique 1: propriétés, vieillissement et modélisation », Edition Hermès, pp. 341-377, 2007

ANNEXES

Electric Field And Space Charge Measurements in Thick Power Cable Insulation

Key Words: space charge, electric field, polymeric insulation, thermal step method, high voltage ac, high voltage dc

Jérôme Castellon, Petru Notingher, Jr., Serge Agnel, Alain Toureille
University of Montpellier 2, Montpellier, France

Jean François Brame, Pierre Mirebeau
Nexans, Calais, France

Jérôme Matallana
Nexans, Halden, Norway

The evolution of electric field and space charge in high voltage ac and dc cable polymeric insulation, followed using the thermal step method, is described.

Introduction

Quantitative evaluation of the state of power cable insulation is still a challenge, involving much academic and industrial work. Build-up of space charge within the insulation under both ac and dc conditions is one of the aging indicators used by the electrical engineering community. However, well-proven and sensitive techniques are required to obtain accurate and reproducible results. This paper deals with measurement of space charge profiles in power cable insulation under high-voltage ac (HVAC) and dc (HVDC) electrical stress (Figure 1).

Understanding the fundamental mechanisms involved in the degradation with time of the dielectric properties of cross-linked polyethylene (XLPE) cable insulation, and thus identifying the factors governing its electrical and thermal aging, are essential for predicting the long-term behaviour of new and installed high voltage cables. On the basis of correlations which have been made in the last ten years between degradation of XLPE and electric charge accumulation in its bulk (space charge) [1], [2], a European project involving industry and academic researchers was launched, with the goal of developing a diagnosis system for high voltage ac power cables [3]. The aim of the first part of the present work was to investigate space charge evolution in the insulation of cables submitted to long-term thermal and electrical ac conditioning, in order to identify potential aging markers.

This investigation was carried out using the thermal step method (TSM), a non-destructive space charge measurement technique. It involves applying a temperature step to a short-circuited insulating sample and measuring the capacitive current response (of order 10^{-12} to 10^{-9} A). The response reflects the amount of charge trapped within the insulation; and from it the internal charge distribution can be calculated. The TSM can be applied to flat specimens [2], short pieces of cable or cable loops several meters long [4], [5].

Two variants of the TSM can be used: the inner heating technique (IHT) and the outer cooling technique (OCT). The IHT, which does not require any specific preparation of the cable prior to the measurements, follows the evolution of the mean electrical state of the whole cable insulation (several meters long) in relation to applied aging electro-thermal stresses. Measurements are performed after ac aging and/or after low dc field poling (sometimes the application of a low dc field is necessary to reveal defects within the insulation). The OCT aims at a local analysis of the cable (20 to 40 cm lengths). A cooling exchanger is moved along the cable to detect possible longitudinal differ-

0883-7554/07/$25/©2009IEEE

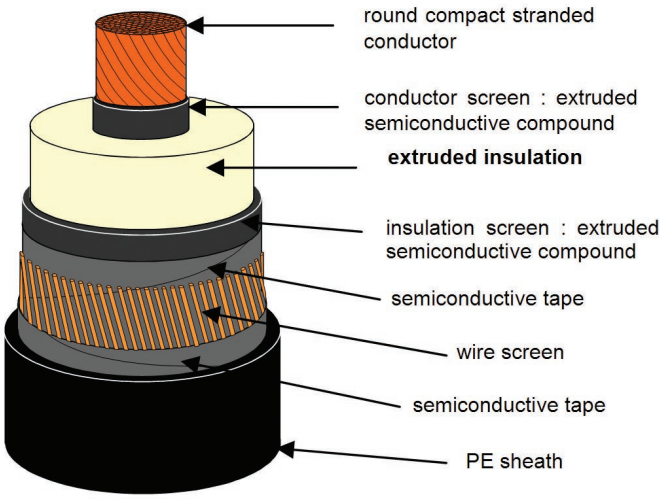


Figure 1. High-voltage cable.

ences in space charge build-up in the insulation. Thus cutting the cable into pieces is not required, and measurements can be performed without prior dc poling.

For the HVAC cable aging study, IHT measurements were regularly performed on cable loops of several meters aged for 6000 h at up to 325 kV ac (maximum stress: 31.2 kV/mm) and 90°C in industrial facilities.

The design of HVDC extruded cables is one of the most challenging issues in the cable industry. It is well established that the electric field distribution over the insulation thickness is strongly affected by space charge, which can control the cable behavior and its life expectancy. Fortunately, some calculations of the field and space charge distributions in the steady state have been published [9], [10]. They assume an intrinsic resistivity, depending on temperature and field through a Poole-Frenkel type mechanism. Such approaches are commonly used by engineers to design HVDC cables under load. However, from an R&D standpoint they are unsatisfactory for two reasons. First, the conduction mechanisms operating in the insulation under service conditions are very complex, involving charge trapping/detrapping in the insulation bulk, and injection through semiconductive screens. Second, measurements on cables under test are required to assess the various conduction mechanisms which have been proposed. This experimental approach has been widely studied by manufacturers and researchers [11]–[13]. It is the most reliable way of determining the capability of an insulation system to withstand HVDC application throughout its lifetime.

This paper describes an approach adopted by Nexans (France and Norway) and the University of Montpellier 2 to study and test newly-developed HVDC cable insulation. Long term space charge dynamics have been investigated through electric field measurements based on the thermal step method.

HVAC Power Cable Analysis Using OCT

A. Studied Samples

The samples have been taken from several hundred meters of 90 kV XLPE insulated ac power cable, with 630 mm^2 aluminium conductors and insulation thickness of 14 mm. The cable insulation and the semicon layers were manufactured from the materials currently used in commercially available high voltage cables. The cables underwent thermal and ac conditioning at temperatures of 20°C and 90°C, and at voltages of 145, 225, and 325 kV rms (corresponding to electric fields at the inner semicon of 14.1, 21.8 and 31.2 kV/mm rms). 600 mm lengths of cable were sampled at aging times between 2000 h and 10 000 h, using the thermal step method (TSM).

B. Experimental Set-Up for HVAC Cables Samples Analysis

The outer cooling technique was applied to the ac aged samples (Figure 2) [4]. The cable was short-circuited via a current amplifier, and a thermal step of –30°C was applied to the outer semicon for 200 s by circulating a cold liquid. The thermal step current was measured during cooling. The cable was then reheated for 10 min by circulating a liquid at room temperature. Each experiment was repeated three times in order to confirm the repeatability of the results. In most cases, the reproducibility was also tested by measuring two specimens for each conditioning procedure.

The thermal step was applied to the samples using a cylindrical radiator (thermal diffuser). A radiator with improved thermal transfer was designed for this purpose (Figure 2). The liquid flows directly on the external semicon. In this way the sensitivity of the measurements has been significantly increased, allowing us to measure space charge densities of ~1 mC/m^3 on 14 mm thick samples.

The capacitive thermal step current $I(t)$ (measured by the current amplifier) is generated by changes in the charge induced on the electrodes by the space charge in the sample bulk, as the thermal wave passes through the sample [14], [15]. In cylindrical geometry, it depends on the electric field distribution in the radial direction $E(r)$ [16], [17]:

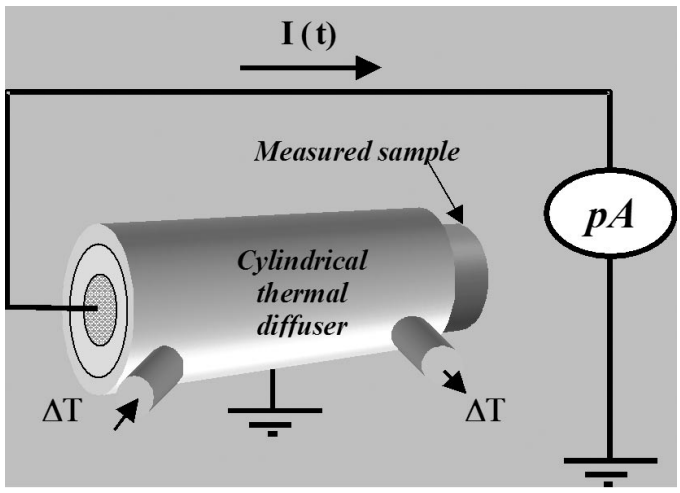


Figure 2. Principle of the TSM applied to a cable using the outer cooling technique in short-circuit conditions

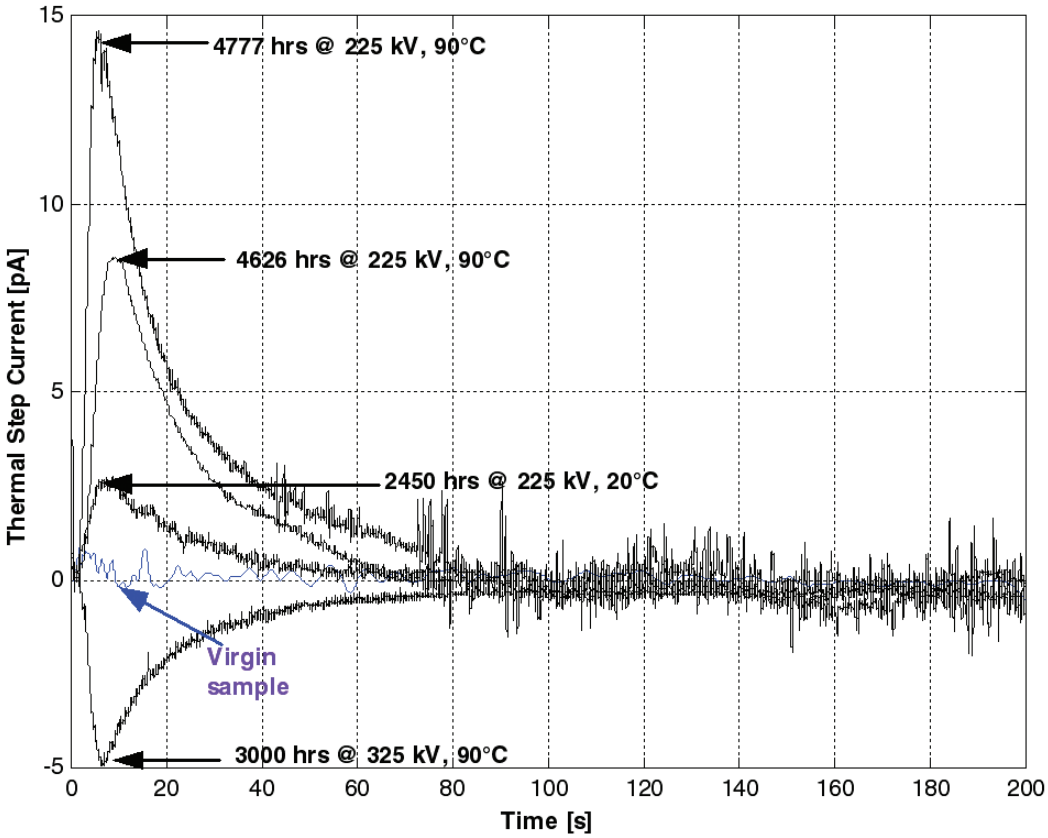


Figure 3. TS currents measured on virgin and ac-conditioned cables

$$I(t) = -\alpha\, C \int_{R_e}^{R_i} E(r)\frac{\partial \Delta T(r,t)}{\partial t}\, dr, \tag{1}$$

where $\Delta T(r, t)$ is the variation of the temperature within the cable, C is its capacitance, α is a constant of the material, and R_e and R_i are respectively the external and inner radii of the insulation. The field is related to the charge via Poisson's equation. The measured current reflects broadly the amount of charge trapped within the insulation. The electric field and space charge distributions can be obtained by solving equation (1) [18].

C. Results

Typical thermal step currents measured on virgin and ac conditioned cables are presented in Figure 3. Current peaks up to 15 pA were measured in the cables conditioned at 90°C and 225 or 325 kV.

From the measured currents we extracted by deconvolution the electric field and space charge density distributions (Figure 4). The amounts of positive and negative charge $|Q_+|$ and $|Q_-|$ were then calculated from the curves of space charge density:

$$|Q_+| = \int_{R_e}^{R_i} |\rho_+| 2\pi l r dr, \quad |Q_-| = \int_{R_e}^{R_i} |\rho_-| 2\pi l r dr. \tag{2}$$

where l is the measured length of the sample (equal to the length of the radiator, 20 cm), and ρ_+ and ρ_- are respectively the positive and negative space charge density distributions.

The absolute amount of charge $Q_{ABS} = |Q_+| + |Q_-|$ in the cables conditioned at 90°C is presented in Figure 5. The thermal step method is sensitive to the charges trapped deeply within the ca-

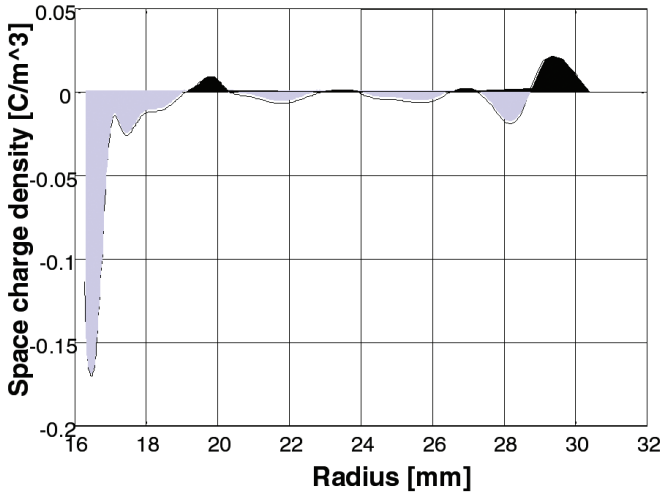


Figure 4. Typical space charge density distribution in ac-conditioned cables

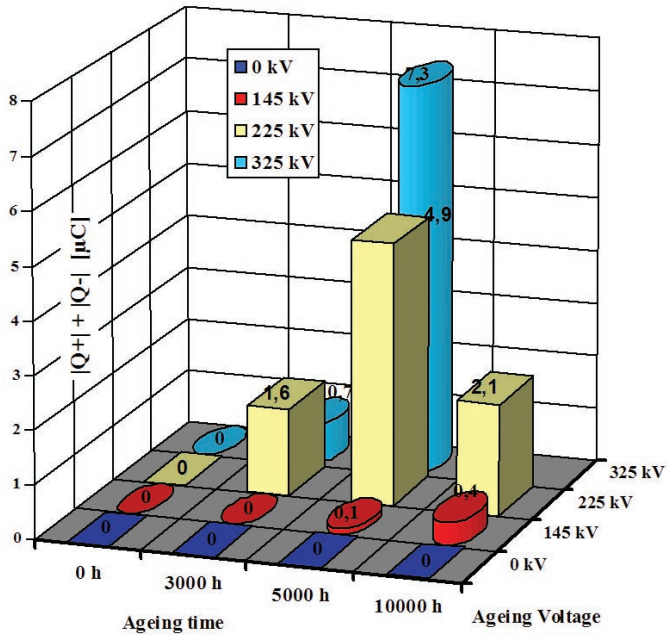


Figure 5. Absolute value of trapped charge in ac-conditioned cables at 90°C, as a function of aging time and voltage

ble insulation, that is, the charges for which the detrapping time is longer than the time needed to make the measurement. Most of the charge injected during an ac half cycle is captured in shallow traps and depleted in the next half cycle, when the applied field changes polarity. Because the measurements are made after the removal of the ac stress, the currents are unlikely to reflect this "dynamic charge." In contrast, some of the injected charges are captured in traps sufficiently deep to retain them when the ac field is removed. The charge measured by TSM is clearly associated with the charge in these deep traps (stable charge). Thus, one can expect the amplitude of the TSM current to increase as the density of deep traps increases. The depths of these traps in XLPE were estimated to be ≥ 1 eV [2]. At this energy level, the appearance of new traps can be associated with local morphological and chemical changes resulting from irreversible degradation of the polymer, e.g., chain breaks.

The evolution of the trapped charge was found to be dependent on the aging conditions. Despite limited degradation of the studied cables, an increase in the apparent concentration of deep filled traps with increasing aging time, field, and temperature was observed. This quantity seems to offer potential as an aging marker for power cable insulation.

Study of a High Voltage ac Power Cable Using the Inner Heating Technique

Measurements were carried out on 11 to 21 meter lengths of cable (14 mm insulation thickness, 630 mm² aluminium conductors), aged in industrial facilities at 325 kV ac for 6000 h. The applied electric stress near the core was 31.2 kV/mm. The aging was performed keeping the cable core at 90°C [5].

A. IHT Set-Up and Process

The experimental set up is presented in Figure 6. The thermal step is generated by a strong current (several kA) circulating in the cable core for several seconds (Joule effect). The core is

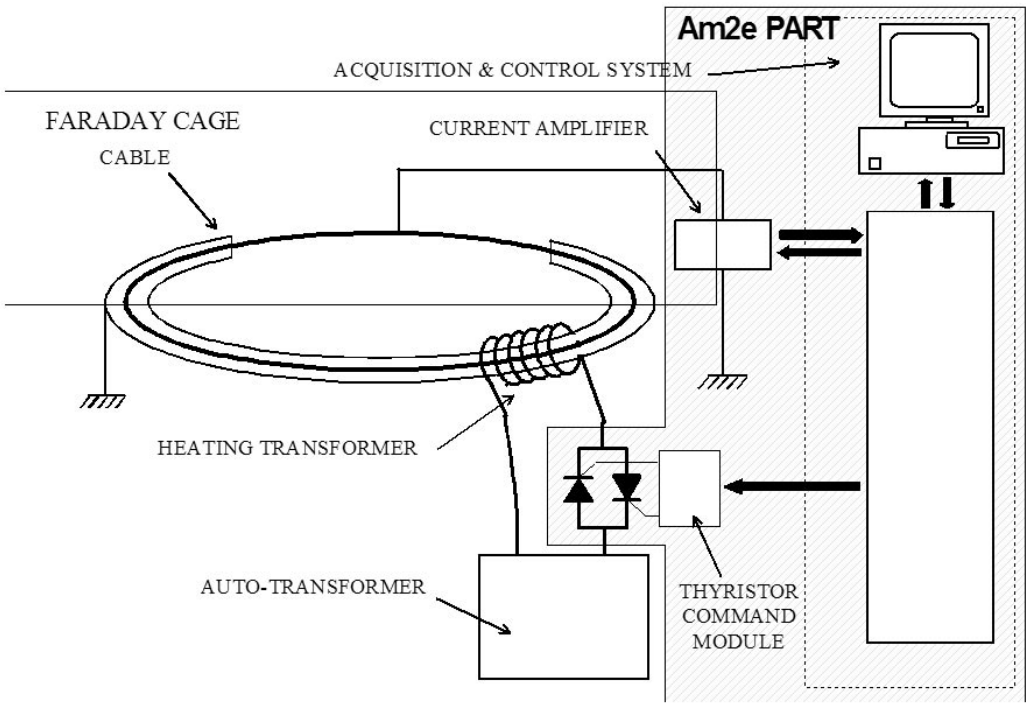


Figure 6. IHT experimental set-up.

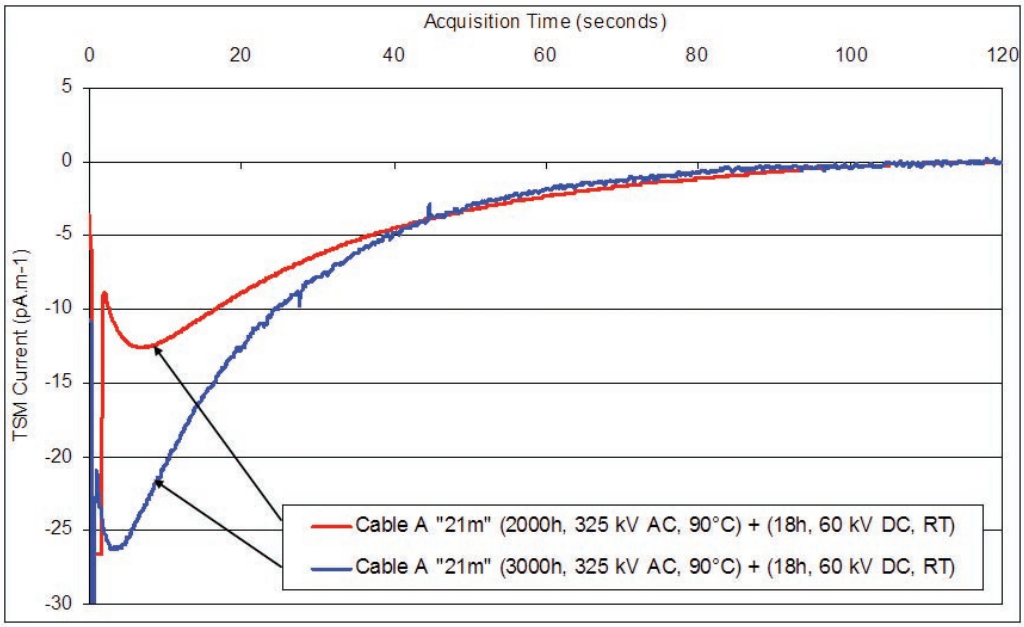


Figure 7. Evolution of thermal step currents with aging time. Thermal step created by a short-circuit current of 3000 A rms for 6 s.

short circuited through the single-turn secondary of a heating transformer. After several seconds of heating, the core and the outer semi conductive layer are short circuited through a current amplifier.

B. On-Site Measurements

After each ac aging step, a procedure was applied to ensure that differences in the thermal step responses (if any) were related to the applied stress. To reveal defects created by the ac aging, a dc poling (60 kV dc, for 18 h at room temperature) was performed before each measurement [6], [7]. Figure 7 shows thermal step currents measured in a cable aged in ac conditions for 2000 and 3000 h. Initially, the cable length was 21 meters. Periodically, electrical, physical, and chemical measurements were made on pieces cut from the cable, so that the cable length decreased with time. Thus, after 3000 h the remaining length was 11 meters. To take into account the variation of the cable

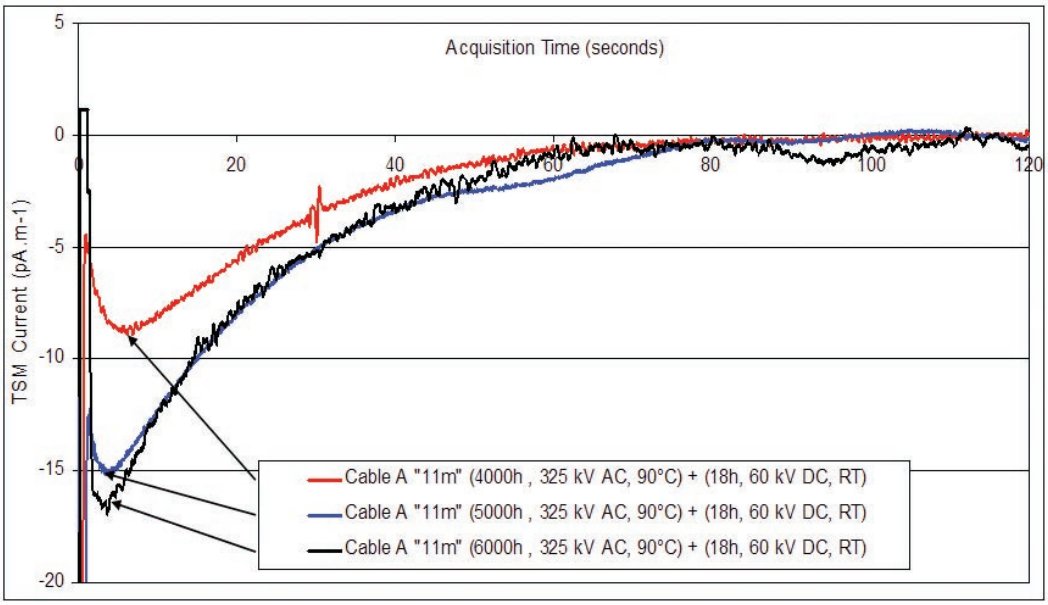


Figure 8. Evolution of thermal step currents with aging time. Thermal step created by a short-circuit current of 3000 A rms for 6 s.

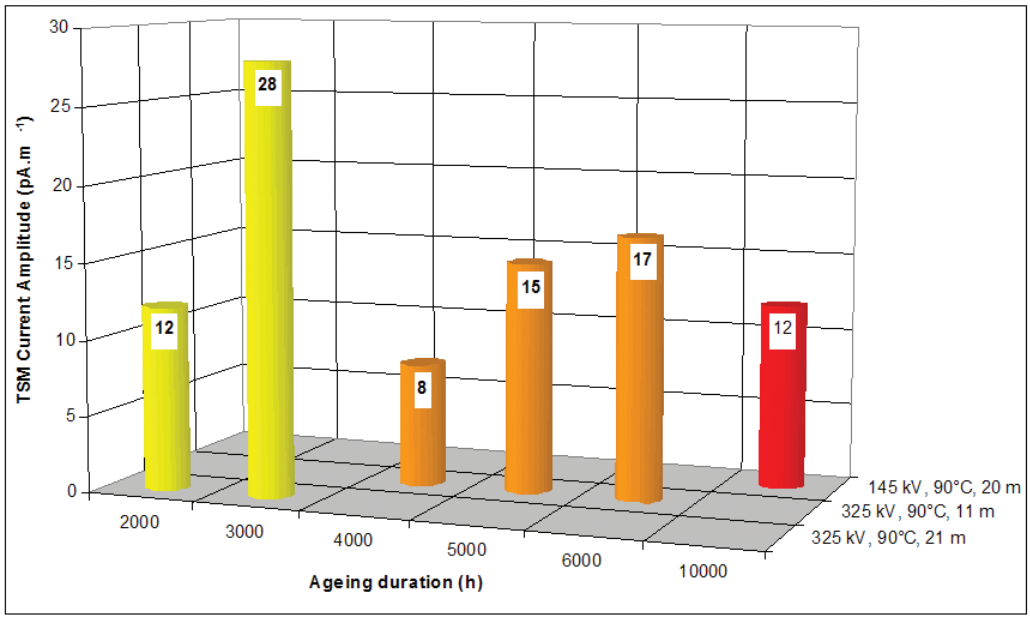


Figure 9. Variation of thermal step current maxima in an HVAC cable after aging for various times and under various conditions

length, the acquired signals were normalized and expressed in picoamperes per meter (Figure 8).

It can be seen that the measured currents increase with increasing aging time (up to 6000 h). The measurement at 4000 h shows a significant decrease of the thermal step signal amplitude relative to that at 3000 h (Fig. 9), possibly because of nonhomogeneous insulation which was removed by cutting 10 meters off the initial cable between 3000 and 4000 h [5].

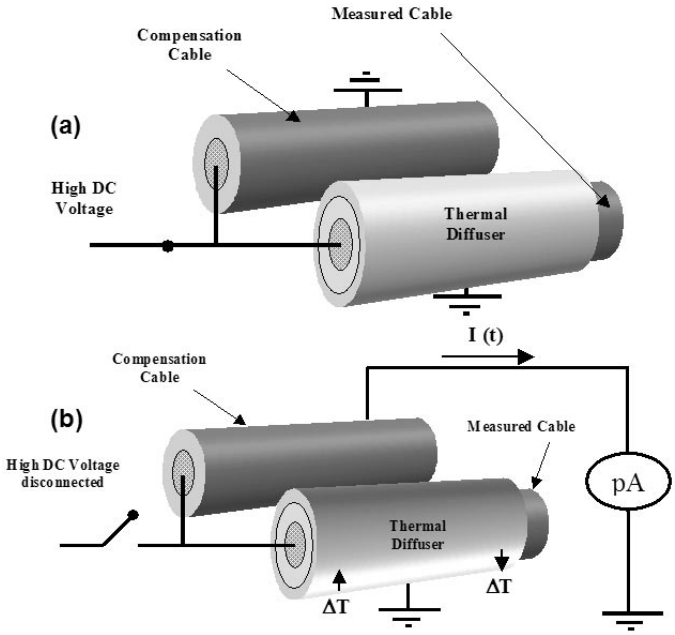


Figure 10. Under field TSM measurements on cables in double capacitor configuration. (a) the dc field is applied prior to the measurement, (b) the measurement is performed on the measured cable after disconnecting the dc source.

Space Charge Measurements in HVDC Cables

A. Experimental Facility

1) Background: The technique is based upon the TSM in a "double capacitor" configuration, exhaustively described in [17]. Contrasting with the classical set up, when the measurement is made on a single short-circuited cable sample, the double capacitor technique uses a "compensation cable" connected to the cable under test, as shown in Figure 10 (the two cables are assumed to be identical). By connecting the external semicon of the compensation sample to a current amplifier and its core to that of the measured specimen, a double capacitor is created. A voltage can then be applied to both cores, and a thermal step to the cable under test. The current through the compensation sample is recorded (see Figure 10). The current in this double

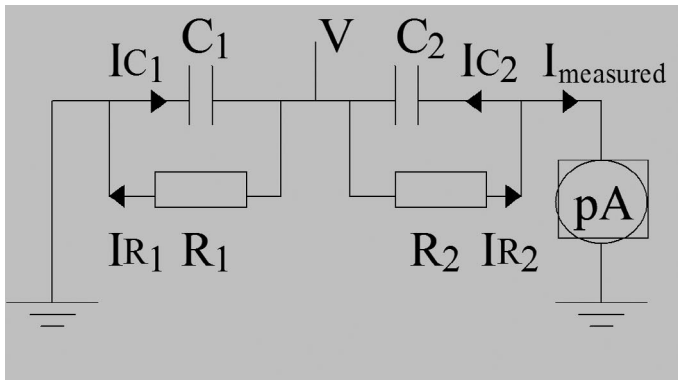


Figure 11. Small differences between the two cables give rise to a component of the measured current superimposed on the thermal step signal.

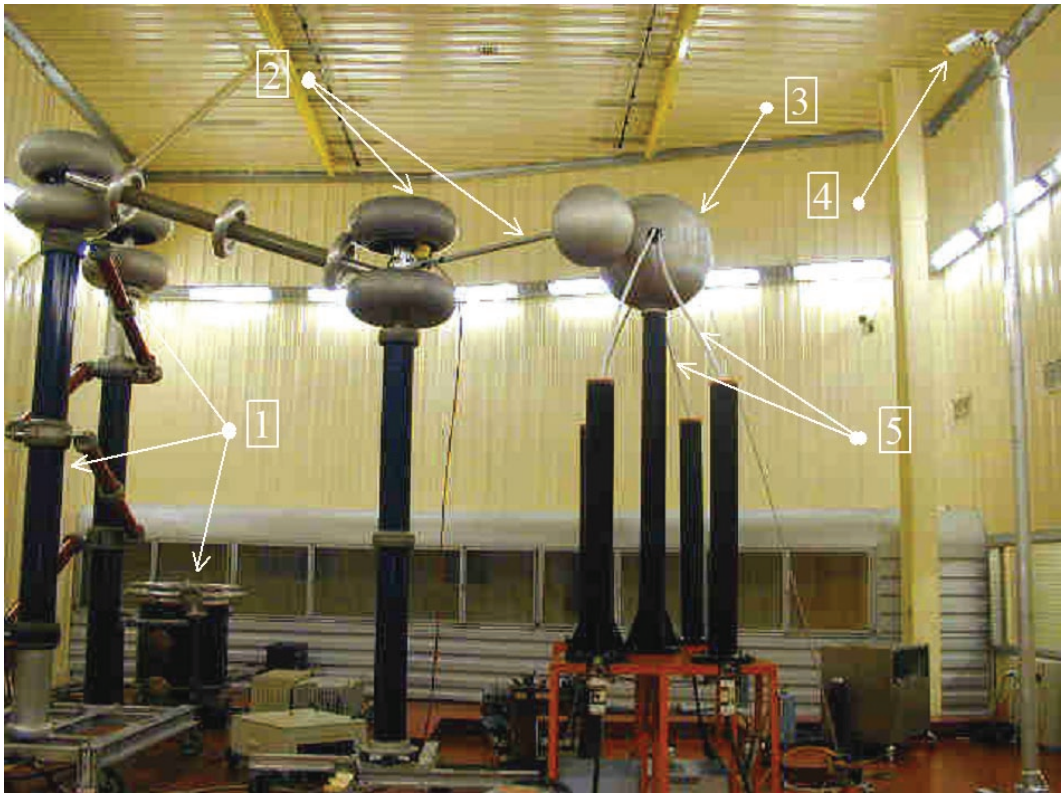


Figure 12. Experimental set-up for TSM measurements of cables under applied field and thermal gradient. 1: HVDC supply; 2: voltage divider and HV switch; 3: cable junction sphere; 4: HV monitoring device (field mill); 5: Cables under test (measurement and compensation) fitted with oil-filled lab terminals.

capacitor configuration, using the outer cooling technique, is given by [17]:

$$I_{\mathrm{TSM}}(t) = -\alpha \frac{C}{2} \int_{R_e}^{R_i} E(r) \frac{\partial \Delta T(r,t)}{\partial t} dr, \tag{3}$$

where the quantities have the same meaning as in (1), with *C* the capacitance of the thermally excited sample.

Using two identical cables offers the considerable advantage of compensating for the polarization and conduction currents which can flow across the insulation under high dc field. Theoretically, the measured current is solely due to the internal field of the measured sample. In practice, a slight imbalance between the cable samples always exists and a differential conduction and/or polarization current component is superimposed on the thermal step signal (Figure 11). Obviously, the higher the applied field and temperature, the greater the imbalance. To minimize this problem, the measurement is made in two steps [19]. First, the usual measurement is made while the thermal step is applied. Second, having restored the initial conditions, a second measurement is made without applying a thermal step. In this way, the differential current is obtained. It is subtracted from the current measured in the first step, and the result is the signal caused only by the space charge contained in the measured

Figure 13. The thermal diffuser (400 mm long) used to generate the thermal step from the outer screen.

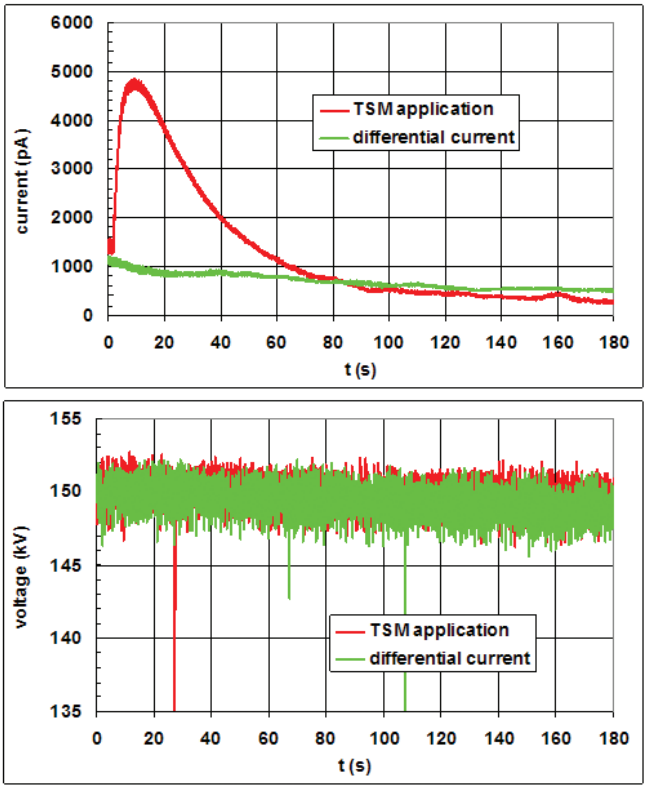


Figure 14. Upper: two step measurements after 91 days ageing: 1 (red curves) thermal step current, 2 (green curves) differential current. Lower: stability of the applied voltage was verified in both cases.

Table 1. Main Features of the Trial Cables.

Cable	Insulation	Insulation thickness	Core
1	polymer 1	4.6 mm	95 mm^2
2	polymer 2	4.9 mm	95 mm^2

Table 2. Aging Conditions for Long Term Tests.

Cable	I (A)	T_{core} (°C)	ΔT (°C)	V (kV)	Applied field on core (kV/mm)
1	480	80	14	–150	43
2	476	80	15	–230	63

Table 3. Measurement Conditions for Each Cable.

Cable	T_{core} (°C)	T_{screen} (°C)	T cold liquid (°C)	Thermal Step (°C)	$V_{measurement}$ (kV)
1	80	60	30	–30	–150
2	20	20	–10	–30	0

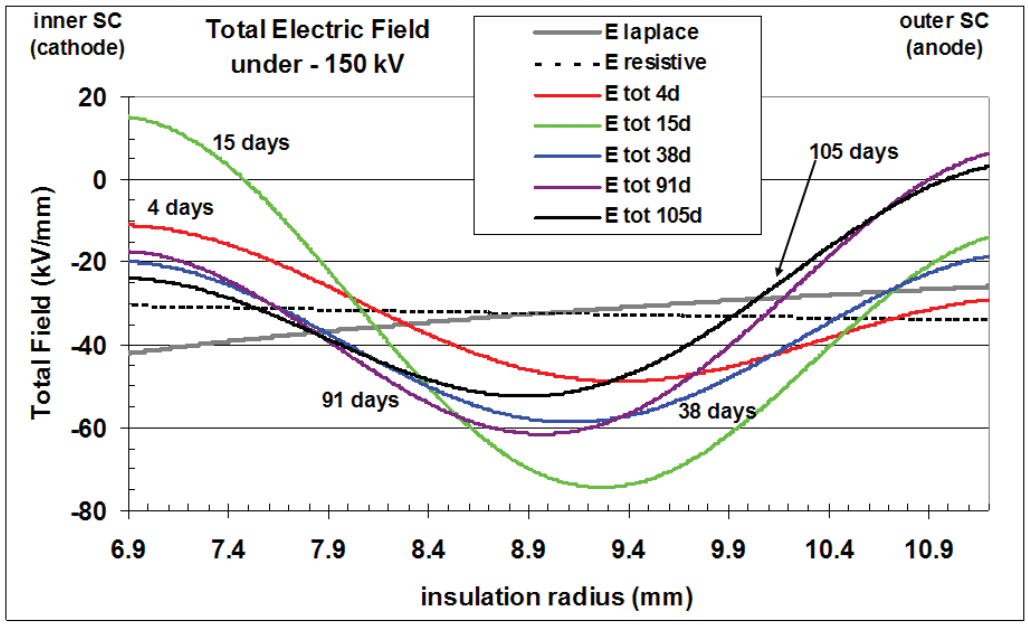


Figure 15. Total electric field distribution in cable 1 under applied voltage and thermal gradient. Capacitive and resistive (steady state) distributions have been included for comparison.

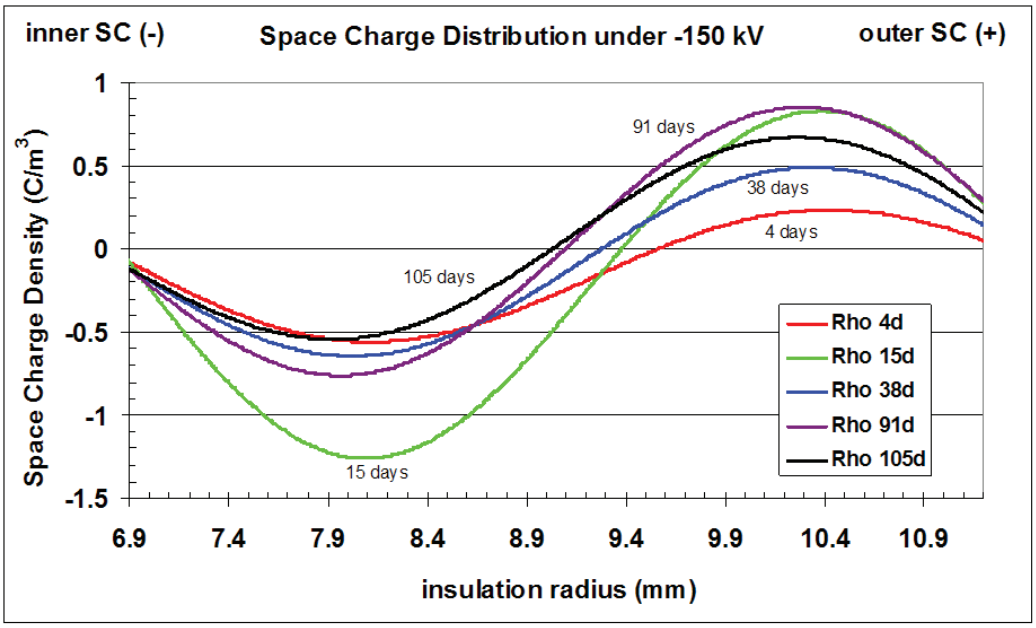


Figure 16. Space charge distributions in cable 1 under applied voltage and thermal gradient.

cable: Note that, in the worst case, a significant potential decay can prevent acquisition of the thermal step current because it is performed with the high-voltage electrode floating. To check the stability of the applied voltage during the measurement, a potential monitoring device is used.

2) Industrial Set-Up: An overview of the high voltage laboratory dedicated to thermal step measurements is given in Figure 12. The thermal step is applied by circulating a cold liquid (the outer cooling technique) through a cylindrical thermal diffuser in contact with the outer semiconductive layer of the cable (Figure 13). To achieve this, the semiconductive tapes, the copper wire screen and the outer HDPE sheath are removed. The screen of the compensation cable is connected to earth via a Keithley 428 current amplifier which measures the thermal step current.

During the measurement, the floating potential applied to the cable cores is recorded by means of a judiciously positioned field mill (John Chubb JCI 111), as shown in Figure 12.

3) Cables Under Test: To evaluate the HVDC electrical performance of cables with extruded insulation, small-scale trial cables (Table 1) were fabricated using up-to-date technology for very-high-voltage applications (vertical extrusion line, triple crosshead).

4) Experimental Conditions: The aim of the study was to determine the field distortion which can be expected in the insulation as a result of space charge build-up over lengthy tests (more than 2500 h). Thermal step measurements under live conditions, i.e., with applied voltage and thermal gradient, were made wherever possible. However, given the conductivity of cable 2, measurements under applied field and temperature proved impossible because of strong differential currents and potential decay during measurement. Consequently, it was decided to measure cable 2 with voltage off ($V = 0$ Volt at the high-voltage electrode), the insulation layer being isothermal at room temperature. This configuration amounts to measurement under short-circuit conditions (conventional TSM), but on the series capacitance $C/2$ as a result of the double capacitor arrangement (see Figure 10 and 11). In this way the deeply trapped space charge and its time evolution can be studied. Aging conditions for tests on both cables are given in Table 2. Note that room temperature was 18°C.

All of the measurement conditions are given in Table 3. In the case of voltage-off measurements (cable 2), the samples were grounded and cooled for 3 h prior to each measurement.

B. Cable 1: Under-Field Measurements

Cable 1 was aged for 2600 h under –150 kV and 80°C core temperature. Measurements were performed regularly in order to study internal field evolution. In each measurement the ther-

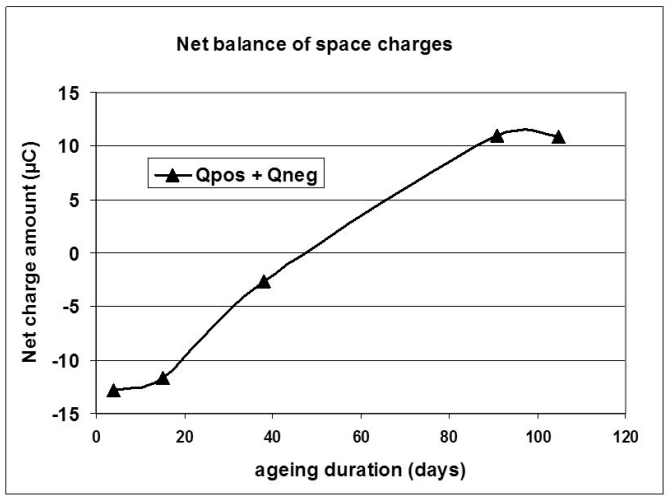


Figure 17. Net balance of positive and negative charges in cable 1 (voltage-on measurements under thermal gradient).

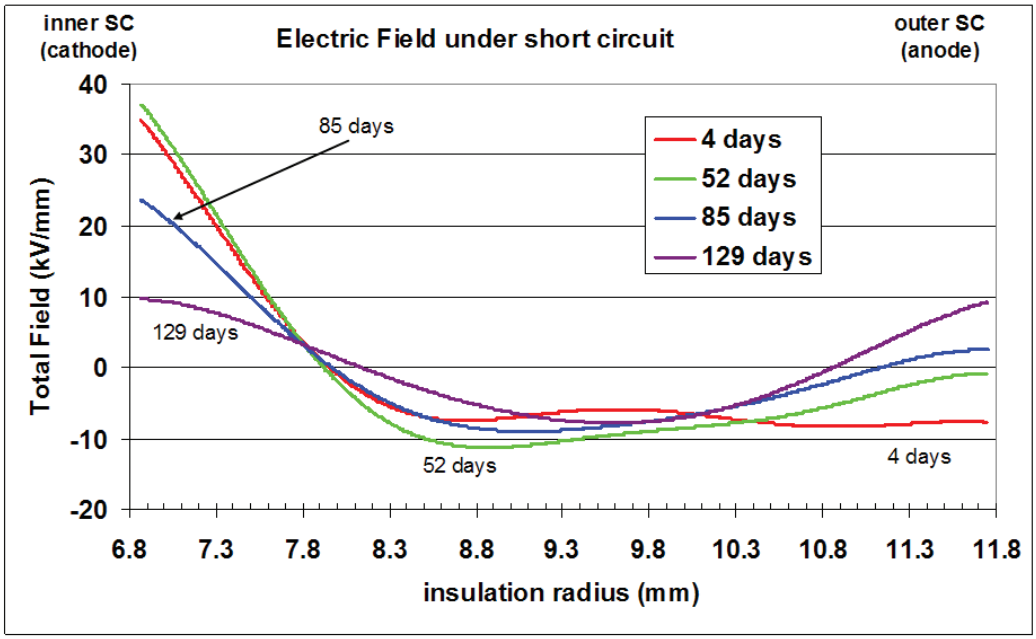


Figure 18. Evolution of residual field (voltage-off) for cable 2 as a function of aging time.

mal step signal and the differential current were recorded (Figure 14).

An increase in the thermal step signal was observed up to 15 days, followed by a continuous decrease. This corresponds to maximum field distortion after 15 days, followed by smoothing of the field distribution up to 105 days under stress (Figure 15). The distribution may tend toward the purely resistive distribution, but this is far from certain even after 105 days testing. Double charge injection at contacts seems to prevail during aging. However, the density of negative (positive) charge decreases (increases) (Figure 16).

Thus the net charge shifts from negative to positive, as shown Figure 17 (charge quantities have been calculated by integration over the measured volume of the cable). The role of positive carriers seems to be important in space charge dynamics.

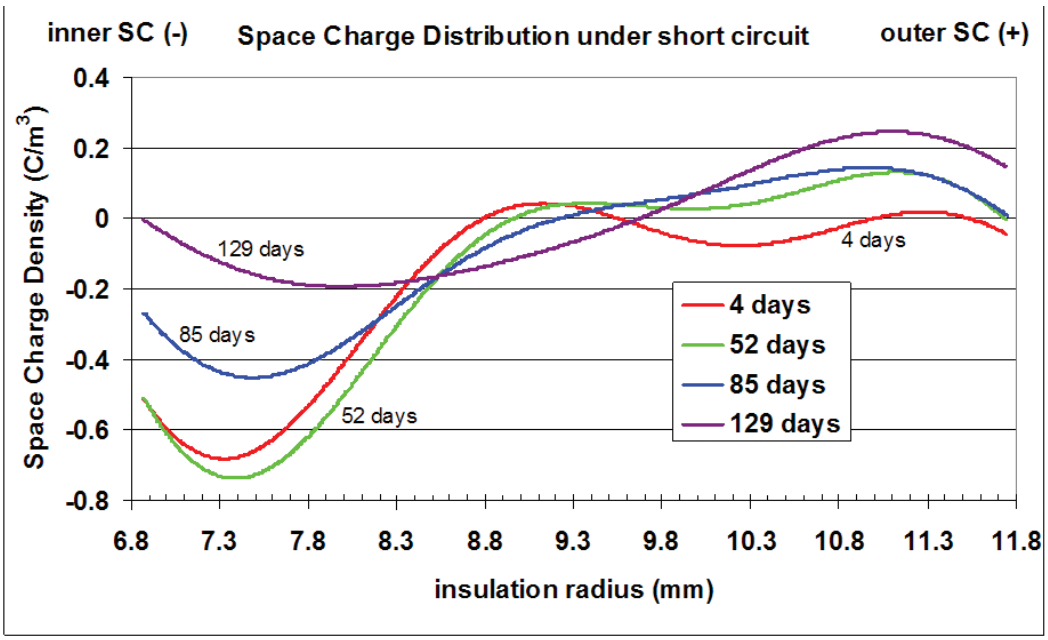


Figure 19. Evolution of residual space charge (voltage-off) for cable 2 as a function of aging time.

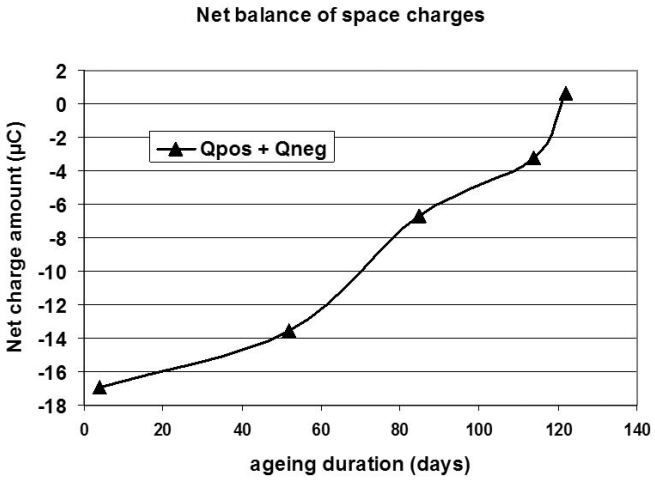


Figure 20. Net balance of positive and negative charges in cable 2 (voltage-off measurements at room temperature).

C. Study of Cable 2: Voltage-off Measurements

Another aging study was carried out on cable 2 under an applied field 50% higher than applied to cable 1. Since voltage-on measurements could not be performed on cable 2, build-up of residual space charge was studied through voltage-off measurements. The negative field close to the anode decreased with increasing poling time and eventually became positive (Figure 18). The density of the injected negative charge close to the cathode decreased, whereas the positive charge expanded from the anode into the bulk (Figure 19). The space charge densities are lower than those measured in cable 1 under a lower applied field (Figure 16). However, we must keep in mind that mobile or conduction charge carriers contribute little to the distributions of Figure 19, which relate only to deeply trapped charge (voltage-off measurements).

Similar phenomena seem to be occurring in cable 1 and cable 2, despite the differences in applied field and measurement procedure. Negative charge content decays at the later stages of aging, positive charge spreads across the insulation, and the net charge approaches zero (see Figure 20). Because long-term space charge evolution under stress is important in HVDC applications, these data should be of value.

Because similar trends have been observed in comparable insulating materials, using voltage-on and voltage-off measurements [5], [8], [13], we consider the voltage-off mode to be an attractive alternative for assessment of field distortion under service conditions. The addition of the theoretical field distribution (Laplace and resistive) to the residual field distribution, caused only by space charge and obtained under short circuit, is shown for Cable 2 in Figure 21.

Finally, we point out the good performance of the polymer used in Cable 2. Space charge build-up is limited and field distortion remains within acceptable limits, given the high applied field and temperature.

Conclusion

Data on the accumulation of space charge in the insulation of ac and dc high voltage cables submitted to long time stress are presented in this paper. Cables with insulation thicknesses of 5 to 15 mm were directly and nondestructively studied using the thermal step technique in the voltage-on and voltage-off modes.

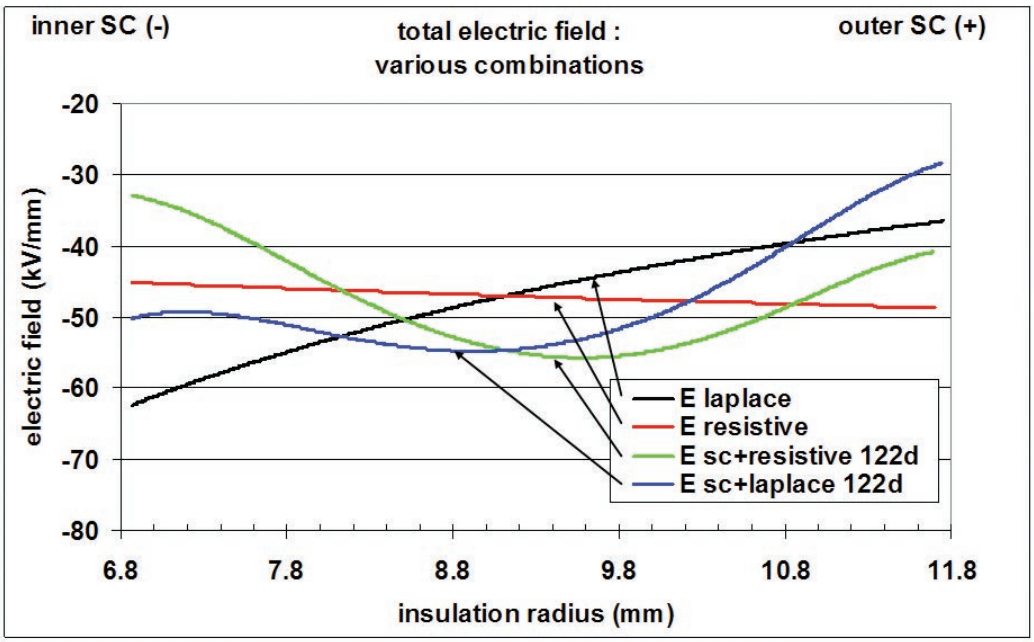


Figure 21. Addition of Laplace field and residual field (blue curve), addition of resistive field and residual field (green curve). The residual field was measured in cable 2 after 122 days aging under −230 kV.

In high-voltage ac cables submitted to different long time ac stress, it was found that the amount of deeply trapped charge increased with increasing aging time, field and temperature. The data could be used as a potential aging marker for power cable insulation.

A technique allowing the measurement of space charge distributions in the insulation of high-voltage dc cables submitted to high dc electric fields in industrial facilities was also described. The data collected using this technique could be useful for the selection of insulating material and cable design for particular applications.

References

[1] G. Mazzanti, G. C. Montanari, and L. A. Dissado, "A space-charge life model for the ac electrical ageing of polymers," *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, vol. 6, no. 6, pp. 864–875, 1999.

[2] P. Notingher, Jr., A. Toureille, J. Santana, L. Martinotto, and M. Albertini, "Study of space charge accumulation in polyolefins submitted to ac stress," *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, vol. 8, no. 6, pp. 972–984, 2001.

[3] C. Laurent, A. Campus, and co-authors [AU: Please supply full author list.], "Evaluation and modelling of thermo-electrical ageing of XLPE insulated power cables: the ARTEMIS outcome," in *JiCable'03*, 2003, paper B.7.5, pp. 525–530.

[4] S. Agnel, P. Notingher, Jr., and A. Toureille, "Space charge measurements on power cable length," in *Proc. ICSD'01*, Eindhoven, The Netherlands, 2001, pp. 390–395.

[5] J. Castellon, S. Malrieu, P. Notingher, Jr., A. Toureille, J. Becker, P. Dejean, H. Janah, J. Matallana, and J. C. Vérité, "On-site TSM measurements on HV cable loops in the frame of the ARTEMIS project," in *JiCable'03*, 2003, paper C.8.3.4, pp. 714–719.

[6] S. Agnel, P. Notingher, Jr., A. Toureille., S. Malrieu, and J. Castellon, "The thermal step method: A diagnosis technique for high voltage engineering," in *Int. Symp. High Voltage Engineering 1999*, vol. 5, London, 1999, pp. 5.116.S14–5.119S14.

[7] S. Agnel, A. Toureille, and G. Platbrood, "Study of AC electrical and thermal ageing of XLPE polyethylene by space charge measurements," in *JiCable'03*, 2003, paper B.6.3, pp. 479–484.

[8] P. Notingher, Jr., A. Toureille, S. Agnel, N. Didon, J. Castellon, and S. Malrieu, "Survey of space charge evolution in high voltage cables submitted to AC voltage as part of the Artemis project," in *JiCable'03*, 2003, paper B.6.1, pp. 468–472.

[9] C. K. Eoll, "Theory of stress distribution in insulation of high voltage DC cables, Part 1," *IEEE Trans. Electr. Insul.*, vol. 10, no. 1, pp. 27–35, 1975.

[10] B. Aladenize, R. Coelho, F. Guillaumond, and P. Mirebeau, "On the intrinsic space charge in a DC power cable," *J. Electrostat.*, vol. 39, pp. 235–251, 1997.

[11] R. Bodega, "Space charge accumulation in polymeric HVDC cable systems," Ph.D. Thesis, Delft University, The Netherlands, 2006.

[12] S. Maruyama, N. Ishi, T. Yamanaka, T. Kimura, and H. Tanaka, "Development of 500 kV DC XLPE cable system and its pre-qualification test," in *Proc. Jicable'03*, 2003, paper A.7.2, pp. 232–237.

[13] J. Matallana, H. Janah., D. Sy., P. Mirebeau, "HVDC extruded cables: Testing of cable systems aiming at VSC or LCC applications," in *Proc. Jicable'03*, 2003, paper A.7.5, pp. 223–228.

[14] A. Toureille, "Détermination des charges d'espace dans les isolants solides par la méthode de l'onde thermique," *Revue Générale d'Electricité*, vol. 8, pp. 15–20, 1991.

[15] A. Cernomorcenco and P. Notingher, Jr., "Application of the thermal step method to space charge measurements in inhomogeneous solid insulating structures: A theoretical approach," *Appl. Phys. Lett.*, vol. 93, art. no. 192903, 2008.

[16] A. Sabir, "Sur une nouvelle méthode de mesure des charges d'espace dans les câbles haute tension," Ph.D. Thesis, University of Montpellier 2, France, 1991.

[17] P. Notingher, Jr., S. Agnel, and A. Toureille, "Thermal step method for space charge measurements under applied dc field," *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, vol. 8, no. 6, pp. 985–994, 2001.

[18] P. Notingher, Jr., A. Toureille, S. Agnel, and 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 Trans. Ind. Appl.*, vol. 45, no. 1, pp. 67–74, 2009.

[19] N. Didon, S. Agnel, J. Castellon, P. Notingher, Jr., A. Toureille, J. Matallana, H. Janah, P. Mirebeau, and R. Coelho, "Distribution du champ électrique sous haute tension continue et gradient de température dans le diélectrique des câbles extrudés," *J. Electrostat.*, vol. 64, pp. 456–460, 2006.

Jerome Castellon was born in Lodeve, France, in 1970. He received his Ph.D. degree in electronics, optronics, and systems from the University of Montpellier 2 (UM2), France, in 1997. He was the technical manager of Advanced metrology for electrical engineering (Am2e) Company until 2003. Since then he has been an assistant professor at UM2. He is working with the Energy and Materials Group (GEM) of the Southern Institute of Electronics (IES), a joint facility of UM2 and the French National Council for Scientific Research (CNRS). He has been involved in various research fields related to insulating materials and systems for electrical engineering. His major research activities are in electrical characterization, dielectric phenomena , and diagnostic techniques development. He is a member of the IEEE Dielectrics and Electrical Insulation Society, the CIGRE SC-D1 Materials and Emerging Technologies, the French Society of Electrostatics and the Société des Electriciens et Electroniciens.

Petru Nothinger jr (S'98–M'01) was born in Ploiesti, Romania, in 1971. He received a bachelor's degree from the Polytechnic Institute of Bucharest, Romania, in 1995, an M.Sc. degree from Paul Sabatier University of Toulouse, France, in 1996, and a Ph.D. degree in electrical engineering from the University of Montpellier 2, France, in 2000.

After completing his Ph. D. degree, he worked as a teaching and research assistant for the Universities of Montpellier and Toulouse. In 2003, he was appointed Assistant Professor at the University of Montpellier 2, where he is working with the Energy and Materials Group of the Southern Institute of Electronics. His research interests include solid dielectrics and their applications, electric charge measurement, and electrostatic phenomena.

Dr. Notingher is a member of the IEEE Dielectrics and Electrical Insulation Society, the Industry Applications Society, the French Society of Electrostatics and the Société des Electriciens et Electroniciens, France. He is also the President of the Electrotechnics Section of the French Electrical and Information Engineering Higher Education and Research Club (Club Electrotechnique, Electronique et Automatique).

Serge Agnel was born on August 5, 1966 in Nîmes, France. He received the Ph.D degree from the Université Montpellier 2, France, in 1996. He has a graduate background in electrical engineering. He is currently Professor at the University of Montpellier (France). He is working with the Energy and Materials Group (GEM) of the Southern Institute of Electronics (IES), which is a joint facility of the University of Montpellier 2 and French National Council for Scientific Research (CNRS). His research activities are in the electrical characterization of insulating materials and systems for electrical engineering, particularly power electronics, semiconducting devices, and electrostatic phenomena. He is a member of the French Society of Electrostatics and the Société des Electriciens et Electroniciens, France.

He can be reached at serge.agnel@ies.univ-montp2.fr

Alain Toureille was born in 1941 in France. He obtained the "Doctor of State" degree from the University of Montpellier 2 (France) in 1974. Since 1964, he has been with the University of Montpellier 2, first as an assistant professor in Electrical and High Voltage Engineering, then as full professor and professor Emeritus. Prof. Toureille's research activities have been carried out at the Laboratoire d'Electrotechnique de Montpellier, which became in 2006 the "Energy and Materials" group of the new "Institut d'Electronique du Sud," which is a joint research facility of the University of Montpellier 2 and the French National Council for Scientific Research (CNRS). Prof. Toureille's research concerns electrical insulation, high voltage, and electrostatics, and particularly the measurement and the effects of electrical charge in high field systems. In 1986, he set up an original technique for nondestructive measurements of electric field and space charge in solid dielectrics, namely the "thermal step method."

Prof. Toureille has been involved for many years with the IEEE (he served as a member of the CEIDP Board for six years) and with CIGRE. He is the President of the Scientific Council of the French Society of Electrostatics and the vice-President of the South-East Regional Branch of the French Société des Electriciens et des Electroniciens (SEE).

Jean François Brame was born in Lille, France, in 1971. He has been working since 1995 at Nexans France in the High Voltage competence center in Calais. He is responsible for the laboratory of dielectric materials characterization and the industrial Thermal Step Method facility of Nexans in Calais.

Pierre Mirebeau graduated from Ecole Supérieure de Physique et Chimie Industrielles de la ville de Paris (ESPCI). He works in industrial Research and Development, particularly the fields of electrochemistry, dielectrics, polymers, and composites. He is head of the R&D department of the NEXANS High Voltage Cables business unit in Calais. He is a member of the technical organisation CIGRE and the standardisation body IEC.

Jerome Matallana was born in Nimes, France, in 1973. He received the Ph.D. degree in electronics, optronics and systems from the University of Montpellier, France, in 2001. He was an R&D engineer in Nexans France from 2001 to 2007 in the competence center of Calais dedicated to high-voltage extruded cable systems. In 2008, he joined the submarine cable factory of Nexans Norway in Halden. His major field of interest is the development of HVDC cable systems. He is a member of CIGRE SC-B1 and SC-D1. He is currently secretary of the B1.32 working group, focused on the examination of test recommendations for HVDC extruded cable systems up to 500 kV.

REVUE DE L'ÉLECTRICITÉ ET DE L'ÉLECTRONIQUE

SÉRIE SPÉCIALISÉE

Câbles d'énergie et science des isolants

Volume 1

ISSN 1265 - 6534

Revue de la Société des Electriciens et des Electroniciens

Numéro spécial — Août 1996

POWER CABLES AND INSULATING MATERIALS SCIENCE

19

Extension of XLPE cables to 500 kV based on progress in technology

E.F. Peschke, R.G. Schroth, R. von Olshausen

26

Space charge measurement in XLPE cable with 9 mm thick insulation

T. Takeda, N. Hozumi, H. Suzuki, T. Okamoto, K. Watanabe, A. Watanabe, H. Miyata

34

Study of electrode-insulator interfaces by simultaneous measurement of external current and of space charge distributions

P. Morin, J. Lewiner, C. Alquié

41

Study on deterioration mechanism of XLPE cables

K. Kaminaga, N. Yoshifuji, T. Uozumi, J. Yorita, S. Fukunaga

47

Electrical treeing in mechanically stressed polyethylene

E. David, J.-L. Parpal, J.-P. Crine

54

A review of electrical accelerated aging data for extruded dielectric cables

J.-L. Parpal, C. Dang, J.-P. Crine

59

Investigation of XLPE insulations after high stress ageing

H. Schädlich, J. Klaß

66

Diagnostic techniques for service-aged XLPE-insulated medium voltage cables

M. Kuschel, R. Plath, I. Stepputat, W. Kalkner

73

Cable fault prevention using dielectric enhancement technology

S. W. Mokry, W. J. Chatterton, S.L. Carter, P. E. Sibbald, J. C. Clemmer, G.J. Bertini, P. J. George

79

Ageing characterization of cable polyethylene insulant by electroluminescence measurement

D. Mary, C. Laurent, C. Mayoux, J. Berdala, R. Clavreul

84

Insulation diagnosis of XLPE cables by expert system using fuzzy inference

Y-C Choï, K. Kaneko, R. Ohyama, H. Kubota, J.B. Lee

91

Radial and angular study of XLPE in H.V. cables by the thermal step method

J. Castellon, S. Malrieu

96

On the field distribution in a coaxial dc power cable

R. Coelho, P. Mirebeau

102

Precursory phenomenon of electric breakdown in polyethylene

N. Vella, A. Toureille, N. Zebouchi, T. G. Hoang

107

Generation of colored tree under influence of additives and impurities

T. Karasaki, A. Toya, G. Tanimoto, F. Aida

114

Medium voltage polymeric power cables - Clarification of the causes of water treeing and methods of its prevention

P.-M. Dejean, F. Pedroso, V. A. Banks, R. A. Fouracre, C. Mayoux, J. Martinez

CÂBLES D'ÉNERGIE ET SCIENCE DES ISOLANTS

Mots-clés : Câbles d'énergie, Isolation PR, Onde thermique.

Key-words : Power cables, XLPE insulation, Thermal step.

Radial and angular study of XLPE in H.V. cables by the thermal step method

Etude radiale et angulaire du PR dans les câbles H.T. par la méthode de l'onde thermique

by Jérôme CASTELLON and Stéphane MALRIEU,
Laboratoire d'électrotechnique de Montpellier (France).

RÉSUMÉ

■ Plusieurs phénomènes électriques, mécaniques et thermiques semblent être fortement liés à la présence de charges d'espace dans les matériaux isolants.

■ La mesure de charge d'espace a été utilisée pour réaliser une étude radiale et angulaire du polyéthylène dans des câbles H.T. et U.H.T. au PR par la méthode de l'onde thermique développée au Laboratoire d'électrotechnique de Montpellier (L.E.M.). La technique de mesure est le chauffage par l'âme donnant un gradient de température, qui se propage à travers le diélectrique depuis le centre vers l'extérieur du câble. Pendant l'extrusion du câble, le flux de polyéthylène crée des inhomogénéités autour du centre, donnant des zones différentes dans le câble. Si nous divisons le câble en plusieurs parties identiques, nous pouvons mesurer un courant sur chaque électrode externe.

■ Nous pouvons montrer, ainsi, des différences éventuelles dans chaque zone étudiée.

ABSTRACT

■ Several electrical, mechanical and thermal phenomena seem to be strongly linked to the space charge presence in insulating materials.

■ Space charge measurements have been made to realize a radial and angular study of polyethylene in XLPE, H.V. and U.H.V. cables by the thermal Step Method (T.S.M.) developed at the Laboratoire d'Electrotechnique de Montpellier (L.E.M.). The measurement technique used is the heating of the sample core which gives a temperature gradient, which propagates through the dielectric from the center to the exterior of the cable. During the cable extrusion the polyethylene flow creates inhomogeneities around the center, giving different areas in the cable. If we divide the cable into several identical parts, we can measure an external current on each electrode.

■ So, we can show the possible different electric states in each zone.

1. INTRODUCTION

Many electrical phenomena (dielectric rigidity, conduction, storage of charges), mechanical phenomena (mechanical breakdown, grain boundaries), thermal phenomena (specific heat, diffusivity, conduction) seem to be related to the space charge presence in insulating materials.

One of the causes of premature ageing of insulating polymers seems to be the apparition in the interior of the material of a space charge that breaks the electrical neutrality of certain regions and can turn them into high risk zones. To know the origin of this charge we have to find its local density and the influent parameters.

The measurement and the localization of this space charge, using a new method which works on large thicknesses (up to 2 cm), could explain some phenomena which are still little understood.

But now, a single study of the radial component is not enough to study ageing. The angular component seems to be the new interest in cable manufacturing. In fact, the polyethylene extrusion doesn't respect the cylindrical symmetry of the cable, creating double refraction zones (residuals stress zone and physical chemical heterogeneity zone) [1].

We have shown the behavior of some insulation zones with various morphologies, by observing different regions of the cable. We have shown the differences between each zone, caused by stress fixed in the polyethylene flow during the extrusion.

In this article, we will introduce the principle of the « Thermal Step » method and a new application to cables. Then we will present the external current measurement on each zone of the cable. The determination of the distribution of the space charge in each part of the cable can show a radial anisotropy.

2. PRINCIPLE OF THE THERMAL STEP METHOD

In this study, the method used for the measurement of the space charge location in insulating materials is the **thermal-step-method** developed at the Laboratoire d'Electrotechnique de Montpellier (L.E.M.), [2], [3].

This method is based on the measurement of the thermal expansion current of the material after application of a thermal step on one face which is placed on a thermal diffuser.

Let us consider a dielectric slab with constant thickness D, placed between two plane parallel electrodes, linked by a short-circuit or a current measurement instrument. If this slab has been submitted to certain constraints (radiation, mechanical constraints, or charged at high voltage at a certain temperature), it can contain a spatial charge distribution. If we apply a thermal step $\Delta T0$ on either side of the sample, there is a thermal wave diffusion in the material. The expansion which appears generates a displacement of charges. So, there is the apparition of a weak current of a few Pico-amperes (or tens of Pico-amperes) in the external circuit.

The thermal step method has been applied to flat structure samples such as plates, and has made it possible to study space charges in insulating polymers put between metallic electrodes or semiconducting materials.

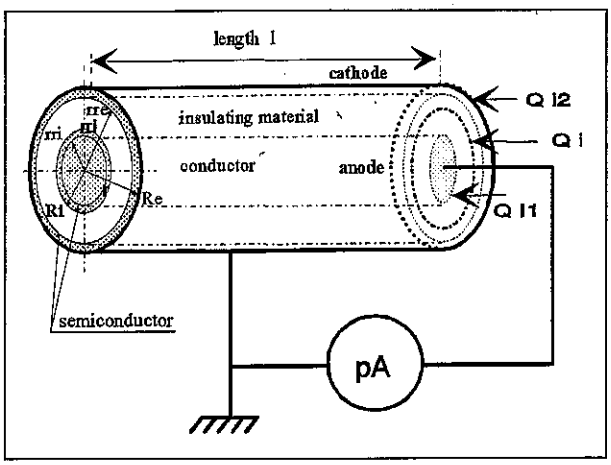
In the case of cables, these electrodes are made of resin containing a variable percentage of carbon black. Let us consider a piece of cable of length l ; on the inner and outer sides of the insulating material of an inner radius *rri* and of an outer radius *rre*, two semiconducting materials are extruded : they constitute for us the two electrodes of measurement. They are connected to each other by a device of low relative impedance.

We consider a charge Qi inside an insulating material, inside a ring of a length ll of a radius r between *rri* and *rre*, and of a thickness dr. By total influence, this charge induces image charges Qi_1 and Qi_2 respectively on inner and outer electrodes. By the propagation of a thermal step from one electrode to another, the sample is submitted to a non homogeneous dilatation which modifies the position of the Qi charge with respect to the electrodes and so, modifies the image charges values, Qi_1 and Qi_2. This unbalance produces a current measurable in an external circuit (fig. 1 a, 1 b).

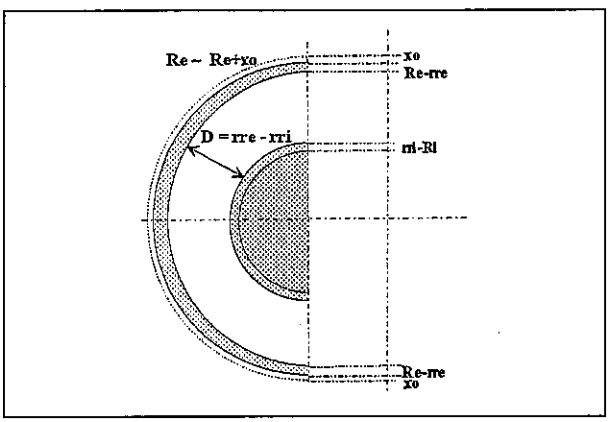
The experimental current measured is the global result of the contribution of all the Qi charges contained in the insulator. The knowledge of the current and of the temperature distribution at every moment in the sample allows us to study the spatial layout of the internal charges of the insulating material [4].

When the heat diffuses through the insulator, the current $I(t)$ which appears in the external circuit is :

$$I(t) = -\alpha C \int_{x_0}^{Q(t)} E(r) \frac{\partial (T(r,t))}{\partial t} dr \qquad (1)$$



1 a. Schematic diagram..



1 b. Scheme of the cable section.

where C is the sample capacity and $-\alpha C = \delta C/\delta T$ the variation of C with the temperature,

xo is the equivalent thickness between the temperature source and the beginning of the sample,

$E(r)$ is the local electric field in the sample,

$Q(t)$ is the most advanced position of the thermal wave. The current appears when $Q(t) > xo$,

Diffusion of a thermal front inside an insulating material with cylindrical geometry :

$$\frac{\partial^2 (T(r,t)}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T(r,t)}{\partial r} = W \frac{\partial T(r,t)}{\partial t} \qquad (2)$$

where, T (r, t) is the temperature at the abscissa r, t the time, W the inverse of the thermal diffusivity :

with μ the density, c the specific heat and λ the thermal conductivity.

3. PRESENTATION OF THE EXPERIMENT

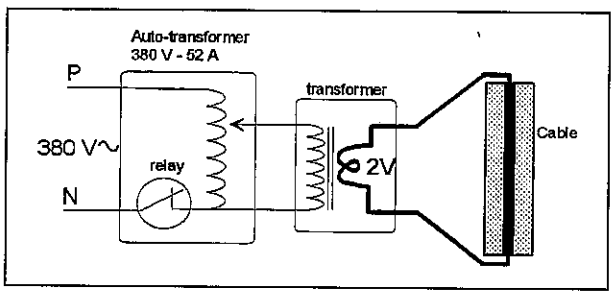
Before the measurement, the sample is placed at room temperature. The non homogeneous variation of the temperature inside the cable is obtained by the application of a temperature step against one of the electrodes. Two techni-

cal experiments have been used to create the temperature variation, cooling by the outer side and heating by the inner.

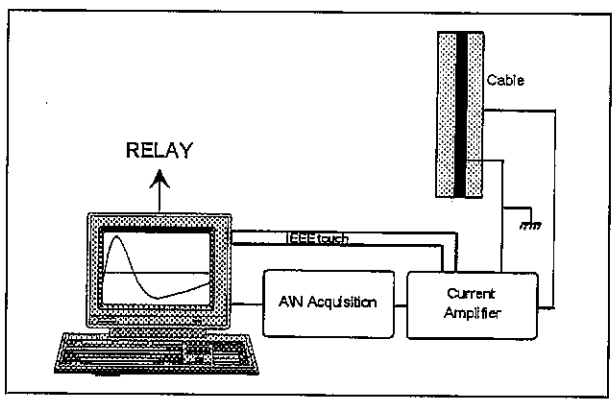
Then the material undergoes a non homogeneous temporal and spatial contraction. The charges stored within the material are displaced, giving birth to a current in the external circuit. This current is amplified and recorded. The experiment is carried through without passing beyond the ambient temperature : this method is non-destructive for the charges and allows repetitive measurements.

Until now, the thermal step was applied on the outer side of the cable. In this study, the step was applied for the first time from the core of the cable. We have developed an electric device composed of a transformer which gives a short circuit current of about 5 000 A, to create a homogeneous stimulus of temperature on the whole sample during 3 seconds (fig. 2).

After this heating time, we proceed to the measurement. The core is now at the ground potential and the external electrode of the cable is connected to a current amplifier and then to an acquisition board (fig. 3).



2. Experiment scheme.



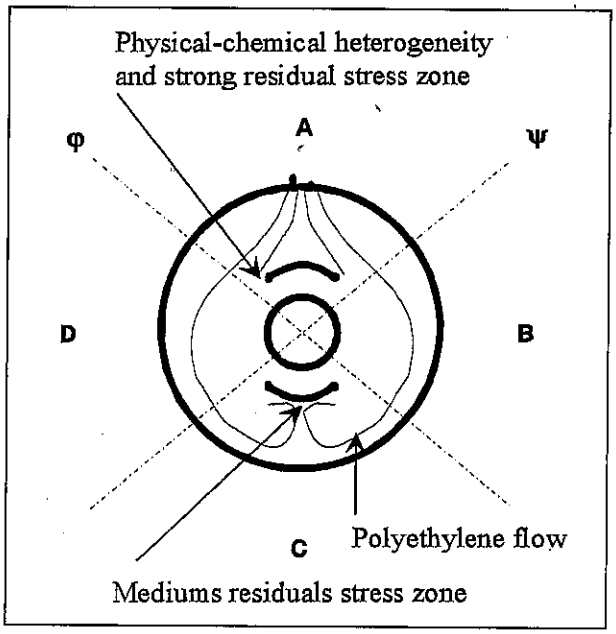
3. Measurement cell.

4. PRESENTATION OF STUDIED SAMPLES

In all the cases, the experimental procedure is the following :

1) charging of the piece of cable (60 KV DC, at 70° Centigrade, for 20 hours).

2) short circuiting after charging ; storage at room temperature.



4. Quarters measurement.

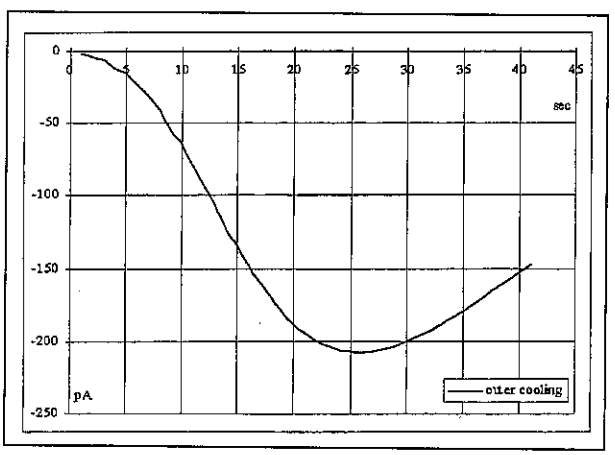
3) measurement of the entire cable (fig. 6) or of separated parts of the cable (fig. 7) corresponding to each double refraction zone (medium residual stress zone and physical-chemical heterogeneity zone) (fig. 4). The parts are obtained by cutting the semiconducting outer layer along the axis φ and ψ.

With this method, we measure the total signal given by the entire space charge inside the cable.

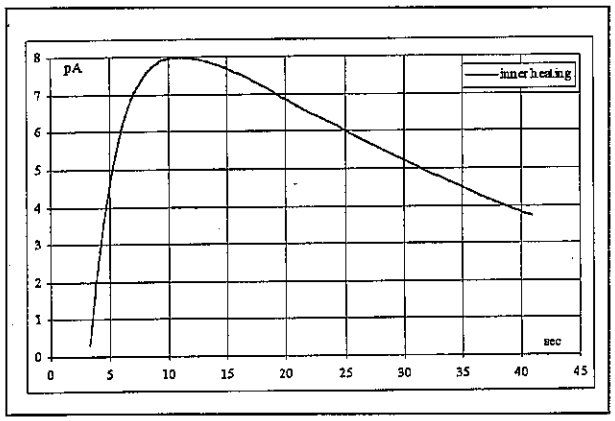
This technique allows us to divide the cable into 4 quarters (fig. 4), in order to measure the different contribution of each quarter. This allows us to verify the homogeneity of the cable or to control the effect of the extrusion process.

4.1 Measurement of external currents

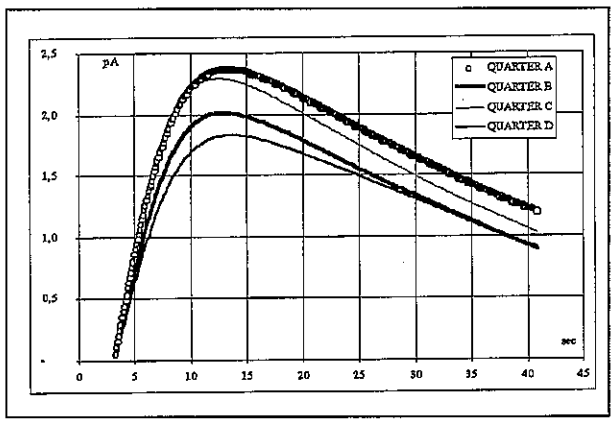
We obtain different signals $I(t)$, one for the outer cooling (fig. 5), one for the inner heating (fig. 6) and one for each part of the cable (fig. 7).



5. Current measurement by outer cooling.



6. Current measurement by inner heating.

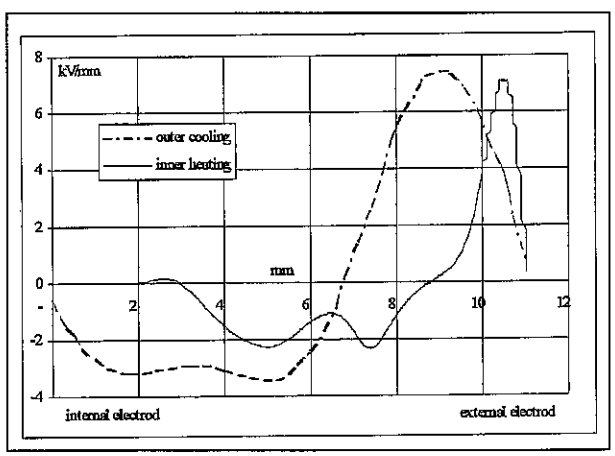


7. Current measurements in each quarter.

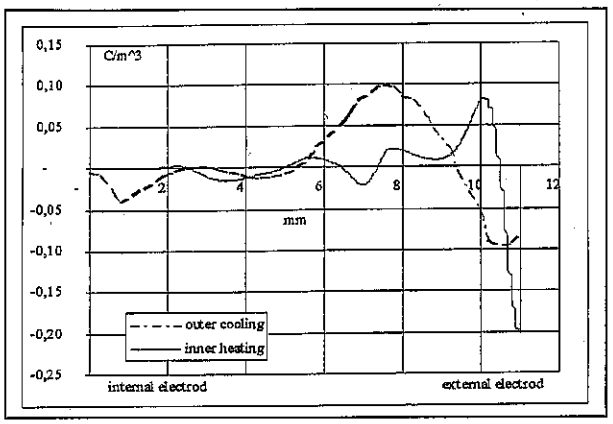
4.2 Distribution of the residual electric field and of the density of defects

These currents have to be processed to extract residual electric field and space charges distributions for all the parts (fig. 8, 9, 10).

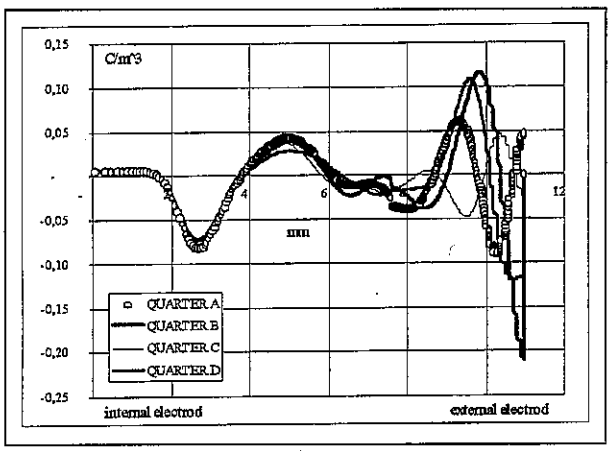
The results which are presented give residual distributions of electric field and defects density in the cable.



8. Residual electric field by inner heating and outer cooling.



9. Space charges distributions by inner heating and outer cooling.



10. Space charges distributions in each quarter.

As the measurements are carried out under short circuit conditions, the residual electric field circulation found must be near zero. Actually, this condition can be slightly modified by some thickness irregularities or some non-homogenous regions of the cable.

The density of defects we found is an average value on a cylindrical surface parallel to the semiconducting layers of the cable, and the field circulation can inform us about the homogeneity of the cable insulation.

4.3 Discussion of the results

The inner current (fig. 6) is equal to the sum of the four thermal dilatation currents (fig. 7) obtained by the same heating technique. This proves that we really measure the contribution of each quarter of the cable.

During the 3 seconds of heating, the thermal wave has advanced into the sample, and when we begin the measurement, the thermal wave position is at 2 mm inside the cable. So this distance cannot be analyzed.

In figure 8, we can see the residual electric field distribution in the case of outer cooling and inner heating.

We can notice that the two curves of the electric field have almost the same appearance. However, differences

can be seen. They can be due to the two measurement techniques :

First, we applied a – 45 °C thermal step (giving a – 210 pA current magnitude (fig. 5)), then we applied a + 1.2 °C thermal step (giving a + 8 pA current (fig. 6)). The precision of results is related to the magnitude of the signal, which depends strongly on the step's amplitude. As we have a signal about 30 times stronger in the case of the cooling than in the case of the heating, the differences from figure 8 could be considered as normal.

In spite of the imprecision due to the weak step in the case of heating, the current (fig. 7) shows a slightly different profile for the space charges (fig. 10), especially near the outer electrode (extrusion point).

In the case of our analysis, the method reveals an increase of defects near the entrance of the flow of *PE* (quarter *A*) and near the turbulence of the flow (quarter *C*) coming out from the extruder. On the contrary, quarters *B* and *D* are similar.

Because of problems related to heating, we are not able to see either space charges or the electric field in the neighborhood of the core of the cable.

5. *CONCLUSION AND PROSPECTS*

We have seen the interest of applying the thermal step technique by heating from the core of the cable : it is possible to separate the contribution of each radial zone to give evidence of a radial anisotropy.

The origin of observed charges is related to the structure of *PE* [5] : the results show that the manufacturing process, in particular the cooling time of *PE* during the solidification is an important parameter to create defects and traps.

Acknowledgment

This work was done with the collaboration of Câbles Pirelli SA. We thank Mr. J. Santana Engineer of research and development of Pirelli France for discussion and comments.

References

[1] FOURMIGUE (J.M.), BERDALA (J.) ; Limite de l'approche phisico-chimique appliquée au vieillissement des isolants de cables, 1st course Polymers in Electrical Engineering, Montpellier 12-16 September 1994.

[2] TOUREILLE (A.), REBOUL (J.P.) et MERLE (P.) ; Détermination des densités de charge d'espace dans les isolants solides par la méthode de l'onde thermique. J. Phys. III, 1(1991), 111-123.

[3] CHERIFI (A.) et SANTANA (J.) ; Sur les différentes techniques de validation de la méthode de l'onde thermique. J. Phys. III, France 3 (1993), 1057-1064.

[4] SANTANA (J.) ; Mesure de charges d'espace dans les câbles de transport de l'énergie électrique. Thesis, February 94, Montpellier (USTL).

[5] VELLA (N.) ; About the origin of the traps in polyethylene sample, Jicable 1995 young researchers session.

Jérôme CASTELLON prépare une Thèse de Doctorat de l'Université en Electronique, Optronique et Système à l'Université Montpellier II Sciences et Techniques du Languedoc. Il travaille sur l'optimisation et la caractérisation des matériaux isolants pour l'électrotechnique.

Stéphane MALRIEU prépare une Thèse de Doctorat de l'Université en Electronique, Optronique et Système à l'Université Montpellier II Sciences et Techniques du Languedoc. Ses travaux de recherche portent sur l'étude de la fiabilité de structures isolantes par la méthode de l'onde thermique.

ELSEVIER Journal of Electrostatics 40&41 (1997) 283–288

Journal of
ELECTROSTATICS

Space charge measurements by the Thermal Step Method : results in some polymers

S. MALRIEU, J. CASTELLON
Laboratoire d'Electrotechnique de Montpellier
Université Montpellier II (Sciences et Techniques du Languedoc)
Place Eugène Bataillon, Case Courrier 079
34095 MONTPELLIER CEDEX 5 FRANCE

1. INTRODUCTION

Properties of several materials submitted to high electric fields are studied in this paper using the Thermal Step Method (TSM). The aim is to prove that certain materials present space charges since the process of manufacturing and to test their electrical state after poling.

The Thermal Step Method, which makes it possible to find the charge density in solid dielectrics, has already been used on polymers, such as polyethylenes and PVC. In this study, we used it for the first time to characterise new materials having interesting properties for industrial use, such as polyetherimides (PEI) (High temperature polymers) and epoxyde systems filled with alumina, silica or Wollastonite.

Space charge distributions for three different high temperature PEI's and for three filled epoxyde systems, before and after application of stresses, are presented in this paper. No other space charge measurement method had been used to test epoxyde systems before.

The results allow us to optimise the insulating structures for a particular application, and show fundamental differences between the materials. The measurements also revealed the presence of space charge from the very manufacturing process of these materials, as well as the possibility for all these systems to accumulate space charge.

2. THE THERMAL STEP METHOD

2.1. Principle

The Thermal Step Method was set up by A. TOUREILLE in 1987 [1]. It allows the determination of the remnant electric field and of the distribution of the remnant charge density in an insulating sample. The method is based on the measurement and the digital processing of the current resulting from the variation of the electrode image charges when a temperature wave (step) crosses the sample.

The measurement of the current is made on a hydraulic bench. A negative temperature step is created by the circulation of a cold liquid (glycol at -10°C) in a radiator adjoined to the sample's geometry (flat shaped, cylindrical, cone shaped...). In figure 1 we present the

0304-3886/97/$17.00 © Elsevier Science B.V. All rights reserved.
PII S0304-3886(97)00051-X

diagram of a bench used to measure the space charge distribution in flat samples. The principle is similar for cylindrical (cable-type) or conical samples.

2.2. Theoretical aspects of the method

Let us consider an insulating plate of thickness d and of area S, placed between two electrodes of abscissas x=0 and x=d. A charge Q_i to the abscissa x_i induces on the electrodes (by total influence) two image charges Qi_1 and Qi_2 such that :

$$Qi_1=-(D-x)Qi/d \text{ and } Qi_2=-x\,Qi/d \quad (1)$$

The electrodes are in short-circuit through a low impedance measuring device.

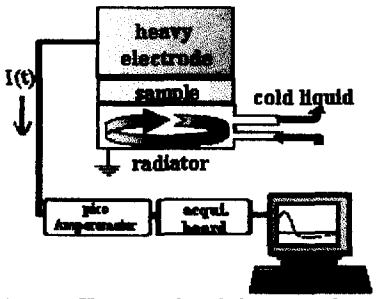


Figure 1. Hydraulic bench for space charge measurement on flat samples

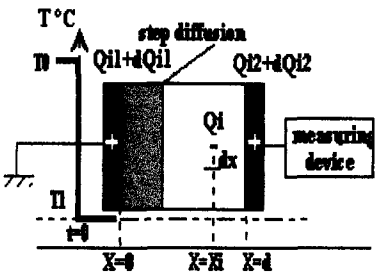


Figure 2. Diagram of the principle

The system is balanced. If a thermal step is now applied on the electrode of abscissa x=0, the diffusion of heat in the sample causes a dilatation or a contraction of the material (depending on the sign of the thermal step) and a variation of its permittivity (fig 2). The small displacement of the charge Qi and the variation of the permittivity modifies the balance of the influence charges on the electrodes, and therefore leads to the appearance of a measurable current in the external circuit.

We can extend this principle to a charge density $\rho(x)$ in the insulator. We can consider that the following hypotheses are correct :

- The charge density is homogeneous in the directions parallel to the surface area. In this condition, ρ depends only on the abscissa x,

The Poisson equation gives : $\rho(x)=\varepsilon dE(x)/dx$ (2)

where E(x) is the distribution of the electric field.

A. TOUREILLE [2] proved that the current measured in the external circuit is of the form :

$$I(t) = -\alpha C\int_0^D E(x)\frac{\partial T(x,t)}{\partial t}dx \text{ with } \alpha = -\frac{1}{C}\frac{\delta C}{\delta T} \text{ and C the capacitance of the sample} \quad (3)$$

3.RESULTS OF PEI

The PEI 1 is a high performance thermoplastic material. The combination of high temperatures resistance, low moisture absorption and excellent dielectric properties makes this PEI a superior choice for a broad range of electrical applications.

The PEI 2 offers a very good resistance to chemical products and a relatively low smoke generation on exposure to fire. It is well suited to applications requiring excellent load-bearing capabilities in a continuously high temperature environment.

The PEI 3 is composed of 30% glass which gives very good mechanical qualities, and it equally resists to high temperatures.

3.1. Preliminary measures

All the samples are passed by the assessment bench to verify if their remnant charges, after fabrication, are measurable. These measures allow the evaluation of the various effects of the manufacturing process on the insulators. The three PEI's we studied showed very low remnant charge densities (below 1 mC/m^3).

3.2. The poling of the samples

In the following, we will call 'poling' the submission of a sample to high voltage.

Each sample was placed in a stream room at 125°C and submitted to a continuous voltage of -35kV during 1 hour, 20 hours and 60 hours.

Before characterisation by the thermal step method, the test pieces were placed in short circuit for 30 minutes in order to eliminate an eventual conduction current which could have disturbed the measure.

3.3. Measurements on PEI

Figure 4 represents the remnant charge density in PEI 1 after 1, 20 and 60 hours of poling. We can note that this material has the tendency to charge progressively. The charge density still remains weak.

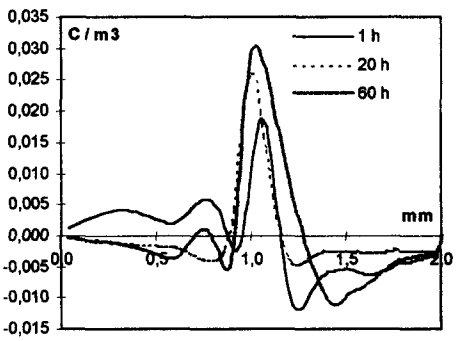


Figure.4.Space charge density distributions in PEI 1

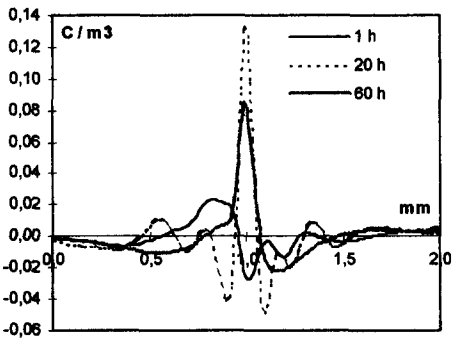


Figure.5. Space charge density distributions in PEI 2

Figure 5 shows the remnant charge density in PEI 2 after 1, 20 and 60 hours of poling. It can be seen that this material rapidly charges and reaches a maximum after 20 hours. A part of the charge is evacuated after 60 hours of poling. Nevertheless, its charge density remains high.

Figure 6 represents the remnant charge in PEI 3 after 1, 20 and 60 hours of poling. The material charges very quickly and reaches its maximum after only 1 hour of poling, before evacuating a part of its charges. Its rate of charging remains weak.

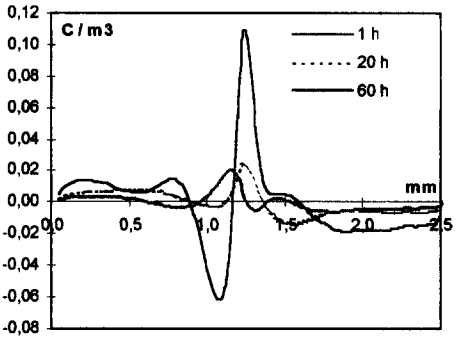


Figure.6. Space charge density distributions in PEI 3

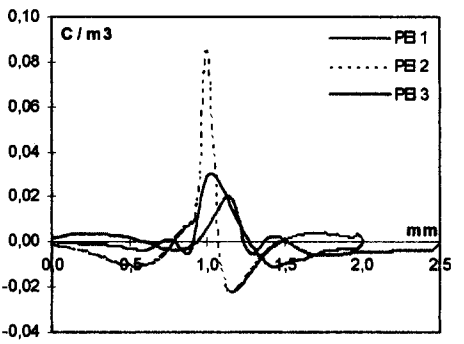


Figure.7. Charge density distribution in the three PEI's after 60 hours of poling

Figure 7 represents the remnant charge in the three PEI after 60 hours of poling. We can deduce that PEI 1 and 3 have similar remnant charge levels after 60 hours (weaker than PEI 2).

3.5. Analysis of the results

The weak capacity of PEI 1 and 2 to accumulate charges makes them interesting materials, especially for use under strong electric fields and even under high temperatures (125°C). Moreover, destructive breakdown measures proved their good breakdown field (70 kV/mm for PEI 1 and 67 kV/mm for PEI 2).

These materials are therefore adapted to heavy duty (strong electric fields, high temperature and even chemical stress). However, they do not support high mechanical stress.

The distribution of the space charge in PEI 3 shows its capacity to evacuate the charge. This quality is due mainly to the strong proportion of glass (30%) which PEI 3 contains. Some measures of electrical conductivity made at 125°C confirmed this hypothesis ($\sigma = 1.1\ 10^{-12}\Omega^{-1}*m^{-1}$). The measure of dielectric rigidity of PEI 3 reveals a lower breakdown field than the ones of PEI 1 and 2 (46 kV/mm compared with 67 and 70 kV/mm).

This places us in a difficult situation, between a risk of thermal breakdown and a risk of electronic breakdown [4]. The proportion of glass in the material increases the risk of percolation.

It seems that a decrease of the glass ratio in the material could improve its electrical properties.

4. RESULTS ON FILLED EPOXYDE SYSTEMS

Note : Between the manufacturing and the experiments, the samples passed several month in non-controlled atmosphere.

4.1. Study Before Poling

This study makes it possible to obtain information on the presence of space charges from the very manufacturing.

Just after their preparation (deposit of 2 electrodes in vacuum), the samples were measured on the thermal step bench. In spite of the low and very noisy signals, we were able to detect a measurable electric field (consequently, greater than 10 V/mm) and a measurable remnant space charge density (greater than 1 mC/m^3) in the 3 tested samples

4.2. Study After Submission to Stress

The samples were submitted to a continuous voltage of 10 kV (Anode to plus) during 24 hours, in a stream room at 70°C (this gives an applied electric field of 2.5 kV/mm).

Filled epoxyde systems samples :-System filled with Silica *GPD1*.
-System filled with Alumina *GPE1*.
-System filled with Wollastonite *GPF1*.

-measures before poling (fig. 8, 9).
-measures after poling (samples short-circuited 30' before measure) (fig. 10, 11).

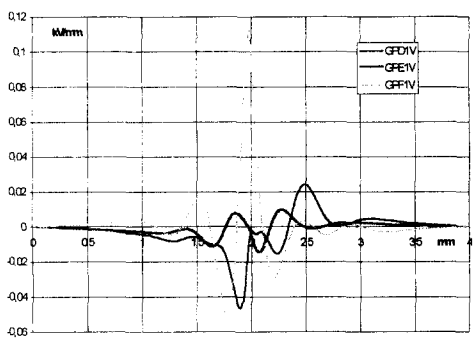


figure 8. Remnant electric field before poling

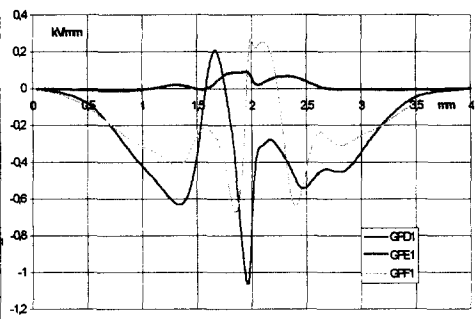


figure 10. Remnant electric field after stress application

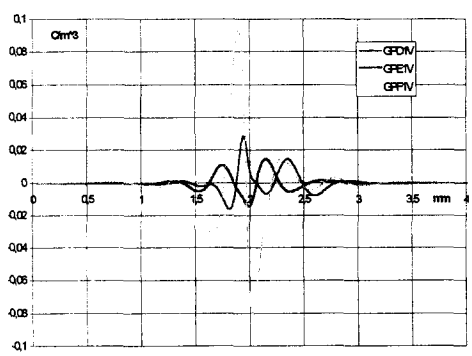


figure 9. Space charges distribution before poling

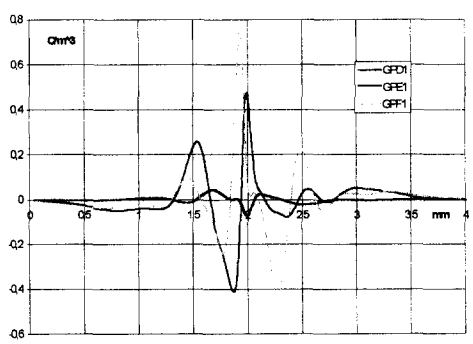


figure 11. Space charges distribution after stress application

4.3. Discussion of the Results

The results obtained before poling (without an applied electric field) revealed the presence of space charges since the process of manufacturing. In spite of the problems caused by the noise in the measured signals, the magnitude level was respected (fig. 8, 9).

The charges appear at the same place both before and after poling, but the amplitudes are significantly increased by the stresses (fig. 9, 11).

For the results obtained under no-load conditions(fig. 8), we can notice the remnant electric field circulation is almost nil. From figure 10 (which presents the electric field distribution after submission of samples to stresses), we can notice the appearance of a dominant phenomenon of polarization in most of the systems, excepting the *GPE1* system (which presents a very low local phenomenon of injection).

The space charge level of systems *GPD1* et *GPF1* are the highest

On the contrary, the *GPE1* system shows the weakest level of space charge (0.07 C/m^3 maximum).

The results we presented reveal fundamental differences between initially comparable materials and give information on the presence of space charges from the very manufacturing process [5].

The most reliable system is the *GPE1* one (filled with alumina), because it possesses the weakest space charge level.

This technique allows us to make the next classification, using the criteria of the space charge level : the *GPE1* is the best, followed by the *GPF1* and the *GPD1*.

5. CONCLUSION

The Thermal Step Method applied to polyetherimide and filled epoxyde systems samples allowed us to reveal their tendency to accumulate space charge when submitted to strong electric fields witch could lead to electric breakdown [6].

A classification of these materials has since been established thanks to this characterisation technique.

6. REFERENCES

[1] A.Toureille "Sur une méthode de détermination de la densité de charges d'espace dans le PE", JICABLE 87,pp89-103, September 1987

[2] A. Toureille, J-P Reboul, P. Merle, "Détermination des densités de charge d'espace dans les isolants solides par la méthode de l'onde thermique", J. Phys III 1, (1991), 111-123

[3] A Toureille, "Mesures de charges d'espace par la méthode de l'onde thermique : différentes techniques de validation numérique et expérimentales", Journal of Electrostatics, 32 (1994) 277-286.

[4] R Coelho and B Aladenize, "Les diélectriques" ed Hermes, table 6-13 p208.

[5] N. Vella, A. Toureille, U. Nilsson, "Study of the origin of space charge created during preparation of polyethylene plaques", Jicable 95.

[6] N. Vella, A. Toureille, N. Zebouchi, T.G. Hoang, "Precursory phenomenon of electric breakdown in polyethylene", REE Power cables and insulating materials science, pp102-106, August 96.

Available online at www.sciencedirect.com
SCIENCE DIRECT®
Journal of Electrostatics 64 (2006) 456–460
Journal of ELECTROSTATICS
www.elsevier.com/locate/elstat

Distribution du champ électrique sous haute tension continue et gradient de température dans le diélectrique des câbles extrudés

N. Didon[a], S. Agnel[a,*], J. Castellon[a], P. Notingher[a], A. Toureille[a], J. Matallana[b], H. Janah[b], P. Mirebeau[b], R. Coelho[b]

[a]*Laboratoire d'Electrotechnique de Montpellier, Université Montpellier 2, Montpellier, France*
[b]*NEXANS France, Calais, France*

Available online 15 November 2005

Résumé

Le projet de transport par câble extrudé à courant continu connaît actuellement un regain d'intérêt au niveau industriel mondial. Aussi les études sur la fiabilité de telles installations se poursuivent aussi bien dans les laboratoires universitaires qu'industriels. Parmi ces études figurent les travaux sur l'apparition et l'évolution de la charge d'espace dans les isolants synthétiques. Plusieurs méthodes ont été mises au point afin d'en étudier la distribution sur des échantillons plans ayant subit un vieillissement accéléré, c'est à dire en appliquant de fortes contraintes électriques et thermiques. Pour des raisons évidentes d'appréhension des phénomènes pouvant intervenir sur un câble en fonctionnement, il est essentiel de pouvoir effectuer des mesures du champ électrique total sur des câbles en conditions de service.

De récents développements de la Méthode de l'Onde Thermique (MOT) ont permis de mettre au point un outil plus adapté à cette exigence industrielle.
© 2005 Elsevier B.V. All rights reserved.

Mots-clé: Câble extrudé; Haute tension continue; Charge d'espace; Gradient thermique; Méthode de l'Onde Thermique

1. Introduction

Depuis plusieurs années, des études sur le câble à courant continu ont montré le rôle prépondérant de la charge d'espace dans la dégradation prématurée du diélectrique (modification du champ appliqué, augmentation locale du champ due à l'accumulation de la charge d'espace pouvant mener au claquage). Le vieillissement prématuré lié à la charge d'espace a également été pressenti. Ces études consistaient en des campagnes de vieillissement des câbles en les soumettant à leurs contraintes de fonctionnement (gradient de champ et de température) pendant des durées déterminées, et sur lesquels étaient effectuées périodiquement des mesures de charges d'espace après avoir au préalable supprimé les contraintes [7]. L'amélioration de la Méthode de l'Onde Thermique (MOT) permet aujourd'hui d'effectuer des mesures de charges d'espace sur des câbles en présence de leurs contraintes de fonctionnement, ce qui permettra à terme une étude directe de la formation et de la dynamique d'évolution de la distribution du champ interne. Notamment l'inversion du champ de Laplace induit par le gradient thermique et prévu théoriquement [1] pourra être étudié.

Nous rappellerons dans un premier temps le principe de la MOT sur câbles, puis nous présenterons le montage et le protocole permettant les mesures sous gradient de champ et de température ainsi que les mesures effectuées, et enfin nous terminerons par les premiers résultats obtenus.

2. Principe de la Méthode l'Onde Thermique sur câbles

Nous présentons ici le principe de la MOT sous champ électrique continu appliqué. La Fig. 1 montre le principe du montage: deux câbles identiques sont utilisés, l'un sur lequel va être effectuée la mesure et l'autre servant de câble de compensation afin de supprimer les courants de conduction et de polarisation induits par l'application d'un champ électrique continu.

*Corresponding author.
E-mail address: agnel@univ-montp2.fr (S. Agnel).

0304-3886/$ - see front matter © 2005 Elsevier B.V. All rights reserved.
doi:10.1016/j.elstat.2005.10.032

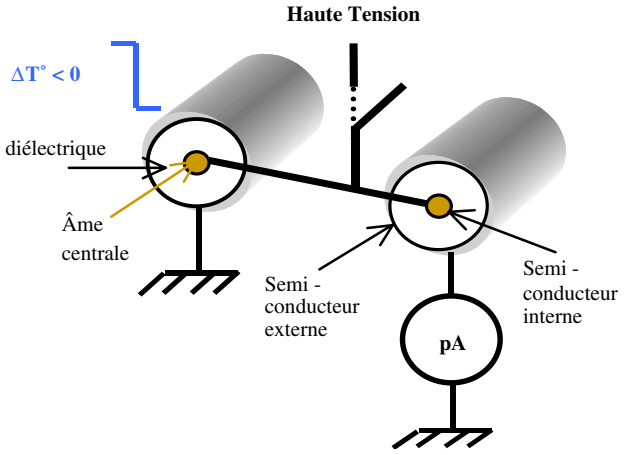


Fig. 1. Montage MOT sur câbles sous champ continu appliqué.

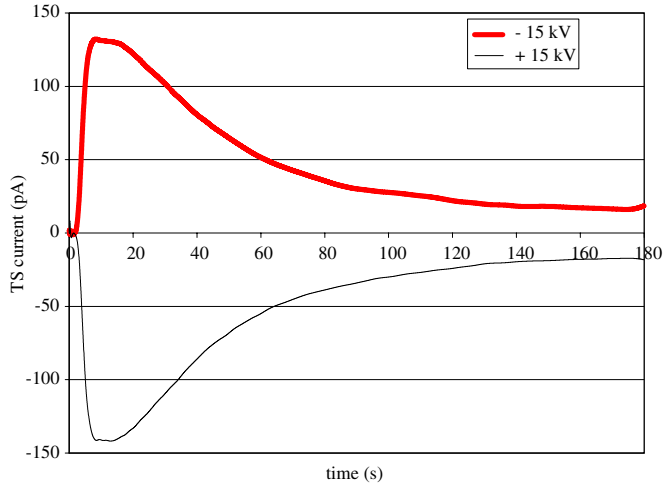


Fig. 2. Courants MOT de calibration pour deux potentiels appliqués (±15 kV) sur l'âme centrale des 2 câbles.

Le processus de mesure se déroule en deux temps, avec tout d'abord l'application d'un potentiel sur l'âme centrale de deux câbles placés en parallèle. Ensuite, pour réaliser la mesure du signal MOT, la source de tension est déconnectée afin d'éviter toute recombinaison de charges à travers celle ci, et un échelon thermique est appliqué sur le semi-conducteur extérieur du câble de mesure.

Les variations dimensionnelles et de permittivité relative du diélectrique engendrées par le passage de l'onde thermique provoquent un rééquilibrage des charges d'influences via le câble de compensation (les deux câbles sont maintenant en série) au travers de l'amplificateur de courant. On obtient un courant dont l'expression est:

$$I(t) = -\alpha \frac{C}{2} \int_{r_{ext}}^{r_{int}} E(r) \frac{\partial \Delta T(r,t)}{\partial t} \, dr, \quad (1)$$

où C est la capacité électrique d'un câble, $E(r)$ la somme du champ appliqué et du champ interne dû aux charges d'espace et $r_{ext}-r_{int}$ définit l'épaisseur du diélectrique.

La Fig. 2 présente les signaux MOT obtenus pour deux potentiels appliqués (±15 kV) en conditions isothermes (pas de gradient thermique avant la mesure des signaux).

Pour une explication plus approfondie de la méthode de l'onde thermique on se réfèrera à [2,3].

3. Montage expérimental et protocole pour mesures sous gradient de champ et de température

3.1. Montage expérimental

Le principe du montage est schématisé Fig. 3. Les mesures sont effectuées sur deux boucles de câble de 20 m présentant la même capacité électrique.

Le gradient thermique dans l'isolant de chaque câble est établi en faisant circuler un courant induit dans les deux câbles; une troisième boucle identique aux deux autres et parcourue par le même courant induit permet d'effectuer les mesures de températures sans perturber les mesures de courant MOT. Le montage permet l'acquisition des températures sur le conducteur central et sur la gaine en trois endroits différents sur la longueur du câble, ainsi que la température dans le diffuseur thermique.

Une installation permet également de connaître à tout instant la valeur du potentiel appliqué sur l'âme centrale des câbles.

Ainsi, le montage permet de connaître en permanence les gradients de champ électrique et de température appliqués à l'isolant du câble de mesure.

3.2. Protocole de mesure

Les différentes étapes du protocole de mesure sont les suivantes:

- établissement du gradient thermique (plusieurs heures avant d'atteindre un régime permanent);

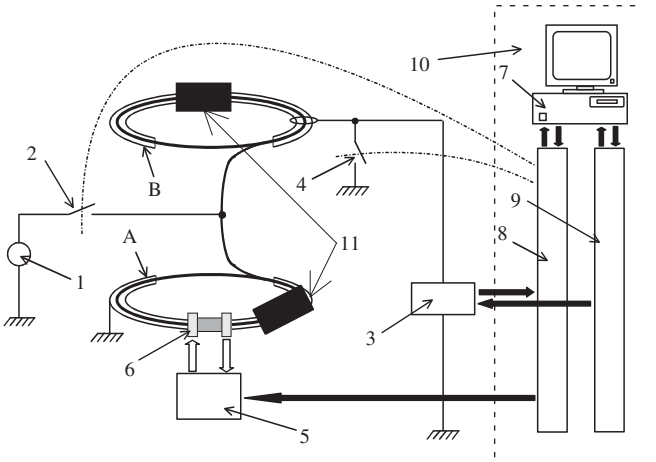


Fig. 3. Montage pour mesures sous Haute Tension continue: (A) Câble de mesure, (B) Câble de compensation, (1) Source HTDC, (2) relais HT, (3) Amplificateur de courant, (4) Relais BT, (5) Source cryogénique, (6) Diffuseur thermique, (7) ordinateur, (8) cartes de contrôle et d'acquisition, (9) Carte GPIB, (10) logiciel de contrôle, (11) Tores d'induction.

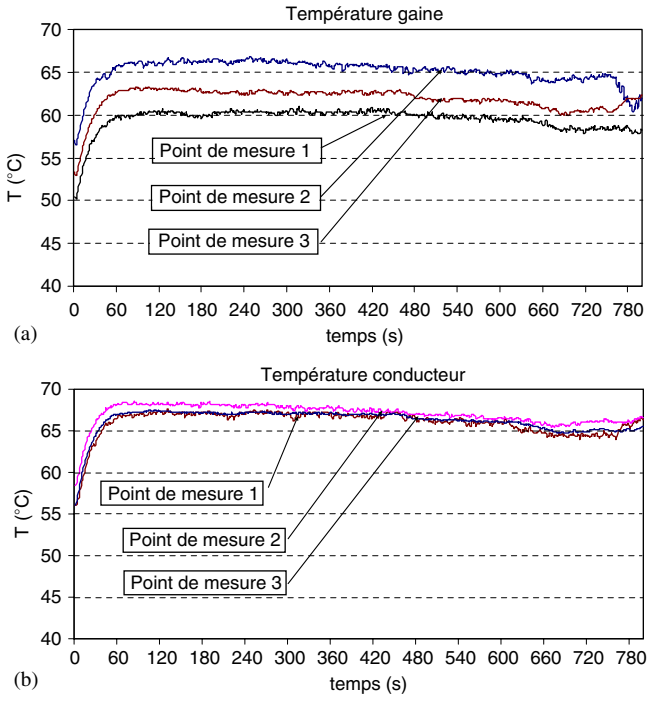


Fig. 4. Températures gaine (a) et conducteur (b) définissant le gradient thermique appliqué.

- application de la Haute Tension sur les conducteurs des deux boucles de câble pendant 3 min;
- déconnection de la Haute Tension et attente de la stabilisation du potentiel appliqué;
- arrêt du courant induit établissant le gradient thermique et lancement simultané de l'onde thermique (durée de la mesure: 180 s);
- rétablissement du gradient thermique initial: voir Fig. 4.

L'isolation des câbles est ainsi soumise à un gradient de température moyen de 10 °C, avec 70 °C sur le conducteur et 60 °C sur le semi-conducteur extérieur.

3.3. *Présentation des mesures effectuées*

Le montage permet d'effectuer des mesures pour différentes valeurs de potentiel appliqué et différentes valeurs d'échelon thermique. Nous présentons sur la Fig. 5 les courants obtenus pour un potentiel appliqué de $-150\,\text{kV}\ \pm 5\%$, nous pouvons observer, en comparaison avec une mesure isotherme (Fig. 2), une dérive du signal due au gradient thermique.

Afin de pouvoir déterminer la distribution du champ interne à partir de ces mesures, il nous a fallu séparer les contributions des divers phénomènes perturbant la mesure de courant lors de l'application de l'échelon thermique.

Ainsi, nous avons modélisé le montage comme décrit en Fig. 6, où C_1R_1 et C_2 R_2 représentent respectivement les capacités électriques et les résistances de l'isolant du câble de mesure et du câble de compensation.

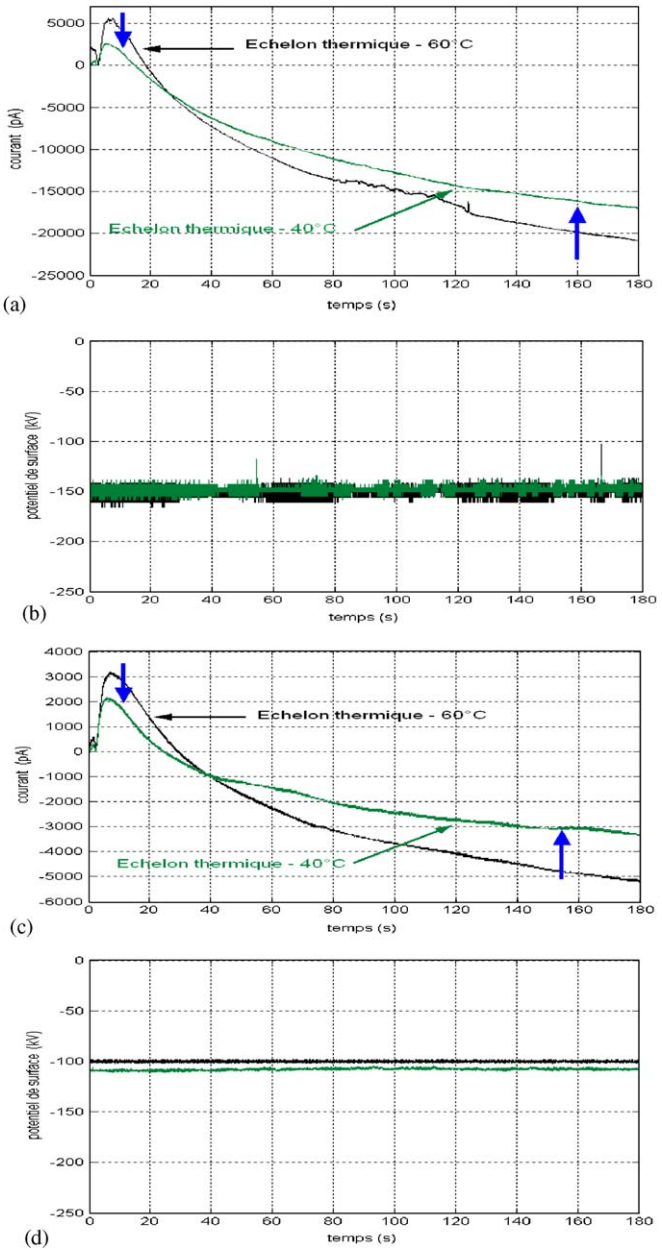


Fig. 5. Signaux mesurés ($I_{\text{mesuré}}$) (a–c) pour des potentiels appliqués d'environ −150 kV (b) et −100 kV (d), et 2 échelons thermiques différents: −60 et −40 °C.

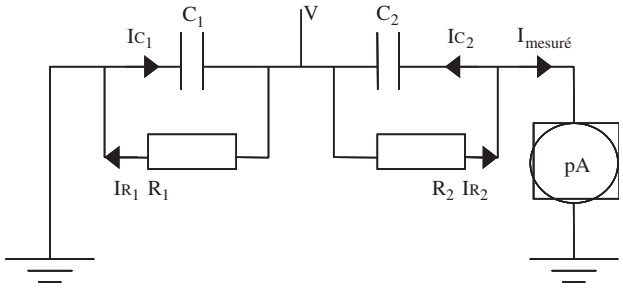


Fig. 6. Modélisation du montage MOT sur câbles.

La résistivité du matériau variant beaucoup plus que la capacité électrique avec la température, nous avons considéré que le courant mesuré ($I_{\text{mesuré}}$) était la somme du courant I_{MOT} (dû au charges d'espace), d'un courant de conduction $I_{\text{conduction mesuré}}$ engendré par la combinaison du gradient thermique (diminution de la résistivité) et d'un déséquilibre entre les résistances des deux câbles (non compensation des courants de conduction). Nous avons donc effectué des mesures de courant de conduction afin d'évaluer le déséquilibre existant entre les résistances de la partie isolante des deux câbles (Fig. 7) en l'absence d'onde thermique.

De plus, la diminution du courant de dérive avec la diminution de l'échelon de température (flèches Fig. 5) nous a conduit à prendre en compte la variation de résistance engendrée par le passage de l'onde thermique sur le câble de mesure [4].

Après calculs, nous avons pris en compte cette résistance variable sous la forme:

$$R(t) = \frac{R_0}{\ln(r_{\text{ext}}/r_{\text{int}})} \int_{r_{\text{int}}}^{r_{\text{ext}}} \frac{\mathrm{d}r}{r} \exp\left(-\frac{E_T \Delta T(x,t)}{kT_0^2}\right), \tag{2}$$

où E_T est l'énergie d'activation des pièges participant à la conduction, T_0 la température initiale du semi-conducteur externe et $\Delta T(x,t)$ la propagation de l'échelon thermique. Avec $R_0 = \rho_{70}(\ln(r_{\text{ext}}/r_{\text{int}})/2\pi h)$ la résistance de la partie isolante du câble sous le diffuseur thermique avant le passage de l'onde thermique, ρ_{70}la résistivité du diélectrique à 70 °C, et h la longueur du câble sous le diffuseur.

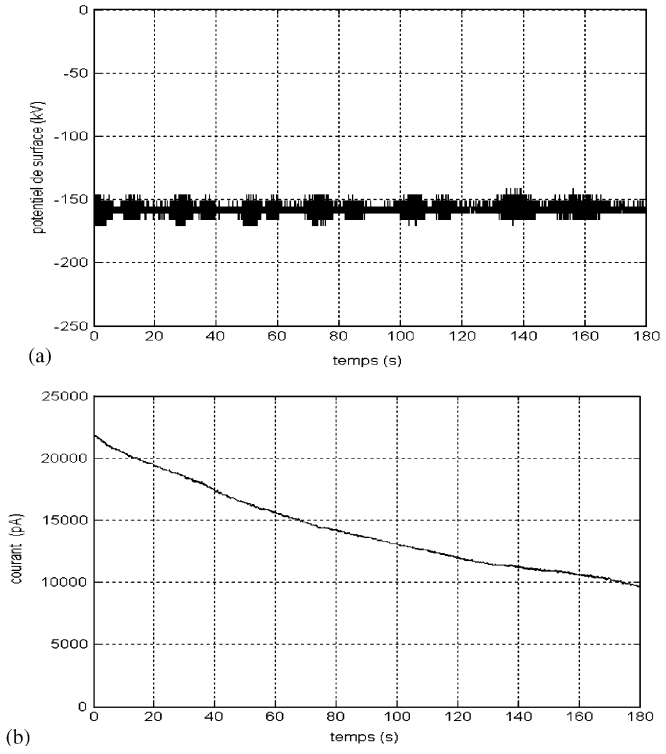


Fig. 7. Potentiel appliqué et courant de conduction ($I_{\text{conduction mesuré}}$) en l'absence d'échelon thermique.

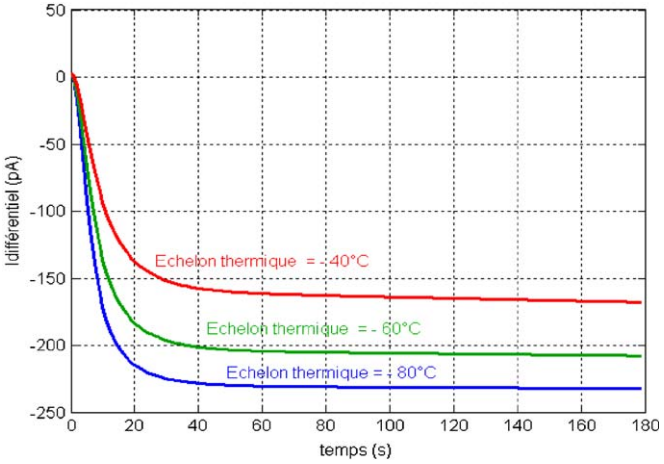


Fig. 8. Courants $I_{R(t)}(t)$ simulés pour $V = -150\,\text{kV}$, $E_T = 0.8\,\text{eV}$ et 3 échelons thermiques de −40, −60 et −80 °C.

Dans nos simulations, nous avons opté pour une valeur de $E_T = 0,8\,\text{eV}$ en accord avec *Tanaka* [8].

Le courant engendré par cette résistance variable est de la forme:

$$I_{R(t)}(t) = V\left(\frac{1}{R_0} - \frac{1}{R(t)}\right), \tag{3}$$

où V est le potentiel appliqué sur les conducteurs.

Sur la Fig. 8, sont représentées les simulations que nous avons effectuées de ce courant $I_{R(t)}(t)$ pour trois échelons thermiques différents.

Finalement, nous pouvons écrire que le courant mesuré ($I_{\text{mesuré}}$) sous gradient de champ électrique et de température est la somme de 3 courants:

- le courant de MOT «classique» dû au rééquilibrage des charges d'influence appelé I_{MOT};
- le courant de conduction dû au gradient thermique et à une différence de résistance des 2 câbles de mesure (que nous avons mesuré) appelé $I_{\text{conduction mesuré}}$;
- le courant dû à la variation de résistance engendrée par le passage de l'onde thermique sur le câble de mesure appelé $I_{R(t)}$.

$$I_{\text{mesuré}} = I_{\text{MOT}} + I_{\text{conduction mesuré}} + I_{R(t)}. \tag{4}$$

A partir des mesures effectuées et du courant $I_{R(t)}$ simulé, il est donc possible de remonter au courant d'onde thermique I_{MOT} permettant d'établir la distribution du champ électrique interne

$$I_{\text{MOT}} = I_{\text{mesuré}} - I_{\text{conduction mesuré}} - I_{R(t)\,\text{simulé}}. \tag{5}$$

4. Résultats des mesures de charge d'espace sur câbles soumis à un gradient de champ électrique et de température

Sur la Fig. 9, sont représentés les courants sur lesquels ont été effectuées les opérations décrites dans la partie

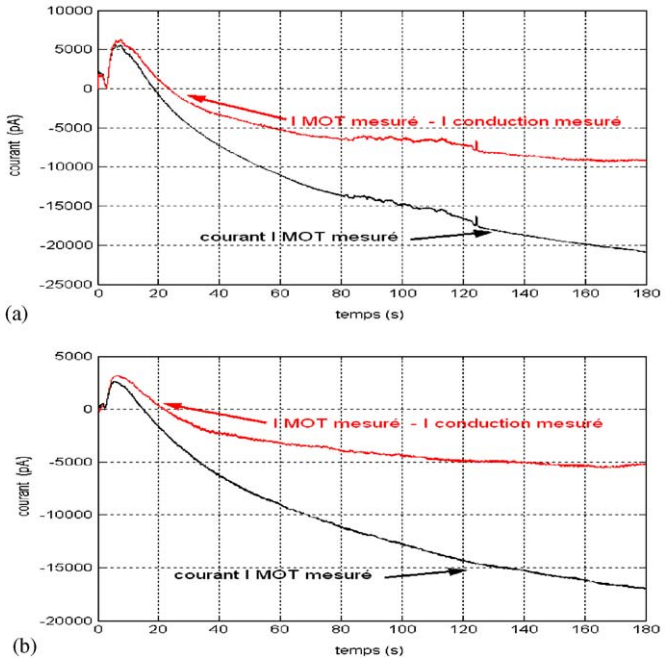


Fig. 9. Courants mesurés et courants modifiés pour deux échelons thermiques (−60 °C (a) et −40 °C (b)) et −150 kV appliqué sur conducteur.

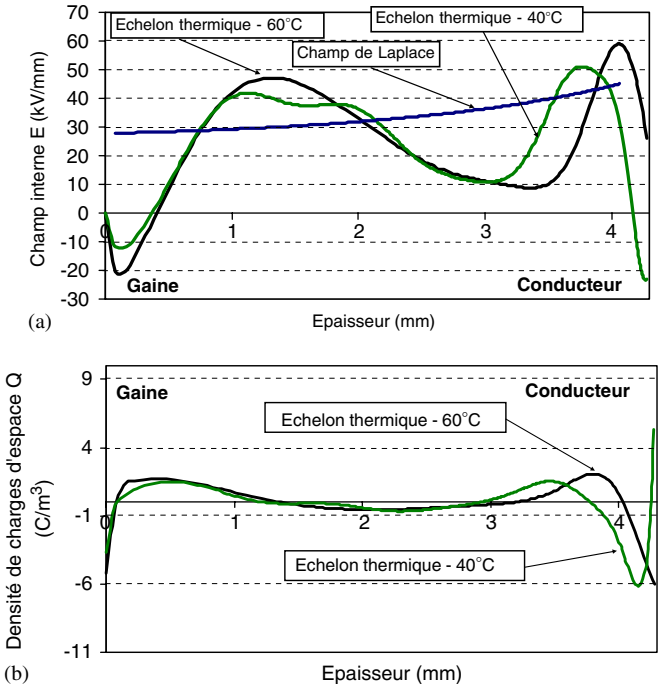


Fig. 10. Distribution du champ électrique interne (a) et de la charge d'espace (b).

précédente, afin de déterminer la distribution du champ électrique interne dans l'épaisseur d'isolant.

Sur la Fig. 10, sont représentées les distributions du champ électrique interne et de la charge d'espace dans le diélectrique (la gaine du câble se trouve sur la gauche et le conducteur sur la droite de la Fig. 10). Pour une étude des différentes techniques de traitement des courants MOT on se référera à [5,6].

Nous pouvons observer sur la Fig. 10 que la présence des charges d'espace induit une distorsion du champ électrique interne sur l'épaisseur de l'isolant (voir la comparaison avec le champ de Laplace).

D'autre part, les résultats obtenus pour deux valeurs d'échelon thermique différentes (−40 et −60 °C) montrent des distributions de champ et de charges sensiblement équivalentes. La concordance de ces résultats semble montrer la cohérence du protocole appliqué au courant mesuré (voir paragraphe 3).

5. Conclusion

Cette série d'expériences constitue une amélioration de la procédure de mesure des distributions de champ électrique et de charge d'espace dans le diélectrique d'un câble soumis aux conditions réelles de fonctionnement en régime continu. Les résultats font apparaître la possibilité de parvenir à ce type de mesure à condition de prendre en compte les évolutions dues au gradient de température.

Ces évolutions permettent de mieux cerner les conditions de mesure conduisant alors aux résultats représentatifs de la réalité.

Les mesures effectuées montrent notamment la forte influence des charges d'espace qui modifient sensiblement le champ électrique par rapport au champ de Laplace, et ce après quelques heures de polarisation sous champ électrique moyen (≈30 kV/mm) et sous gradient de température.

Références

[1] B. Aladenize, R. Coelho, F. Guillaumond, P. Mirebeau, On the intrinsic space charge in a DC power cable, J. Electrostat. 39 (1997) 235–251.

[2] P. Notingher Jr., S. Agnel, A. Toureille, The thermal step method for space charge measurements under applied DC field, IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul. 8 (6) (2001) 985–994.

[3] S. Agnel, P. Notingher Jr., A. Toureille, J. Castellon, S. Malrieu, Study of space charge dynamics directly in power cables using the thermal step method, in: CEIDP 99: IEEE Annual Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Austin, USA, 17–20 October 1999, pp. 50–53.

[4] N. Didon, S. Agnel, J. Castellon, S. Malrieu, A. Toureille, J. Matallana, H. Janah, P. Mirebeau, R. Coelho, In-situ measurement of space-charge distribution in highly stressed samples, in: CEIDP 2003: IEEE Annual Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, 19–22 October 2003, pp. 257–260.

[5] A. Toureille, Mesures de charge d'espace par la méthode de l'onde thermique: différentes techniques de validation numérique et expérimentale, J. Electrostat. 32 (1994) 277–286.

[6] P. Notingher Jr., S. Agnel, A. Toureille, Recent advances in calculating space charge distribution by processing the signals obtained using the thermal step method, in: CEIDP 98: IEEE Annual Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Atlanta, USA, October 1998, pp. 154–157.

[7] S. Agnel, P. Notingher Jr., A. Toureille, Etude de la cinétique des charges d'espace dans l'isolant des câbles de transport de l'énergie, 2ème Conférence de la Société Française d'Electrostatique "SFE2000", Montpellier, France, 10–11 Juillet 2000, pp. 38–43.

[8] T. Tanaka, Optical absorption and electrical conduction in polyethylene, J. Appl. Phys. 44 (5) (1973) 2430–2432.

Determination of Electric Field and Space Charge in the Insulation of Power Cables With the Thermal Step Method and a New Mathematical Processing

Petru Notingher, Jr., *Member, IEEE*, Alain Toureille, Serge Agnel, and Jérôme Castellon

***Abstract*—This paper proposes a technique for determining the distributions of the electric field and space charge in the insulation of power cables by using the data acquired with the thermal step method (TSM). The TSM consists of applying a low-temperature step to a short-circuited or dc-energized cable and of acquiring a transient capacitive current. The processing technique described in this paper is based on a series decomposition of the electric field, the coefficients of the series being identified via the measured current. The accuracy and the stability of the calculation method are evaluated by simulations performed using various distributions of the electric field and different noise levels. An application of the technique to space charge measurements in a dc conditioned power cable is then presented.**

***Index Terms*—High-voltage cable, power cable, space charge, thermal step method (TSM).**

NOMENCLATURE

a_n	Series terms [see (7), (8), (9), and (12)].
b_n	Series terms [see (7), (8), (9), and (12)].
C	Electrical capacitance of the sample.
d	Thickness of cable insulation ($d = R_\mathrm{e} - R_\mathrm{i}$).
f_n	Series components [see (10) and (13)].
g_n	Series components [see (10) and (13)].
$I(t)$	Thermal Step (TS) current.
$I_\mathrm{C}(t)$	"Core" current [see (6)].
l	Sample length.
R	External radius of the cable insulation including equivalent thickness ($R = R_\mathrm{e} + x_0$).
R_e	External radius of the cable insulation.
R_i	Internal radius of the cable insulation.
r	Radius coordinate of the cable insulation ($r \in [R_\mathrm{i}, R_\mathrm{e}]$).
T	Absolute temperature.
W	Reciprocal of the thermal diffusivity.
x	Depth coordinate ($x = R - r$).
x_0	Equivalent thickness of the liquid/insulator interface.
ΔT	TS amplitude.
$\Delta T(r,t)$	Relative variation of the temperature within the sample.
α	TS physical constant [see (1)].
ε	Dielectric permittivity.
ρ	Space charge density.

Paper MSDAD-07-32, presented at the 2006 ESA/IEEE/IEJ/SFE Joint Conference on Electrostatics, Berkeley, CA, June 20–23, and approved for publication in the IEEE TRANSACTIONS ON INDUSTRY APPLICATIONS by the Electrostatic Processes Committee of the IEEE Industry Applications Society. Manuscript submitted for review October 31, 2006 and released for publication May 19, 2008. Current version published January 21, 2009.

The authors are with the Institut d'Electronique du Sud—Groupe Energie et Matériaux, Université Montpellier 2, 34095 Montpellier Cedex 5, France (e-mail: petru.notingher@ies.univ-montp2.fr; serge.agnel@ies.univ-montp2.fr).

Color versions of one or more of the figures in this paper are available online at http://ieeexplore.ieee.org.

Digital Object Identifier 10.1109/TIA.2008.2009612

I. INTRODUCTION

IT IS COMMON knowledge that when an insulating material is subjected to a high electric field, charges injected at electrodes or coming from the material itself accumulate in the bulk. These space charges generate an electric field which locally disturbs the applied field, and may lead, across the insulation, to field distributions significantly different from the ones calculated in the absence of space charge (Laplace field). The effect of space charge accumulation in an insulating material can be highly detrimental, going from accelerated ageing to premature dielectric breakdown. The electric field real distribution is therefore a parameter to be taken into account for an optimal design and operation of cable insulation, particularly in the case of extruded dc cables, which have been recently the subject of growing interest.

In the past several years, several nondestructive techniques for measuring space charge in solid insulators have been set up [1]–[3]. These methods are based on applying an external stimulus (pressure or thermal) to the sample containing space charge, and on analyzing a voltage or current response. One of these techniques, called thermal step method (TSM), is based on the propagation of a thermal wave, which generates a temporary and slight local displacement of the space charge and a slight local variation of the permittivity. This is reflected at electrodes by a variation of the induced charges (capacitive current), which allows one to determine the distribution of the residual electric field and charge density across the sample. The TSM is applicable to any structure presenting a geometry for which the distribution of the temperature can be calculated with respect to time and space, which is the case of dc and ac power cables insulation [4]. A radial evaluation of the residual space charge and electric field in the cable insulation can be obtained by TSM.

The subject of this paper is to describe a new robust processing technique for determining the electric field and space charge repartitions in the insulation of power cables using the signals acquired with the TSM. After exposing the calculation method principle, this paper focuses on its validation with smooth

0093-9994/$25.00 © 2009 IEEE

Authorized licensed use limited to: IEEE Xplore. Downloaded on January 22, 2009 at 08:58 from IEEE Xplore. Restrictions apply.

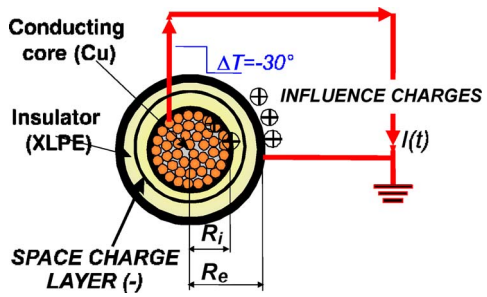


Fig. 1. Principle of the TSM in a power cable.

and noisy simulated thermal step signals. Results obtained by applying the technique to thermal step currents obtained experimentally from a dc conditioned power cable are then presented.

II. Theory

A. Some Aspects Concerning the Application of the TSM to a Power Cable

The TSM was described in detail elsewhere ([3]–[9] and references herein). The following paragraphs bring in focus only several aspects concerning the application of the TSM to a power cable, which are needed for easing the comprehension of this paper.

Let us consider a sample of power cable of length l, with a homogeneous insulation containing trapped charges and placed in short-circuit at room temperature T_0 (Fig. 1). The insulation has a cylindrical structure, of internal radius R_i and external radius R_e. We assume that all the points placed on the surface of a cylinder of radius $r \in [R_\mathrm{i}, R_\mathrm{e}]$ are in the same electrical state. On this surface, the trapped charge density $\rho(r)$ is considered as constant.

If the thermal balance of the cable is affected by a thermal step $\Delta T = T_0 - T_1$ applied on the outer semicon layer (sharp cooling with a liquid circulating in a heat exchanger), the electrostatic balance of the system is changed. This is due to the contraction of the cable's insulator, which causes a slight and reversible relative movement of the space charge within the sample, and to the slight variation of the electric permittivity ε of the insulator with the temperature. As the system tends to rebalance, the influence charges on the electrodes are redistributed. Hence, charge transport occurs from an electrode to the other in the external circuit. This corresponds to an external current, given by [5]

$$I(t) = -\alpha C \int_{R_\mathrm{e}}^{R_\mathrm{i}} E(r) \frac{\partial \Delta T(r,t)}{\partial t} dr \tag{1}$$

where $\alpha = (1/r)(dr/dT) - (1/\varepsilon)(d\varepsilon/dT)$ is a constant of material, C is the electrical capacitance of the cable, $E(r)$ is the radial electric field distribution, and $\Delta T(r,t)$ is the relative temperature distribution in the cable : $\Delta T(r,t) = T(r,t) - T_0$. Equation (1) is also valid if the cable is submitted to a dc voltage V [6].

B. Principle of the Mathematical Processing

The main techniques for computing the electric field from (1) have been the Bessel–Fourier technique [5] and the successive differentiation technique [7], [8]. Set up in the early 90s, the Bessel–Fourier technique solves the heat equation in cylindrical geometry using a two-thermal-sources model and Bessel–Fourier series. With the aid of Bessel–Fourier terms, the thermal step current is then written as a series of exponential terms, with coefficients and arguments obtained by the constants separation method [5]. The Bessel–Fourier technique was time-consuming and quite difficult to implement on the computers available at that time.

If we consider the temperature propagation in the cable insulation as in a semi-infinite domain (only one thermal source), the temperature derivative across the cable insulation at any time t can be written as [7]

$$\frac{\partial \Delta T(r,t)}{\partial t} = \Delta T \frac{R_\mathrm{e}}{r} \frac{(R_\mathrm{e} - r)}{t} \sqrt{\frac{W}{4\pi t}} \exp\left(-\frac{W(R_\mathrm{e} - r)^2}{4t}\right) \tag{2}$$

where W is the reverse of the thermal diffusivity of the insulating material.

The presence of the external semicon and of the interface between the former and the cooling liquid, which attenuate and delay the thermal step, can be taken into account by adding to R_e a virtual "equivalent thickness" x_0 [5]–[7] which is determined by calibration. (The order of magnitude of x_0 is 1 to 2 mm.) Thus, it is considered that a perfect thermal step is applied at the coordinate $R = x_0 + R_\mathrm{e}$ from the center of the cable. Equation (2) becomes

$$\frac{\partial \Delta T(r,t)}{\partial t} = \Delta T \frac{R}{r} \frac{(R - r)}{t} \sqrt{\frac{W}{4\pi t}} \exp\left(-\frac{W(R - r)^2}{4t}\right). \tag{3}$$

By putting $d = R_\mathrm{e} - R_\mathrm{i}$ and $x = R - r$, (2) becomes

$$\frac{\partial \Delta T(r,t)}{\partial t} = \Delta T \frac{R}{R - x} x \sqrt{\frac{W}{4\pi t^3}} \exp\left(-\frac{W x^2}{4t}\right). \tag{4}$$

By inserting (4) in (1), we get

$$I(t) = -\alpha C \Delta T \sqrt{\frac{W}{4\pi t^3}} \int_{x_0}^{x_0 + d} E(x) \frac{R}{R - x} x \exp\left(-\frac{W x^2}{4t}\right) dx. \tag{5}$$

The successive differentiation technique is based on the approximation of the exponential function with a polynomial function of degree m. The electric field is obtained by deriving numerically $m + 1$ times a product which contains the measured current $I(t)$ and some material parameters. This technique has the considerable advantage of being simpler and less time-consuming than the Bessel–Fourier method: A processing algorithm based on this technique executes only basic mathematical operations, so it provides fast solutions and does not require a powerful computer. In contrast, the precision of the solution depends on the value of m, and thus

Authorized licensed use limited to: IEEE Xplore. Downloaded on January 22, 2009 at 08:58 from IEEE Xplore. Restrictions apply.

on the number of differentiations of the experimental signal. Consequently, obtaining accurate results may require significantly smooth thermal step currents, which are not always available, particularly in *in situ* installations for space charge measurements [4].

The calculation technique presented herein after does not require differentiation or polynomial approximation and is faster than the Bessel–Fourier technique. Its novelty resides in the decomposition of the electric field in a series and in calculating the terms of the series by linear regression using the measured current.

A form of the current normalized with respect to the material parameters and time, which we will call core current I_{C}, can be drawn from (5)

$$I_{\mathrm{C}}(t) = \frac{I(t)}{-\alpha C \Delta T \sqrt{\frac{W}{4\pi t^3}}} = \int_{x_0}^{x_0+d} E(x) \frac{R}{R-x} x \exp\left(-\frac{Wx^2}{4t}\right) dx. \quad (6)$$

The electric field $E(x)$ can be decomposed in Fourier series as

$$E(x) = \sum_{n=0}^{\infty} \left[a_n \cos\left(n\frac{2\pi}{d}x\right) + b_n \sin\left(n\frac{2\pi}{d}x\right)\right] \quad (7)$$

where

$$a_0 = \frac{1}{d}\int_{x_0}^{x_0+d} E(x)dx$$
$$a_n = \frac{2}{d}\int_{x_0}^{x_0+d} E(x)\cos\left(n\frac{2\pi}{d}x\right)dx$$
$$b_n = \frac{2}{d}\int_{x_0}^{x_0+d} E(x)\sin\left(n\frac{2\pi}{d}x\right)dx. \quad (8)$$

By using (7), the core current (6) can be written as

$$I_{\mathrm{C}}(t) = \sum_{n=0}^{\infty} a_n f_n(t) + b_n g_n(t) \quad (9)$$

where

$$f_n(t) = \int_{x_0}^{x_0+d} \cos\left(n\frac{2\pi}{d}x\right) \frac{R}{R-x} x \exp\left(-\frac{Wx^2}{4t}\right) dx$$
$$g_n(t) = \int_{x_0}^{x_0+d} \sin\left(n\frac{2\pi}{d}x\right) \frac{R}{R-x} x \exp\left(-\frac{Wx^2}{4t}\right) dx. \quad (10)$$

The calculation of the electric field across the cable insulation can be done via the following steps:

1) calculation of the temperature derivative with (4);
2) calculation of the core current I_{C} with (6), where $I(t)$ is the measured thermal step current;
3) computation of the functions f_n and g_n with (10);
4) identification of the terms a_n and b_n by linear regression with (9);
5) calculation of the field $E(x)$ as result of the sum (7).

The distribution of the space charge density $\rho(x)$ is then obtained with the relation

$$\rho(x) = \varepsilon\left(-\frac{\partial E(x)}{\partial x} + \frac{E(x)}{R-x}\right). \quad (11)$$

The Fourier series has difficulties in resolving steep distributions, where a large number of terms is needed for adequate representation. In the calculations presented herein after, we have used for decomposing the electric field a series which is close to Fourier series, but which converges faster than the latter in the studied range of insulating thicknesses

$$E(x) = \sum_{n=0}^{\infty} \left\{ a_n \cos\left[n\pi \frac{x - \left(x_0 + \frac{d}{2}\right)}{d}\right] + b_n \sin\left[n\pi \frac{x - \left(x_0 + \frac{d}{2}\right)}{d}\right]\right\}. \quad (12)$$

The expressions of the components f_n and g_n from (8) are, in this case,

$$f_n(t) = \int_{x_0}^{x_0+d} \cos\left[n\pi \frac{x-\left(x_0+\frac{d}{2}\right)}{d}\right] \frac{R}{R-x} x \exp\left(-\frac{Wx^2}{4t}\right) dx$$
$$g_n(t) = \int_{x_0}^{x_0+d} \sin\left[n\pi \frac{x-\left(x_0+\frac{d}{2}\right)}{d}\right] \frac{R}{R-x} x \exp\left(-\frac{Wx^2}{4t}\right) dx. \quad (13)$$

The series (12) allows one to diminish the number of terms (a_n, b_n) to be computed (thus decreasing calculation time) and to improve precision.

III. Simulations

The described technique was tested for accuracy with various distributions of space charge and electric field considered across insulating thicknesses used in commercially available cables. Thermal step currents have been simulated using the assumed field distributions and electrothermal parameters of cross-linked polyethylene, which is the main insulating material for medium and high-voltage cables. The simulated currents have then been processed with the algorithm presented in Section II, and the obtained solutions were compared to the imposed (original) curves.

Examples concerning three types of field and charge distributions (Laplace, polarization, and polarization + injection) are shown in Figs. 2 and 3. Thermal step currents corresponding to the application of a temperature step of $\Delta T = -30$ K to a power cable insulation containing the assumed field distributions have been simulated and processed. We assumed for the cable insulation the following dimensions: external

Authorized licensed use limited to: IEEE Xplore. Downloaded on January 22, 2009 at 08:58 from IEEE Xplore. Restrictions apply.

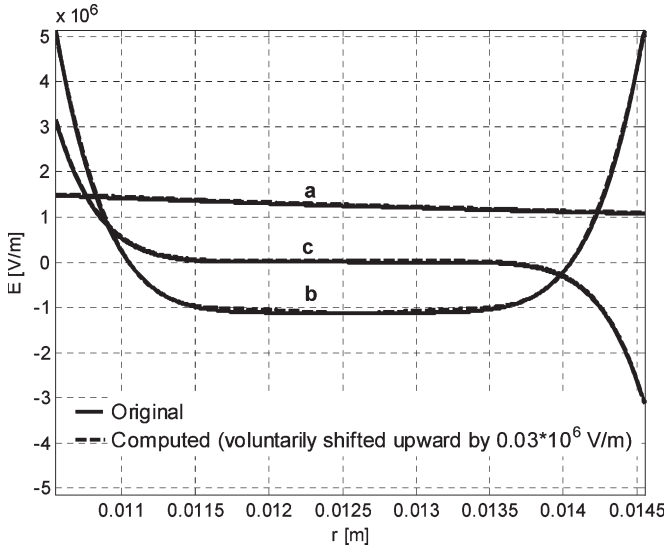


Fig. 2. Assumed ("original") and computed electric fields across the insulation of a power cable. (a) Laplace distribution (applied field). (b) Polarization distribution. (c) Polarization/injection distribution. (Left) Internal insulation radius is $R_{\rm i} = 0.0105$ m. (Right) External insulation radius is $R_{\rm e} = 0.01455$ m. To ease comparison, the computed distributions have been slightly shifted upward.

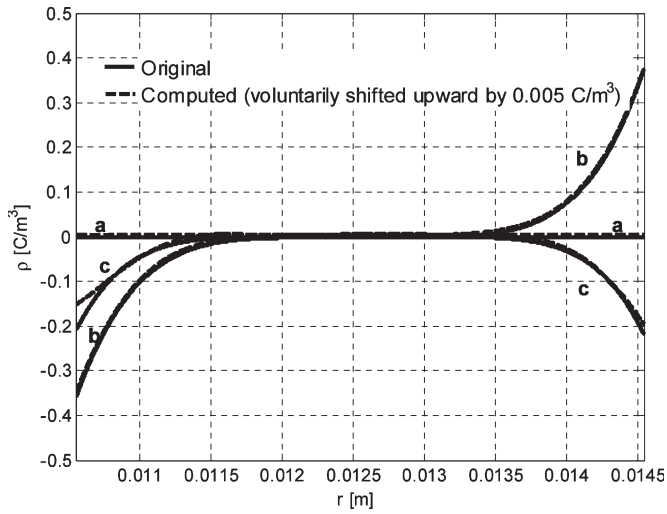


Fig. 3. Assumed ("original") and computed space charge densities across the insulation of a power cable. (a) Laplace distribution (applied field). (b) Polarization distribution. (c) Polarization/injection distribution. (Left) Internal insulation radius is $R_{\rm i} = 0.0105$ m. (Right) External insulation radius is $R_{\rm e} = 0.01455$ m. To ease comparison, the computed distributions have been slightly shifted upward.

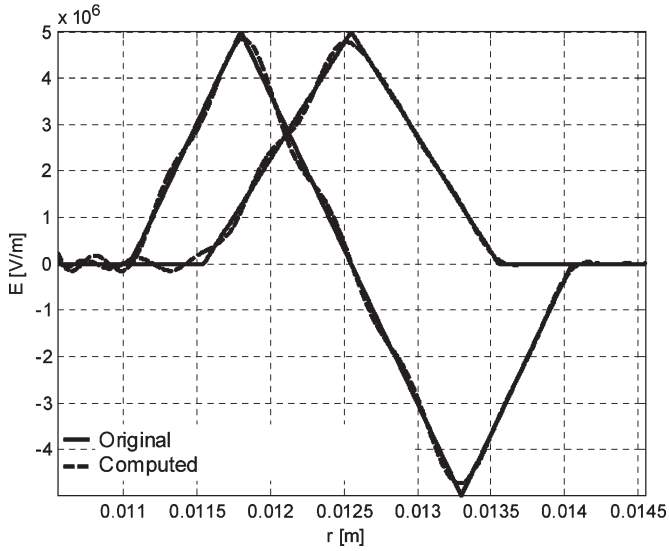


Fig. 4. Assumed ("original") and computed triangle-type electric field forms across the insulation of a power cable. (Left) Internal insulation radius is $R_{\rm i} = 0.0105$ m. (Right) External insulation radius is $R_{\rm e} = 0.01455$ m.

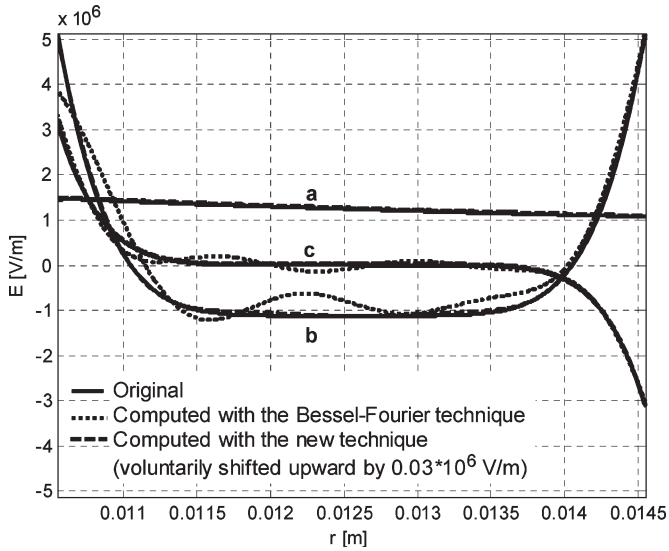


Fig. 5. Assumed ("original") and computed electric fields across the insulation of a power cable with the Bessel–Fourier technique [5] and with the technique proposed in this paper. Calculations on (a) Laplace distribution, (b) polarization distribution, and (c) polarization/injection distribution. (Left) Internal insulation radius is $R_{\rm i} = 0.0105$ m. (Right) External insulation radius is $R_{\rm e} = 0.01455$ m. To ease reading, the distributions computed with the new technique have been slightly shifted upward.

radius $R_{\rm e} = 14.55$ mm, internal radius $R_{\rm i} = 10.55$ mm, and length $l = 19$ cm. This corresponds to an insulation used in a 240-mm^2 ac medium voltage cable. The equivalent thickness of the liquid/insulator interfaces x_0 was taken equal to 1.3 mm.

Figs. 2 and 3 also show the results obtained by processing the simulated currents with the algorithm described in Section II. In order to ease reading, the calculated space charge profiles have been shifted upward by 0.005 C/m^3 and the calculated fields by $0.03 * 10^6$ V/m. In all figures, the conducting core is on the left, while the temperature diffuses from the right (simulation of a thermal step applied on the external semicon).

One can note that the difference between the original repartitions and the ones computed using the presented algorithm is low. In fact, without the performed shifting in Figs. 2 and 3, the computed and the original curves are indistinguishable one from the other, the relative error being less than 0.5%. The results have been obtained with eight terms of the series (12), the elementary cell of the calculation domain being of 4 μm. The computations on triangular field distributions from Fig. 4, even if they are physically quite unlikely to be encountered in real cables, are presented to show the possibilities of the algorithm (in this case, the number of computed series terms was 24). It is shown in Fig. 5 that the proposed algorithm gives better results

Authorized licensed use limited to: IEEE Xplore. Downloaded on January 22, 2009 at 08:58 from IEEE Xplore. Restrictions apply.

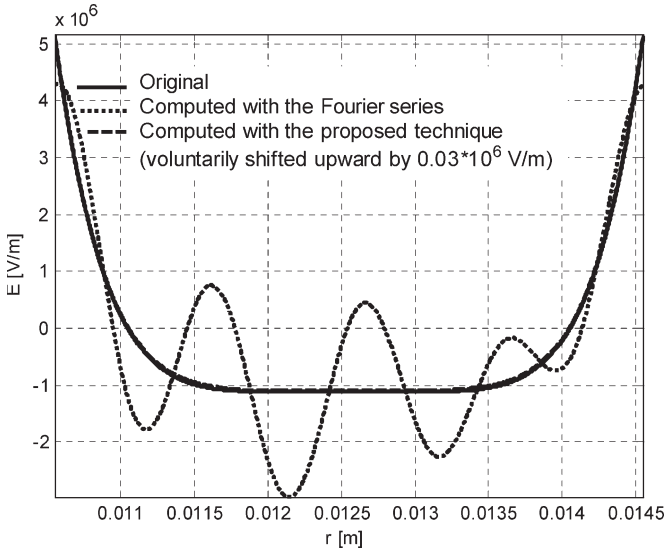


Fig. 6. Calculations made with the Fourier series and with the technique proposed in this paper to reconstitute a polarization-type field distribution. (Left) Internal insulation radius is $R_{\rm i} = 0.0105$ m. (Right) External insulation radius is $R_{\rm e} = 0.01455$ m. To ease reading, the distribution computed with the new technique has been slightly shifted upward.

than the Bessel–Fourier technique [5] (and consequently than the successive differentiation technique, which is less accurate than the Bessel–Fourier technique [6]). Moreover, Fig. 6 shows that the accuracy of the proposed series is much better than that of a classical Fourier series (eight series terms were used in both cases). The computation resolution of the proposed calculation method can be increased further; however, the resolution which can be achieved in a real cable depends on the homogeneity of the insulating material at all points placed on the surface of the cylinder of length l and radius r.

In order to test the stability of the solution with respect to the measurement noise, different levels of noise have been added to simulated signals. First, we assumed the three field distributions marked as "original" in Fig. 7(a)–(c) (thin solid lines, almost completely hidden by the thick solid lines). Thermal step simulations have then been performed with these fields and the parameters exposed earlier in this section, and we obtained the white smooth currents marked as "original" in Fig. 8(a)–(c). The field distributions computed from these three simulated signals are shown by the thick solid plots marked as "no noise" in Fig. 7(a)–(c), which superpose to the "original" field plots.

Three different levels of experimental noise (1.3, 2.6, and 5.2 pA) have then been added to each of the three simulated thermal step currents. The noise was acquired experimentally with the TSM bench [6] in an environment where TSM measurements are made usually. The simulated currents to which the noise of highest amplitude of 5.2 pA has been added are shown in Fig. 8. (The currents to which the noises of 1.3 and 2.6 pA have been added are not shown). In Fig. 7, the solutions obtained from currents to which noise of different amplitudes has been added, plotted with dotted and dashed lines, are compared to solutions obtained from smooth (original) currents. The noisy signals did not undergo filtering and have been processed with the same technique as the smooth currents. The plots from Fig. 7 show that the measurement noise has little

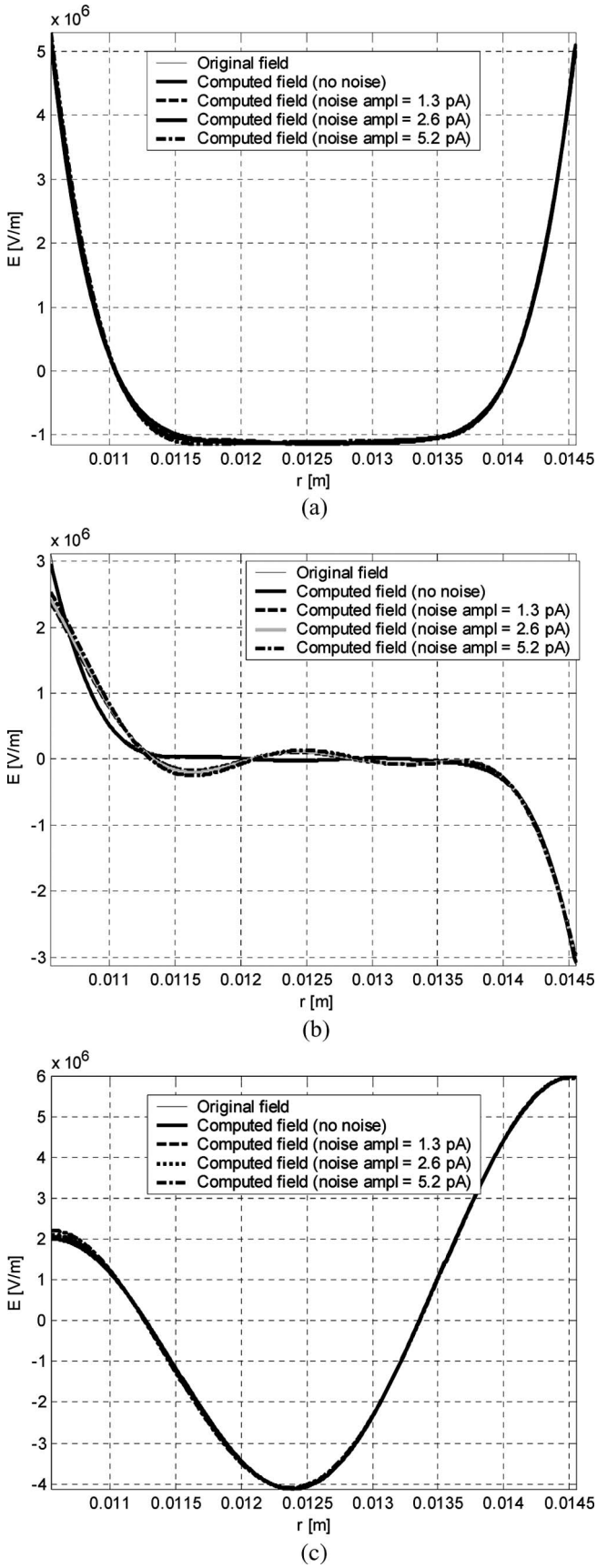


Fig. 7. Assumed ("original") electric field distributions compared to electric field distributions computed from the simulated thermal step current before and after addition of different levels of noise. (Left) Internal insulation radius is $R_{\rm i} = 0.0105$ m. (Right) external insulation radius is $R_{\rm e} = 0.01455$ m.

Authorized licensed use limited to: IEEE Xplore. Downloaded on January 22, 2009 at 08:58 from IEEE Xplore. Restrictions apply.

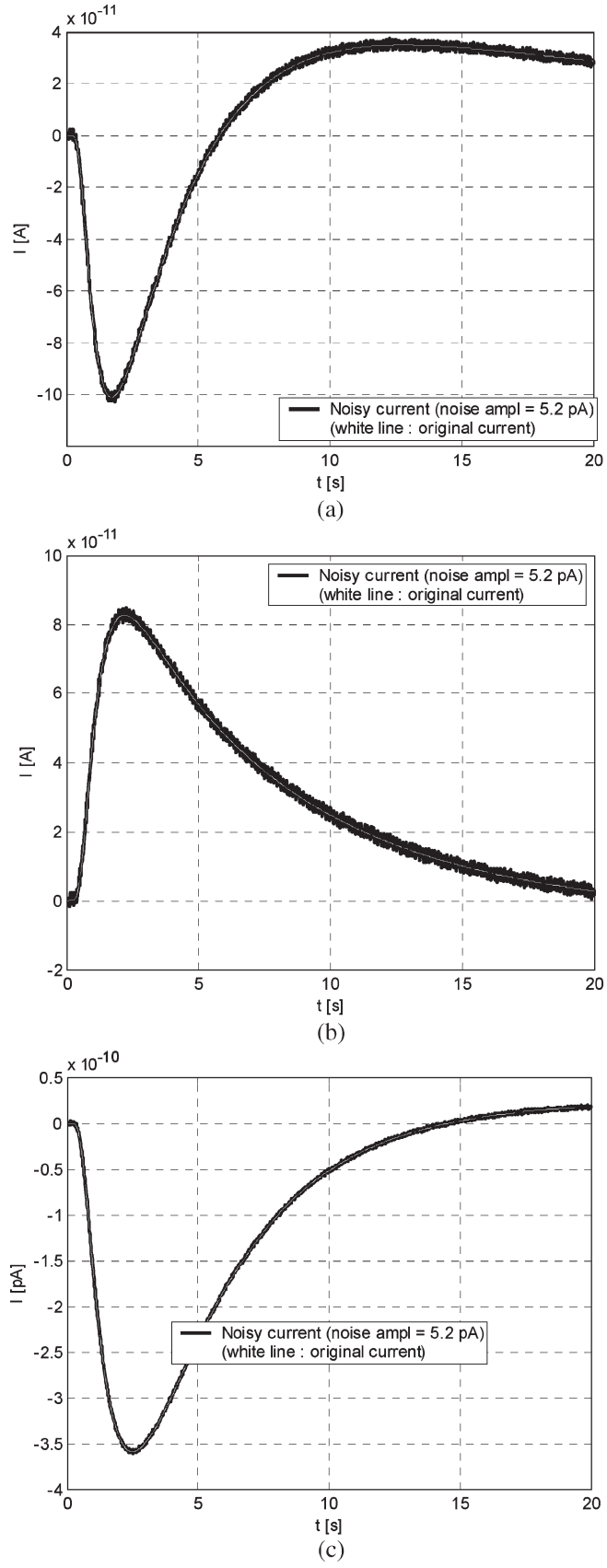


Fig. 8. Simulated thermal step currents to which experimental noise with amplitude of 5.2 pA was added. (a) Currents simulated with the original field distribution from Fig. 4(a). (b) Currents simulated with the original field distribution from Fig. 4(b). (c) Currents simulated with the original field distribution from Fig. 4(c).

impact on the computed solution, particularly if the signal-to-noise ratio is greater than 20, which is generally the case in thermal step experiments.

IV. Application

An application of the technique to a power cable conditioned under dc voltage is presented below. The insulation of the power cable used for the experiments had the following dimensions: external radius $R_{\mathrm{e}} = 11$ mm, internal radius $R_{\mathrm{i}} = 6$ mm, and length $l = 19$ cm. Thermal step measurements have been performed with a -23 K temperature step applied directly on the external semicon of the insulation by a cold liquid circulating in a thermal diffuser [6]. Before conditioning, it was checked out that the cable insulation was free of space charge (thermal step current equal to zero). The space charge and electric field distributions have then been obtained by processing thermal step signals recorded after each of the following three steps, performed in chronological order:

1) conditioning of the cable at $+20$-kV dc and room temperature during 24 h;
2) short circuit of the cable during 72 h at 60 °C;
3) conditioning of the cable at $+20$-kV dc and 60 °C during 24 h.

Before each thermal step measurement, the cable has been short-circuited during 30 min. The currents measured after each stage are shown in gray in Fig. 9.

The space charge and electric field distributions computed from the acquired currents with the method described above are shown in Figs. 10 and 11. The solutions were checked out by recalculating the thermal step signals with the (1) and by comparing them with the experimental currents. This is shown in Fig. 9. A good agreement between the two types of signals can be noticed for the three stages of conditioning, with perfect superposition of the signals in stages (a) and (c), where the amplitudes of the measured currents are the highest.

The detected space charge densities are relatively low, of the order of 1 C/m^3, in accordance with the applied field of moderate value. The space charge plots show nonuniform heterocharge profiles strongly dependent on temperature (polarization). The most important values of the space charge density are located near the conducting core, where the applied field is the highest. A maximum remnant field of 4 kV/mm was measured near the core after conditioning at room temperature. The short-circuiting of the cable at 60 °C during 72 h has caused the recombination and/or the relaxation of the charged species, which is materialized by an important decrease of the space charge density and remnant electric field. A significant increase of the charge and field levels with respect to the conditioning process at room temperature was detected after applying the voltage at 60 °C.

V. Conclusion

A new technique for computing the electric field in the insulation of medium and high-voltage cables with the TSM has been proposed and evaluated in this paper. The principle of the technique lies in the decomposition of the electric field in series

Authorized licensed use limited to: IEEE Xplore. Downloaded on January 22, 2009 at 08:58 from IEEE Xplore. Restrictions apply.

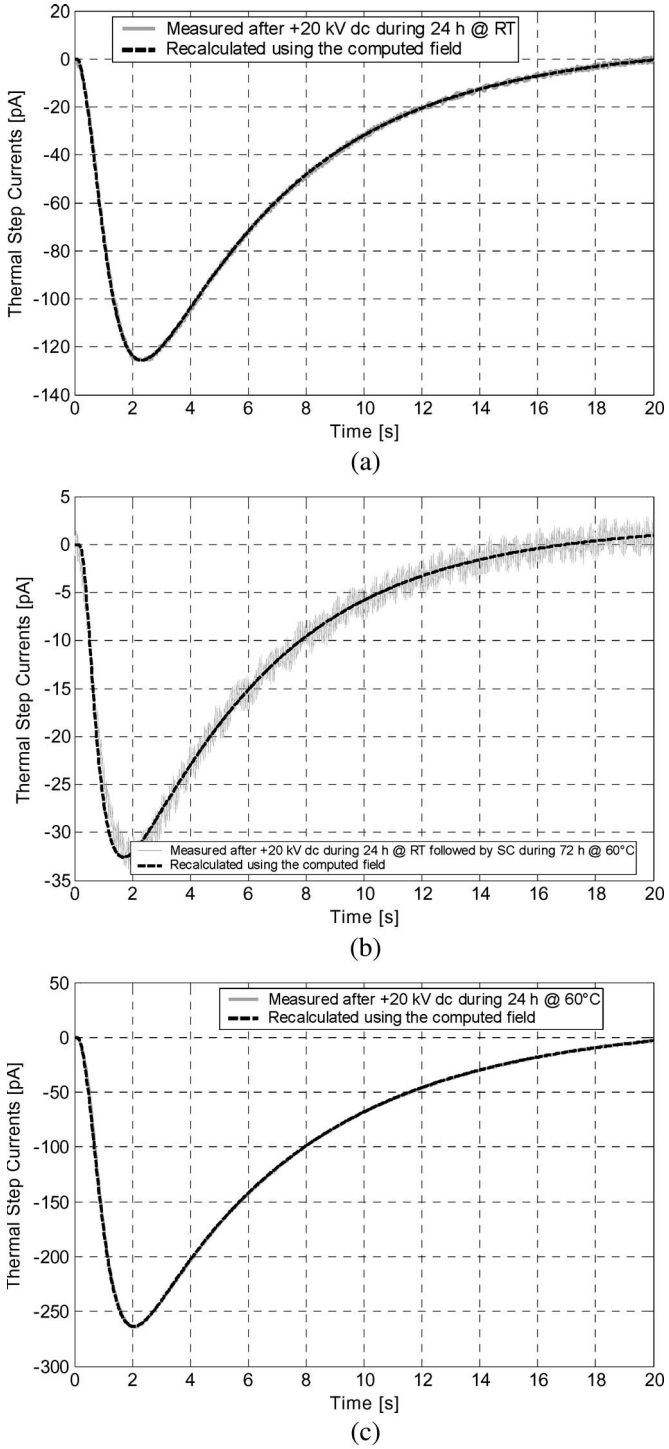


Fig. 9. Thermal step currents measured after each of the three conditioning stages (gray lines) and thermal step currents reconstituted using the space charge and field distributions computed from the measured currents (black dotted lines). In plots (a) and (c), the measured and reconstituted currents are almost superposed.

and in calculating the terms of the series by linear regression using the measured current. With a good knowledge of the thermal properties of the insulation, the performed simulations have indicated that a spatial resolution of the order of the micrometer in insulating thicknesses of several millimeters is theoretically achievable. A good stability of the solution with respect to the measurement noise was also shown. This allows considering

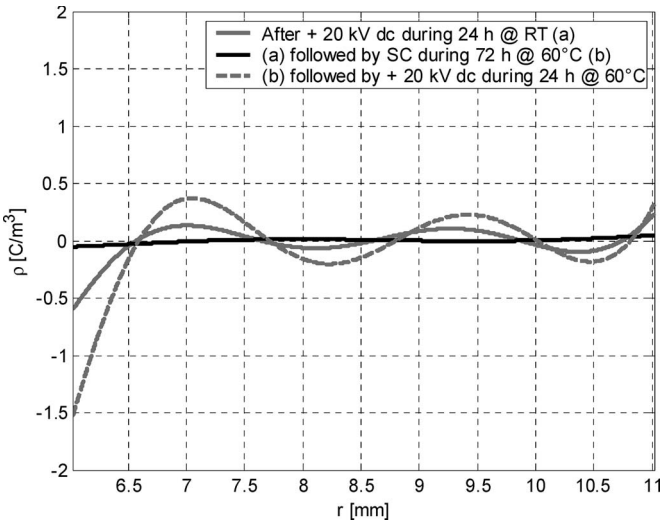


Fig. 10. Space charge distributions computed from the thermal step currents measured after each conditioning stage. (Left) Internal insulation radius is $R_{\mathrm{i}} = 6$ mm. (Right) External insulation radius is $R_{\mathrm{e}} = 11$ mm.

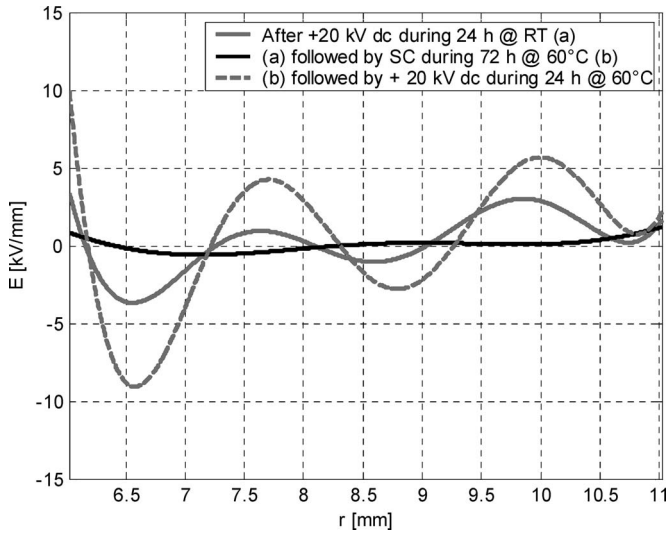


Fig. 11. Electric field distributions computed from the thermal step currents measured after each conditioning stage. (Left) Internal insulation radius is $R_{\mathrm{i}} = 6$ mm. (Right) External insulation radius is $R_{\mathrm{e}} = 11$ mm.

the use of the described processing for measurements in on-site installations for space charge measurements in power cables.

REFERENCES

[1] G. M. Sessler, "Charge distribution and transport in polymers," *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, vol. 4, no. 5, pp. 614–628, Oct. 1997.

[2] N. H. Ahmed and N. N. Srinivas, "Review of space charge measurements in dielectrics," *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, vol. 4, no. 5, pp. 644–656, Oct. 1997.

[3] P. Notingher, Jr., A. Toureille, J. Santana, L. Martinotto, and M. Albertini, "Study of space charge accumulation in polyolefins submitted to ac stress," *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, vol. 8, no. 6, pp. 972–984, Dec. 2001.

[4] J. Castellon, P. Notingher, Jr., S. Agnel, A. Toureille, J. Matallana, H. Janah, P. Mirebeau, and D. Sy, "Industrial installation for voltage-on space charge measurements in HVDC cable," in *Conf. Rec. IEEE IAS Annu. Meeting*, 2005, vol. 2, pp. 1112–1118.

[5] A. Sabir, "Sur une nouvelle méthode de mesure des charges d'espace dans les câbles haute tension," Ph.D. dissertation, Univ. Montpellier 2, Montpellier, France, 1991.

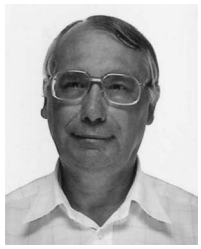
Authorized licensed use limited to: IEEE Xplore. Downloaded on January 22, 2009 at 08:58 from IEEE Xplore. Restrictions apply.

[6] P. Notingher, Jr., S. Agnel, and A. Toureille, "Thermal step method for space charge measurements under applied dc field," *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, vol. 8, no. 6, pp. 972–984, Dec. 2001.
[7] J. Santana, "Mesure de charges d'espace dans les câbles de transport de l'énergie électrique," Ph.D. dissertation, Univ. Montpellier 2, Montpellier, France, 1994.
[8] A. Toureille, "Mesures de charges d'espace par la méthode de l'onde thermique: Différentes techniques de validation numérique et expérimentale," *J. Electrostat.*, no. 32, pp. 277–286, 1994.
[9] A. Toureille, J. Santana, A. Joumha, and N. Vella, "Measure of space charges by the thermal step method," in *Proc. 4th Int. Conf. Properties Appl. Dielectr. Mater.*, 1994, vol. 2, pp. 721–724.

Petru Notingher, Jr. (S'98–M'01) was born in Ploiesti, Romania, in 1971. He received the degree from the Electrical Engineering Faculty, Polytechnic Institute of Bucharest, Bucharest, Romania, in 1995, the M.Sc. degree in electrical engineering from Paul Sabatier University of Toulouse, Toulouse, France, in 1996, and the Ph.D. degree in electrical engineering from the Université Montpellier 2, Montpellier, France, in 2000.

After completing his Ph.D., he worked as a Teaching and Research Assistant with the Universities of Montpellier and Toulouse. In 2003, he was appointed Assistant Professor at the Université Montpellier 2. He is working with the Energy and Materials Group of the Southern Institute of Electronics, which is a joint facility of the Université Montpellier 2 and French National Council for Scientific Research. His current research interests include solid insulating materials for electrical engineering, power electronics and semiconducting devices, electric charge measurement methods, and electrostatics phenomena.

Dr. Notingher is a member of the IEEE Industry Applications and IEEE Dielectrics and Electrical Insulation Societies, of the French Society of Electrostatics, and of the Société des Electriciens et Electroniciens, France. He is also the President of the Electrotechnics Section of the French Electrical and Information Engineering Higher Education and Research Club ("Club Electrotechnique, Electronique et Automatique").



Alain Toureille was born in France, in 1941. He received the "Doctor of state" degree from the Université Montpellier 2, Montpellier, France, in 1974.

Since 1964, he has been with the Université Montpellier 2, first as an Assistant Professor in electrical and high voltage engineering, then as a Full Professor and a Professor Emeritus. From 1997 to 2003, he was the Head of the Electrical Engineering Department, Université Montpellier 2. In 1999, he created the "Reliability in Electrical Engineering" Master of Science degree at the same university. His research activities have been carried out at the Laboratoire d'Electrotechnique de Montpellier, which became in 2006 the "Energy and Materials" group of the newly-born "Institut d'Electronique du Sud," which is a joint research facility of the Université Montpellier 2 and the French National Council for Scientific Research. His research concerns electrical insulation, high voltage and electrostatics, and particularly the measurement and the effects of electrical charge in high field systems. In 1986, he set up an original technique for nondestructive measurements of electric field and space charge in solid dielectrics, namely, the "Thermal Step Method." This technique has been applied to various electrical engineering materials and components and has contributed, thanks to its high sensitivity, to make significant progress in the knowledge of the materials used in electrical engineering (material choice and design, charge detection and follow-up in ac and dc aged insulating systems, insulator life time, etc.).

Dr. Toureille has been involved for several years with the IEEE (where he served as a member of the "Conference on Electrical Insulation and Dielectrics Phenomena" for six years) and with the Conference Internationale des Grands Reseaux Electriques. He is the President of the Scientific Council of the French Society of Electrostatics and the Vice-President of the South-East Regional Branch of the French Société des Electriciens et des Electroniciens.

Serge Agnel was born in Nîmes, France, in 1966. He received the Ph.D. degree from the Université Montpellier 2, Montpellier, France, in 1996.

He is currently an Assistant Professor with the Université Montpellier 2, Montpellier, France. His research activities concern the electrical characterization of insulating materials and systems for electrical engineering.

Jérôme Castellon was born in Lodeve, France, on October 30, 1970. He received the Ph.D. degree from the Université Montpellier 2, Montpellier, France, in 1997.

He is an Assistant Professor with the Insitut d'Electronique du Sud, Université Montpellier 2, and works in the research Group of Energy and Materials. His research interest are in solid insulating materials and systems for electrical engineering.

Authorized licensed use limited to: IEEE Xplore. Downloaded on January 22, 2009 at 08:58 from IEEE Xplore. Restrictions apply.

Electrical Properties Analysis of Micro and Nano Composite Epoxy Resin Materials

J. Castellon, H. N. Nguyen, S. Agnel, A. Toureille
Institut d'Electronique du Sud, Université Montpellier 2
Place Eugène Bataillon
34095 Montpellier Cedex 5, France

M. Fréchette, S. Savoie
Institut de recherche d'Hydro-Québec
1800 boul. Lionel-Boulet, Varennes, Québec
J3X 1S1, Canada

A. Krivda and **L.E. Schmidt**
ABB Switzerland Ltd., Corporate Research
Segelhofstrasse 1K
CH-5405 Baden 5 Daettwil, Switzerland

ABSTRACT

This work deals with the study of micro and nanosilica filled epoxy resin samples carried out in the framework of CIGRE WG D1.24 cooperative test program. This program focused on chemical, electrical and electrostatic properties of epoxy based nanodielectrics for electrical engineering applications. Epoxy based samples filled with micro and/or nanoparticles of silica were characterized by transmission electron microscopy, dielectric spectroscopy, conduction current and space charge measurements. These mutually complementary techniques were used to examine the effect of the size and quantity of silica particles on the electrical properties of the analyzed materials. The analysis of charge injection, polarization, trapping and conduction phenomena has allowed the modeling of dielectric behavior of the studied materials under multiple stresses. The Schottky Injection and Space Charge Limited Current models were studied to explain conduction phenomena. A composition of micro and nano-sized silica particles accumulating the smallest amount of space charge is also proposed.

Index Terms — **Nanodielectrics; Transmission Electron Microscopy; dielectric spectroscopy; space charge; electric field; conduction current.**

1 INTRODUCTION

THE emergence and use of nanotechnologies in the field of electrical insulation for power and high voltage engineering requires extensive research and development of these "advanced" materials. These innovative materials created from the incorporation of nanoparticles in a polymer matrix are commonly called nanodielectrics [1]. It is now accepted that nanodielectrics insulation performs better in some applications in comparison with "classic" insulating materials although the widespread use in the power industry has not yet started. These nanodielectric materials require a detailed electrical, thermal, mechanical and chemical characterization as a function of the properties of materials (particles, base polymer) used in manufacturing of the nanodielectrics and multiple stresses they undergo.

Manuscript received on 18 November 2010, in final form 1 March 2011.

The samples described hereafter have been electrically characterized by complementary techniques such as dielectric spectroscopy, conduction currents and space charge measurements.

The purpose of the study was to show the effect of micro- and nano-particles content in an epoxy matrix on the electrical properties of the final material.

Indeed, several works have already shown the benefits of nanoparticles on the electrical properties of the nanocomposite materials [2-5]. Recently some works have highlighted the influence of the combination between micro and nanoparticles in a polymer matrix [6-9] on the studied properties including their behavior during ageing [10]. It is then appropriate to study the influence of the ratio between micro and nanofiller on charge transport, injection and/or polarization, trapping/detrapping phenomena.

1070-9878/11/$25.00 © 2011 IEEE

To answer these questions, after ensuring a good dispersion of nanoparticles in the matrix with the transmission electron microscopy (TEM) analysis, six types of epoxy samples with different contents of micro and nanosilica particles have been electrically and thermally stressed and measured. The conditions of stresses and the description of the used measurement techniques are described in the following sections.

2 MATERIAL PRESENTATION

This study has been performed on six kinds of epoxy-based materials with different weight % contents of micrometric and nanometric SiO_2 filler, with amounts ranking up to 65%wt micro and 5%wt nano (Table 1). The selected mixtures reflected realistic amounts of nanoparticles for use in power equipment due to the present cost of nanoparticles.

Table 1. Micro and nanofiller contents (in % by weight).

	Nano %wt	Micro %wt
M0N0	0	0
M0N5	5	0
M60N5	5	60
M62.5N2.5	2,5	62,5
M65N0	0	65
M65N5	5	65

The selected polymeric matrix was anhydride curing cycloaliphatic epoxy resin. The microsized filler particles were irregularly shaped and were of an average size of 16 μm. The particles were epoxy-silane treated and dried at 80°C overnight before casting. The filler has a low thermal expansion coefficient (14 $ppm.K^{-1}$) and high thermal conductivity (9 $W.m^{-1}.K^{-1}$). The supplier of the filler was Quarzwerke, Germany. The nanosized filler was spherically shaped with an average diameter of 20 nm and was supplied as a 40%wt masterbatch by Nanoresins, Germany. It is not known whether or not the nanoparticles were surface treated. Standard procedures for mixing, degassing and casting as recommended by epoxy manufacturers were used to prepare the samples. The nanosilica filled masterbatch was dispersed in the neat resin at 60 °C and premixed for a period of 30 minutes before further components of the mixture were added. Degassing was performed at 300 Pa for several minutes. The glass transition temperature of the manufactured samples was in the range of 130to 160 °C, depending on a particular composition.

The measurements were performed on 1 mm thick (for all measurements) 100 mm x 100 mm plate samples (in particular for conduction current and space charge measurements) cut with a diamond tool. The plates were first thermally treated at 160 °C for a period of 48 h in air.

Afterwards, the studied materials have been analysed by using different techniques: first, by dielectric spectroscopy at 40 °C and by conduction current measurements coupled with space charge measurements at 25 °C. Some space charge measurements were also performed at 60 °C, far below the glass transition temperature of the given materials.

Before conduction current and space charge measurements, the samples were stored at 25 °C and less than 40% of relative humidity.

3 STRUCTURE ANALYSIS BY TEM

The structure analysis of the nanostructured microcomposite epoxy was performed using transmission electron microscopy (TEM).

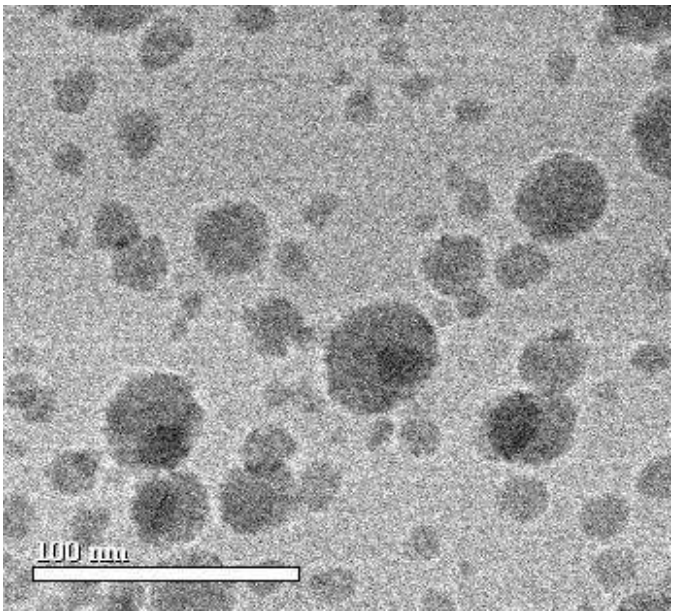


Figure 1. TEM micrograph of a zone occupied by nanosilica. The case corresponds to an epoxy composite containing 65% microsilica and 5% nanosilica. Dense blackened structures correspond to the nanosilica.

Figure 1 shows a TEM micrograph of a zone where nanosilica is present. Nanosilica in the epoxy microcomposite appears in the areas unoccupied by the microsilica. This image illustrates the case containing 65%wt of microsilica and 5%wt nanosilica. It can be seen that the particle diameter deviates from the given 20 nm and some agglomeration of nanoparticles at 5%wt can also be observed. Despite this, the nanoparticle dispersion was considered acceptable for further characterization.

3 DIELECTRIC SPECTROSCOPY

Each material has been analyzed by dielectric spectroscopy measurements at 40 °C using the Novo control (Germany) dielectric spectrum analyzer. Figures 2 and 3 show the real and imaginary permittivity as a function of frequency. The results seem to be strongly related to the silica content. The relative permittivity tends to increase when the silica content increases [9].

Adding a small amount of nanoparticles to the base epoxy resin may increase or decrease the permittivity of samples depending on whether the filler permittivity or restriction of molecular movements in the interaction zone of nano-particles will become the dominant effect. In this case, adding 5%wt of

nano-filler to the base resin resulted in a small increase of the real permittivity of the sample due to the higher permittivity of silica (around 4 for amorphous silica). The shapes of the curves are also influenced by the presence of micro filler in the matrix.

At "very" low frequencies, the increase in relative permittivity for the materials containing micrometric silica corresponds to those exhibited by a polar material probably due to the composite configuration with numerous interfaces. A conductivity contribution to the spectra is minimal since the slope of the imaginary permittivity is nowhere close to -1 in the studied low frequency region [11-13].

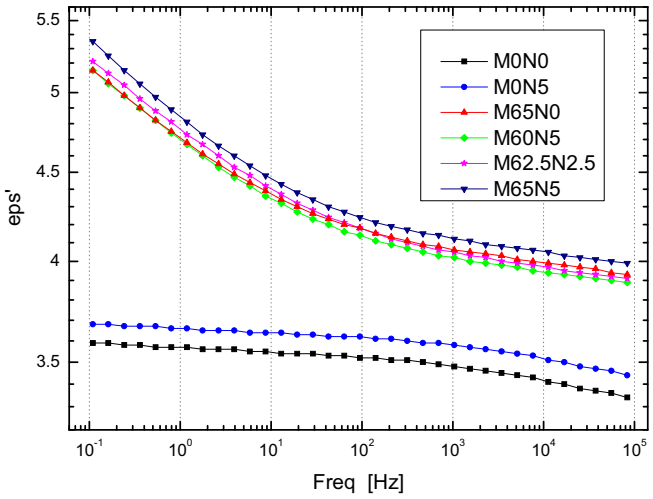


Figure 2. A log-log plot of the real permittivity vs. frequency at 40 °C for the studied samples.

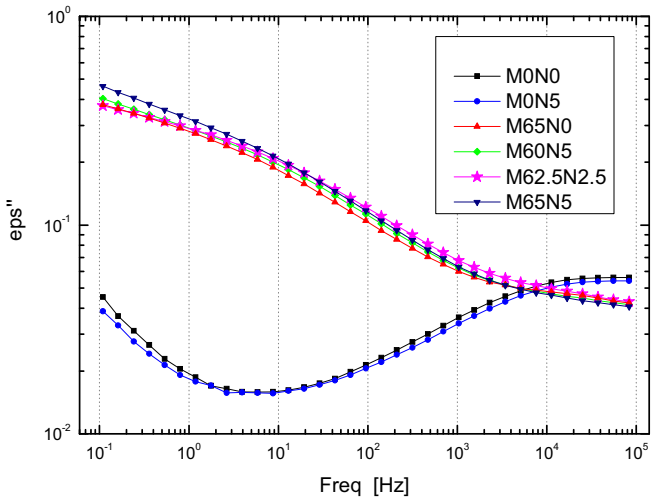


Figure 3. A log-log plot of the imaginary permittivity vs. frequency at 40 °C for the studied samples.

Note: we are particularly interested in dielectric spectroscopy results in "very" low frequencies to explain space charge phenomena. The space charge measurements are made in low frequency between 10^{-2} and 10^{2} Hz.

4 CONDUCTION CURRENTS

4.1 PRINCIPLE OF CONDUCTION CURRENT MEASUREMENTS

The conduction current measurement set-up consist from an electrometer (Keithley 6517A) and a 35 kV HVDC power supply with low residual ripple of the output voltage (Fug HCP140-35000). Charging and discharging currents were investigated for voltages ranging from 1 to 13 kV at 25 °C. The quasi-steady state currents were obtained after the transient regime of polarization or of charging current at 14000 s.

The described experimental setup has allowed to measure and record the current in the sample as a function of the applied voltage and time.

First, we have recorded the current at steady state vs. applied voltage. Then, we have plotted the current density vs. applied electric field "J(E)" curves for each studied material (Figure4).

Note: All samples mentioned above have been analyzed by conduction current measurements except the sample 0M5N.

4.2 CURRENT / VOLTAGE CHARACTERISTICS

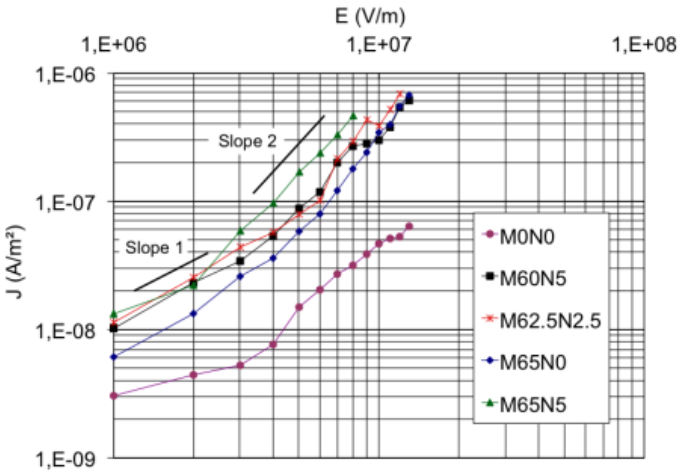


Figure 4. J=f(E) characteristics for steady state current.

After an analysis of the plots in log/log scale (Figure 4), we observed a material behavior close to an "ohmic" character (slope 1 = 1) for applied electric fields smaller than 2 kV/mm for the whole samples. For electric fields greater than 2 kV/mm a non-linearity in the conduction current appeared (slope 2 = 2).

The conduction currents are significantly influenced by the silica content compared to neat epoxy. The greater the micro and nanosilica content in the base polymer, the greater the conduction current.

It should be borne in mind when studying conduction phenomena in dielectrics that we are always dealing with contact emission and volume conduction phenomena and these two phenomena are compatible. The current must enter, pass

through and exit the sample (in steady state, the current at the contact is equal to the current in volume).

Among the known phenomena at the contact (Schottky and Fowler Nordeim) and at the volume (eg. Space Charge Limited Current "SCLC", Poole Frenkel …), we have explored the SCLC and Schottky approaches.

4.3 SCLCAPPROACH: VOLUME PHENOMENON

The volume conduction phenomena in insulating material are very complex because of electric field distortions due to space charge. The log J vs log E plot shown in Figure 4 suggests that we are probably dealing with SCLC (slope 2 = 2). To fully confirm this hypothesis, further measurements with samples of different thickness will have to be made in future.

The most simple approach for SCLC is to consider only one level of trap (slope "2" on J=f(E) curves). We can calculate the carrier mobility μ from the following equation:

$$J = \frac{9}{8}\varepsilon_0\varepsilon_r\mu\frac{V^2}{d^3} \quad (1)$$

Where V is the applied voltage, d is the sample thickness, ε_r is relative permittivity, ε_0 is the vacuum permittivity.

The values of the relative permittivity ε_r taken for the mobility calculations are given in the Table 2.

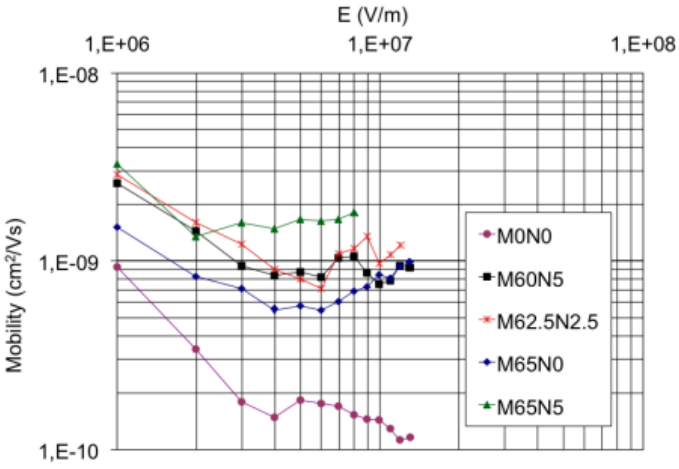


Figure 5. Mobility evolutions vs. applied electric field.

Figure 5 shows the mobility as a function of electric field for each studied material and confirms a stability of the mobility values when SCLC appears to be valid (slope 2 in Figure 4, E > 2 kV/mm). The mobility seems to be related to the silica content. Moreover, the mobility values for the studied materials agree with those in literature [14].

4.4 SCHOTTKY MODEL APPROACH: CONTACT EMISSION PHENOMENON

The contact phenomenon has been studied by using the Schottky emission approach where the electric field decreases the surface barrier by an amount $\Delta W(\Delta W=\beta_S E_c^{0.5})$, and increases the emission current. This is known as the "Schottky effect" or field assisted thermo-ionic injection of electrons at the metal-dielectric interface where the electrons are injected from an electrode into the conduction band of the insulation material. We have represented the current/voltage characteristics in a "Schottky scale" to check the validity of this approach (Figure 6).

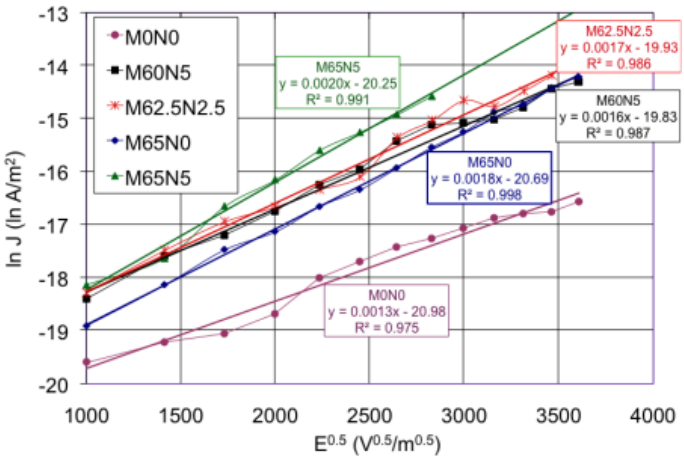


Figure 6. Current/voltage characteristics represented in $\ln J=f(E^{1/2})$ plots for Schottky model approach.

The current density emitted due to the Schottky effect is expressed:

$$J_S = A_S T^2 \exp\left(-\frac{\Phi_0 - \beta_S\sqrt{E_c}}{kT}\right) \quad (2)$$

Where A_s is the Richardson-Dushman constant for thermionic emission, β_s is the Schottky constant (C.m) and E_c the field at the cathode (V/m).

$$\beta_S = \sqrt{\frac{q^3}{4\pi\varepsilon_0\varepsilon_r}} \quad (3)$$

It is difficult to determine the electric field at the cathode because it is distorted by space charge [15]. We proposed to quantify the electrical state at the contact by a dimensionless parameter γ as:

$$E_C = \gamma\frac{V}{d} \quad (4)$$

with $\gamma<1$ for a contact dominant homocharge and $\gamma>1$ for a contact dominant heterocharge.

The Schottky current (equation (4)) with the field distortion correction becomes:

$$J_S = A_S T^2 \exp\left(-\frac{\Phi_0 - \beta_S\sqrt{\gamma\frac{V}{d}}}{kT}\right) \quad (5)$$

We can calculate the values of the field distortion at the cathode (if we consider the electron emission at the cathode). The γ parameter was calculated from the slope of each fitted curves given in Figure 8using equation (6):

$$\gamma = \frac{(slope \times kT)^2 4\pi\varepsilon_0\varepsilon_r}{q^3} \quad (6)$$

The calculated γ values are given in Table 2:

Table 2. The calculated γ parameter.

	Slope	ε_r (1 MHz)	γ
M0N0	0.0013	3.29	2.55
M60N5	0.0016	3.95	4.64
M62.5N2.5	0.0017	3.95	5.24
M65N0	0.0018	4.05	6.02
M65N5	0.0020	4.05	7.43

The high values of γ imply that heterocharge near the cathode strongly increases the local field and tends to decrease the energy barrier at the interface. The effect of this translates into a facilitated current emission. The greater the calculated γ parameter, the greater the current emission. The Schottky emission model appears to be valid to explain how the current is emitted in the studied materials.

The γ factor increases with the silica content mainly because of the presence of microsized particles. There is no significant effect of the nanofiller content on γ value.

Note that only the mean values of the γ parameter were calculated. One could calculate a value of the γ parameter for each applied electric field.

5 SPACE CHARGE MEASUREMENTS

5.1 PRINCIPLE OF THERMAL STEP METHOD (TSM)

The principle of the TSM in short-circuit conditions has been explained elsewhere [16]. If we consider a short-circuited sample containing space charge at a temperature *To* (Figure7), the system consisting of the sample, the electrodes and the conducting wire is electrostatically equilibrated. Consequently, image charges will appear at electrodes.

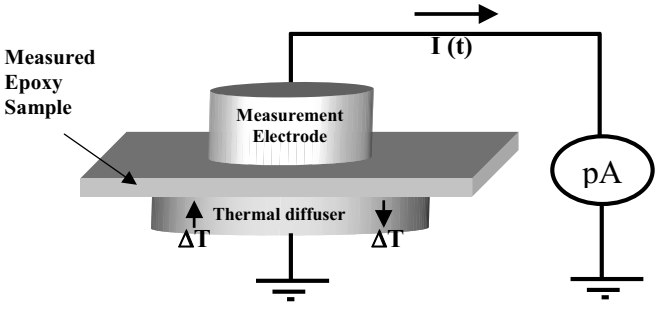


Figure 7. Principle of the TSM in short-circuit conditions.

If a thermal step ΔT is applied close to one electrode (sharp cooling or heating), the electrostatic balance of the system is changed. This is due to a) the contraction (or expansion) of the insulator, which causes a slight and reversible movement of the space charge within the sample, and b) to the variation of the electric permittivity of the insulator with the temperature. As the system tends to rebalance, the image charges on the electrodes are redistributed. Hence, charge transport occurs from one electrode to the other in the external circuit. This corresponds to a current in the external circuit, given by:

$$I(t) = -\alpha C \int_0^d E(x)\frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t}dx \quad (7)$$

Where α is a constant of material related to the sample contraction (or expansion) and to the variation of the sample permittivity with the temperature, C is the capacitance of the sample, $E(x)$ is the remaining electric field distribution in the sample, and $\Delta T(x,t)$ is the relative temperature distribution in the sample: $\Delta T(x,t)=T(x,t) - To$ (*To* is the temperature of the sample before applying the thermal step).

The current (equation (7)) is recorded and then digitally processed in order to find the remaining electric field distribution $E(x)$. Then, by applying the Poisson equation:

$$\rho(x) = \varepsilon\frac{\partial E(x)}{\partial x} \quad (8)$$

Where ε is the permittivity of the insulation, the space charge density distribution can be calculated [17].

It should be noted that space charge measurements performed under short-circuit condition reveal essentially the deep trapped charges therefore the electrostatic charges.

5.2 SPACE CHARGE RESULTS AT 25°C

The space charge measurements have been performed on each sample after several dc poling stages up to 20 kV/mm during 16 h at 25°C. The results are summarized in Figure 8.

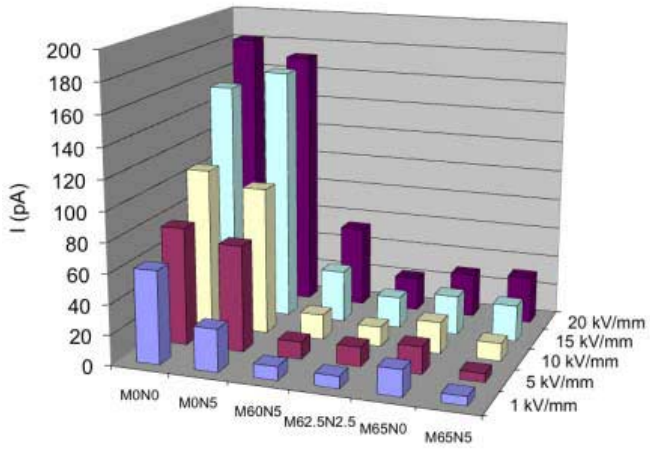


Figure 8. TSM current maxima evolution vs. applied electric field for each studied material.

It has already been shown that the maximum values of TSM currents are closely related to the trapped charge amount in samples [18]. Considering this approach, we can associate the TSM current maxima to the trapped charge amount.

TSM current maxima are presented in Figure8 and the following can be observed:

- The presented results exhibit significant differences between the different samples especially in the presence of microfiller.
- For all applied electric fields, the samples containing microsilica store less space charge. This phenomenon seems to be more visible in materials containing both micro and nano fillers.

5.3 VALIDATION OF SCHOTTKY APPROACH

To validate the hypothesis regarding Schottky effect, we have calculated the electric field and space charge distributions for 60%wt micro and 5%wt nanofilled sample after dc poling under 10 kV/mm, 25°C and 16 h.

In fact, as explained in Sub-section 4.4, $\gamma > 1$ implies a contact dominant heterocharge and an increase of the electric field at the cathode (it is the case for the sample M60N5 for instance). We have used the TSM to verify that the electric field was increasing at the cathode.

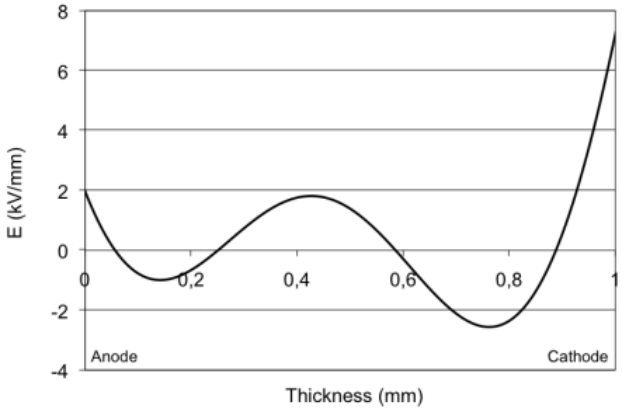


Figure 9. Remnant Electric field profile in 60%wt micro and 5%wt nanosilica filled sample after dc poling (10 kV, 16 h, 25 °C).

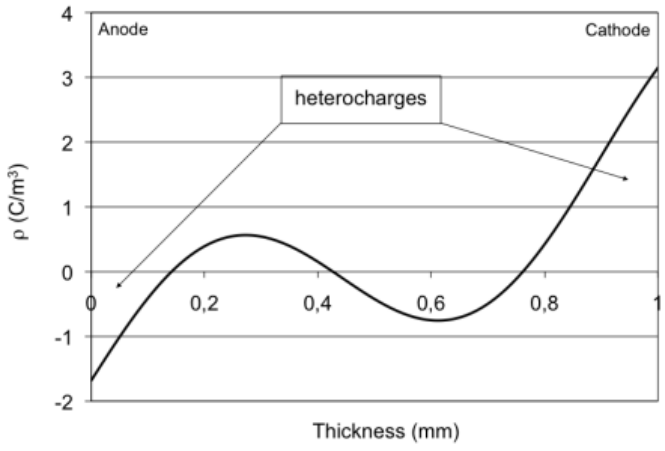


Figure 10. Space charge distribution in 60%wt micro and 5%wt nanosilica filled sample after dc poling (10 kV, 16 h, 25 °C).

Figures 9 and 10 confirm the presence of heterocharges and an increase of the local field at the cathode as predicted by Schottky approach. In presence of an applied electric field (constant value of 10 kV/mm), the real value of the electric field at the cathode could significantly be increased (real electric field = applied electric field + remnant electric field due to space charges).

5.4 SPACE CHARGE RESULTSAT 60°C

The experimental results presented hereafter were obtained after an electrical and thermal poling (5 kV, 60 °C, 16 h).

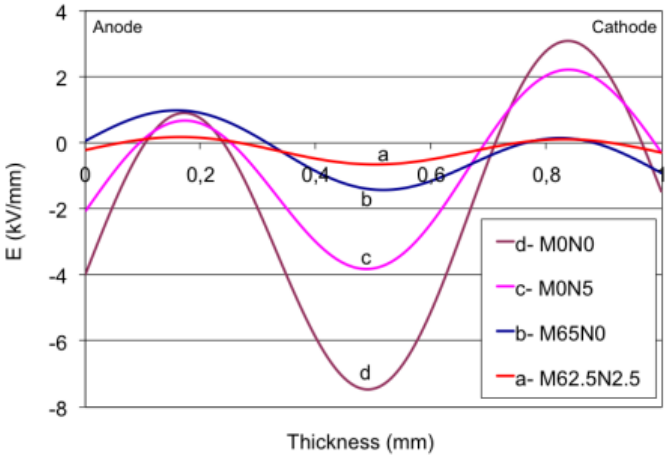


Figure 11. Electric field distributions for each material (neat epoxy, only microfilled, only nanofilled, both micro and nanofilled sample).

Figure 11 shows the distortions of the remnant electric field due to the presence of space charges. The strongest distortions are observed for the neat epoxy. The real electric field profile corresponds to the sum of the applied electric field of 5kV/mm and the remnant electric field profile given in Figure 9.

The distributions of electric field (Figure11) have been deliberately limited to the first terms of Fourier in the mathematical processing of the TSM signals. Thus, we give an "approximation" of the predominating phenomena [17]. But, we must be aware that generally both injection and polarization phenomena are present in the materials and only the dominant phenomenon is revealed. Polarization phenomenon corresponds to heterocharges at electrodes and injection phenomenon corresponds to homocharges.

In a first approach, nanofiller content alone (M0N5) or microfiller content alone (65M0N) is not sufficiently efficient regarding a decrease in space charge accumulation. So the combination of micro and nanofiller affects more significantly the space charge storage [7].

A mixture of 62.5%wt of microfiller and 2.5%wt nanofiller (M62.5N2.5) trapped the smallest amount of charge. It is worth noting that neat epoxy stored the greatest amount of space charge. This observation has already been made in previous works under different poling conditions [5-6].

The smallest amount of trapped charge level was obtained in materials with both micro and nanofiller, see Figure 12.

This could be due to a combination of several phenomena:

- The "high" conductivity observed in current voltage characteristics (Figure 6) could explain the space charge flow,
- The polarizability of these materials (confirmed by dielectric permittivity spectra shown in Figure 3) which could compensate the injection phenomenon due to the poling conditions.

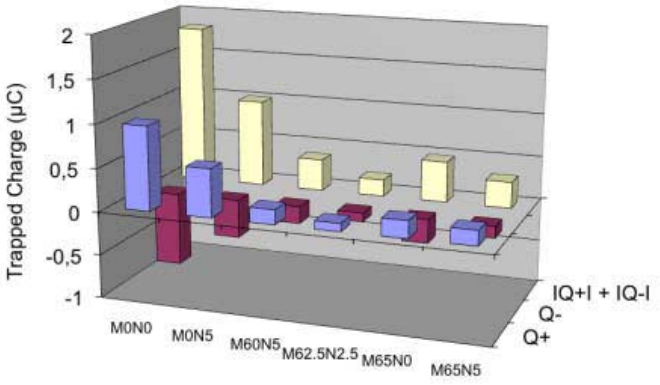


Figure 12. Total trapped charge for all studied materials

For materials poled in the same conditions, if we consider that charge injection is due to the poling condition, the more polar the material, the smaller the charge balance. This is because of the opposition between homocharges (injected charges) and heterocharges (charges due to polarization).

6 CONCLUSION

After verifying the dispersion of micro and nano-particles in a base polymer with the transmission electron microscopy, micro and nano composite epoxy resin materials have been studied by dielectric spectroscopy, conduction currents and space charge measurements as complementary techniques.

The electrical properties of the studied materials are strongly influenced by the microsilica content.

Both polarization and conduction phenomena are increasing with the silica content. This explains the weak space charge accumulation of the studied samples at the total (micro+ nano) 65%wt of silica content.

It appears difficult to differentiate the effects of the total filler content at 65%wt level with the dielectric spectroscopy and conduction current measurements.

In contrast, space charge measurements allow us to highlight the benefits of the combination of silica filler at micro and nano scales. The sample containing 62.5%wt micro and 2.5% nanofiller appears to store the smallest amount of space charge.

ACKNOWLEDGMENT

R. Hollertz is thanked for sample preparation.

REFERENCES

[1] M.F. Fréchette, M. Trudeau, H.D. Alamdari and S. Boily, "Introductory remarks on nanodielectrics", IEEE Conf. Electr. Insul. Dielectr. Phenomena (CEIDP), Kitchener, Canada, pp. 92-99, 2001.

[2] TF D1.16.03 Members, "Emerging nanocomposite dielectrics", Electrs, TF D1.16.03 Report, No. 226, pp. 24-32, 2006.

[3] M. Fréchette, R.Y. Larocque, M. Trudeau, R. Veillette, R. Rioux, S. Pelissou, S. Besner, M. Javan, K. Cole, M.T. T. That, D. Desgagnes, J. Castellon, S. Agnel, A. Toureille and G. Platbrood, "Nanostructured polymer microcomposites: a distinc-tive class of insulating materials", IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul., Vol. 15, pp. 90-105, 2008.

[4] T. Imai, F. Sawa, T. Nakano, T. Ozaki, T. Shimizu, M Kozako and T. Tanaka, "Effects of nano- and micro-filler mixture on electrical insulation properties of epoxy based composites", IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.,Vol. 13, pp. 319-326, 2006.

[5] J.K. Nelson and J.C. Fothergill, "Internal charge behaviour of nanocomposites", J. Nanotechnology, Vol. 15, pp. 586-595,2004.

[6] D. Fabiani, G.C. Montanari, A. Krivda, L.E. Schmidt and R. Hollertz, "Epoxy based materials containing micro and nano sized fillers for improved electrical characteristics", IEEE Int'l. Conf. Solid Dielectr.(ICSD), Potsdam, Germany, pp. 212-215, 2010.

[7] J. Castellon, S. Agnel, A. Toureille, M. Fréchette, S. Savoie, A. Krivda and L.E. Schmidt, "Space charge behavior on epoxy based dielectrics filled with micro and nano silica", IEEE Int'l. Conf. Solid Dielectr.(ICSD), Potsdam, Germany, pp. 301-304, 2010.

[8] J. Castellon, H.N. Nguyen, S. Agnel, A. Toureille, M. Fréchette, "Electrical and thermal ageing of microcompositenano-filled epoxy: influence on space charge accumulation", IEEE Conf. Electr. Insul. Dielectr. Phenomena (CEIDP), Virginia Beach, USA, pp. 29-32, 2009.

[9] M.F. Fréchette, H.D. Martinez, S. Savoie, A. Krivda, L.E. Schmidt and D. Zegarac, "Dielectric Study with Epoxy-based Nanostructured Microcomposites containing Silica", IEEE Int'l. Sympos. Electr. Insul. (ISEI), San Diego, pp. 1-4, 2010.

[10] G.C. Montanari, "The electrical degradation threshold of polyethylene investigated by space charge and conduction current measurements", IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul., Vol. 7, pp. 309-315, 2000.

[11] J.C. Fothergill, K.B.A, Sec, M.N. Ajour and L.A. Dissado, "Sub-Hertz Dielectric Spectroscopy", Int'l. Sympos. Electr. Insulating Materials, Kitakyushu, Japan, pp. 821-824,2005.

[12] J.K. Nelson, J.C. Fothergill, L.A. Dissado and W. Peasgood, "Towards an Understanding of Nanometric Dielectrics", IEEE Conf. Electr. Insul. Dielectr. Phenomena (CEIDP), Cancun, Mexico, pp. 295-298, 2002.

[13] F. Kremer and A. Schoenhals, *Analysis of Dielectric Spectra*, Chap. 3 in F. Kremer and A. Schoenhals, Eds., *Broadband Dielectric Spectroscopy*, Springer, 2003.

[14] C. Guillermin, P. Rain and S. Rowe, "Transient and steady state currents in epoxy resin", J. Appl. Phys. D: Vol.39, pp. 515-524, 2006.

[15] A. Toureille, "High field conduction and oscillations in polymers", J. Appl.Phys., Vol. 47, pp. 2961-2965, 1976.

[16] J. Castellon, P. Notingher Jr., S. Agnel, A. Toureille, J.F. Brame, P. Mirebeau and J. Matallana, "Electric field and space charge measurements in thick power cable insulation under long term ac and dc stress using the thermal step method", IEEE Electr. Insul. Mag., Vol.25, No. 3, pp. 30-42, 2009.

[17] P. Notingherjr, A. Toureille, S. Agnel and 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 Trans. Industry Appl., Vol. 45, pp. 67-74, 2009.

[18] J. Castellon, S. Agnel, A. Toureille and M. Fréchette, "Space Charge Characterization of multi-stressed microcompositenano-filled epoxy for Electrotechnical Applications", IEEE Conf. Electr. Insul. Dielectr. Phenomena (CEIDP),Quebec City, Canada, pp. 532-535, 2008.

Jérôme Castellon (M'08) was born in Lodève, France, in 1970. He received the Ph.D. degree in electronic, optronic and systems from the University of Montpellier 2 "UM2", France, in 1997. He was the technical manager of advanced metrology for electrical engineering "Am2e" Company until 2003. Since then, he is an assistant professor at the UM2. He is working with the Energy and Materials Group "GEM" of the Southern Institute of Electronics "IES" (joint facility of the UM2 and French National Council for Scientific Research "CNRS"). He has been involved in various research fields related to insulating materials and system for electrical engineering. His major research activities concern electrical characterization, dielectric phenomena studies and diagnostic technique developments. He is a member of the IEEE Dielectrics and Electrical Insulation Society, of the CIGRE SC-D1 Materials and Emerging Technologies, of the Société des Electriciens et Electroniciens (SEE) (France)and of the French Society of Electrostatics (SFE).

Serge Agnel was born on 5 August 1966 in Nîmes, France. He received the Ph.D. degree from the Université Montpellier 2, France, in 1996. He has a graduate background in electrical engineering. He is currently Professor at the University of Montpellier (France). He is working with the Energy and Materials Group (GEM) of the Southern Institute of Electronics (IES), which is a joint facility of the University of Montpellier 2 and French National Council for Scientific Research (CNRS). His research activities concern the electrical characterization of insulating materials and systems for electrical engineering, particularly on power electronics and semi conducting devices and electrostatics phenomena. He is a member of the French Society of Electrostatics and of the Société des Electricienset Electroniciens, France.

Alain Toureille was born in 1941 in France. Doctor of state in 1974 , assistant professor then professor at University of Montpellier 2, France . Since 1964, he has been teaching at this same university the electrotechnics, automatics, high voltage, and creating of Master of science "Relability in Electrical Engineering". He was head of Electrical Engineering department during 1997-2003. Bringing to IES (Institutd' Electronique du Sud). He is the creator of the "Thermal Step Method" (called MOT in France) which determines the distributions of the electric field and space charge in the thickness of the insulating materials in short-circuit or under voltage. This technique, applied from 1986 to all components of electrical engineering has permitted, due to its high sensitivity, to make some important advances in the knowledge of the materials used in electrical engineering from the making to the end of working: quality of material, detection of charges in dc and ac conditioning, following ageing, life time. Now, as Emeritus Professor, He is President of the Scientific Committee of Societe Francaised' Electrostatique (SFE) and President of Societe de l'Electricite et l'Electronique (SEE) concerning the South of France.

Michel Fréchette has a graduate background in physics. He joined Hydro-Québec's research institute (IREQ) in 1981. Since then, he has been involved in applied basic research in various fields related to electrical insulation and insulating materials. His major contribution concern discharge physics and dielectric phenomena.

Andrej Krivda (M'96) was born in Humenne, Slovakia in 1967. He received the M.Sc. degree from Kosice University of Technology, Slovakia and the Ph.D. degree from Delft University of Technology, the Netherlands. He spent one year at the Royal Institute of Technology, Stockholm, Sweden working on automated recognition of partial discharge patterns and four years at Queensland University of Technology, Brisbane, Australia working on outdoor insulation. He was awarded the Power Engineering Journal and the Journal of Electrical and Electronics Engineering, Australia, premiums for his work on overhead insulated mains in 2000. Since 2001 he has been with ABB Switzerland Ltd, Corporate Research, Baden-Daettwil, Switzerland. His main interests are outdoor insulation, classical music, partial discharges, jazz, neural networks, chess. In his free time he paints and exhibits his works in New York, Zurich and Montreal galleries.

Nanostructured Polymer Microcomposites: A Distinct Class of Insulating Materials

M. F. Fréchette, R.Y. Larocque, M. Trudeau, R. Veillette, R. Rioux
S. Pélissou, S. Besner, M. Javan
Institut de recherche d'Hydro-Québec
1800 boul. Lionel-Boulet
Varennes, Québec, Canada

K. Cole, M.-T. Ton That, D. Desgagnés
Institut des matériaux industriels CNRC
75, boul. de Mortagne
Boucherville, Québec, Canada

J. Castellon, S. Agnel, A. Toureille
Institut d'Electronique du Sud - Groupe Energie et Matériaux
Université Montpellier 2 - CC 079
34095 Montpellier Cedex 5 - France

and **G. Platbrood**
LABORÉLEC, Électrabel
Rodestraat 125, B-1630 Linkebeek
Belgium

ABSTRACT

Experimental evidence was produced and gathered to demonstrate the distinct nature of nanostructured polymer microcomposites. The case of a polymer composite consisting of a high-content of micrometric quartz with a small adjunct of nanoclay is discussed. Emphasis is put on dielectric behavior studies while some results on thermal characteristics are presented. Overall results strongly support the potential of this class of insulating material for electrotechnical applications.

Index Terms — **Dielectrics, insulating materials, nanodielectrics, nanostructured polymer microcomposites, polymer nanocomposites, nanomaterials.**

1 INTRODUCTION

SINCE the concept of nanodielectrics was introduced [1], it has garnered much attention through its novelty (and potential) and a substantial amount of research has been produced relatively quickly [2]. The concept basically recognized that the macroscopic dielectric behaviour could indeed be affected at the nanometric scale. Furthermore, in view of the importance of polymers for high-voltage electrotechnical applications, it was suggested that partial nanostructuration of these compounds or some presence of nanostructures in them could result in a modified performance at the macroscopic level.

Materials for electrotechnical applications, in particular insulating materials, were most often than not imported from other fields. Thus, these materials primarily satisfy some requirements specified by their application. The major driving markets at the moment concern the automotive and packaging industries, among other sectors. Concerns such as reducing weigh and increasing barrier performance are pursued via the development of thermoplastics that contain nanoparticles. A flourishing activity is developing [3]. Therefore, it is not surprising that polymer nanocomposites (PNC's) have found their way into research aimed at evaluating their dielectric properties. However, these materials do not necessarily have a future and potential role for electrotechnical applications. But by comparing the dielectric properties of a particular compound with those associated with the compound that contains a small amount of nanoparticles, trends and effects can be determined. Basic knowledge could be acquired, even though the concept of nanodielectrics has been verified [4].

Manuscript received on 3 August 2007, in final form 11 December 2007.

1070-9878/08/$25.00 © 2008 IEEE

Adding microfillers to a polymer matrix is a well established approach for improving performance in the context of electrotechnical applications. Since absolute performance here was an issue, the question of whether polymer microcomposite characteristics could be further enhanced came up. This questioning initiated some seminal research activities in which the concept of nanostructured microcomposite was drawn up. This distinct class is concerned with polymer microcomposites in which nanofillers are embedded.

This paper contains our results and the discussions that were recently presented at scientific symposia. It has the further aim of detailing several different behaviours of the material, as an application requiring that the material satisfies a matrix of properties. The present results were obtained using non-optimized nanodielectrics. At first perhaps not enough resources were available for the development of well-distributed and totally exfoliated nanoclays in the polymer matrix. Yet the fact that the nanodielectric was found to exhibit some outstanding features augurs well for applications.

2 MATERIAL SYNTHESIS AND CHARACTERIZATION

2.1 SYNTHESIS

The reference dielectric material consisted of micrometric silica dispersed in an epoxy matrix at a loading of 60% by weight. The epoxy resin consisted of a common resin based on DGEBA (diglycidyl ether of bisphenol A) cured with an anhydride-type hardener. The nanodielectric material was identical except that a commercially available nanoclay (a layered silicate treated with organic intercalant) was added to the epoxy resin before it was mixed with hardener and silica and cured. The amount of nanoclay was chosen so that the nano-metric silicate content in the final product represented 0.45% of the total weight, or 1.1% of the epoxy matrix weight. When such nanoclays are fully dispersed, they give rise to silicate platelets with a thickness of about 1 nm and a diameter in the range of 100-500 nm.

For some samples, a high degree of nanoclay intercalation was obtained by mixing the nanoclay and resin for 2 h at 160 °C. Although full exfoliation was not achieved, the degree of intercalation was significant (Type C). The interlayer d-spacing of the clay increased from 1.8 nm (not measured here yet often quoted) in the starting organoclay to about 5 nm in the cured product. The present report compares these samples with a set prepared with a lower degree of intercalation (Type B). This was achieved by simply mixing the nanoclay and resin for 30 min at room temperature, without any heating. However, some intercalation will occur during the subsequent curing process, as the interlayer spacing increased to about 2.5-3 nm. However, this is considerably less than the 5 nm observed for the previous set. Thus the two sets represent two distinct states of intercalation. Different series of samples have been prepared and are briefly described. Basically, two sample shapes were produced. Cylindrical bulk rods (CR) were formed in a polytetrafluoroethylene mold. In this material arrangement, vacuum could be easily established. The cylinders were tailored to the proper dimensions and cleaned of grease and moisture. Cylindrical rods with a high degree of nanoclay intercalation, as well as rods with a lesser degree, were prepared. The rod samples were used in the corona experiment while thin cylindrical samples (CRcut) were used for some dielectric spectroscopy measurements.

Other low-degree intercalated solid samples (Type A) were prepared through molding using a natural flow of a pre-determined weight of the material. These were obtained by mixing the nanoclay and resin for 2 h at 90 °C, natural-flow molding and curing for 18 h at 120 °C. No penetration of the polymer between the layers could be determined based on the measured value of the interlayer spacing (about 1 nm); in this range of values, the uncontrolled angles and depth at which the structures are viewed using the microscope may be significant and result in smaller dimensions than in reality. Finally, plates with a typical thickness of about 1.7 mm were produced. Four samples of this preparation (2 samples with nanoclay and 2 samples without) were used in the experiment using the Thermal Step Method. The samples are presented as 10-cm plates with variable thickness. Aluminium electrodes (4 cm diameter) were deposited by vacuum evaporation on each side of the samples. Other samples were used for some dielectric spectroscopy measurement, for the glass transition assessment and for the thermal measurements.

For the breakdown experiment and some other work [5], the epoxy nanocomposite was obtained by melt-mixing nanoclay in the epoxy matrix, adding hardener, and then molding plates 3.5 cm x 3.5 cm and ~ 500 μm thick, by compression under light pressure in a polyurethane frame sandwiched between two polytetrafluoroethylene sheets. Two types of material were used, one with nanoclay and one without.

A total of 19 samples were used in the various experiments and the following list describes their properties:

TYPE C : High-degree of intercalation

S1-C-CR: NS microcomposite, Cylindrical rod (CR)
S2-REF-CR: Microcomposite, Cylindrical rod (CR)
S3-C-Crcut: NS microcomposite, Plate (CRcut)
S4-REF-Crcut: Microcomposite, Plate (CRcut)

TYPE B : Medium-degree of intercalation

S5-B-CR: NS microcomposite, Cylindrical rod (CR)
S6-B-Crcut: NS microcomposite, Plate (CRcut)

TYPE A : Low-degree of intercalation

S7-A-TNP: NS microcomposite, Thin plate (TNP)
S8-REF-TNP: Microcomposite, Thin plate (TNP)
S9-A-TNP: NS microcomposite, Thin plate (TNP)
S10-REF-TNP: Microcomposite, Thin plate (TNP)
S11-A-TKP: NS microcomposite, Thick plate (TKP)
S12-REF-TKP: Microcomposite, Thick plate (TKP)
S13-A-TKP: NS microcomposite, Thick plate (TKP)
S14-REF-TKP: Microcomposite, Thick plate (TKP)
S15-RES-TKP: Resin (RES), Thick plate (TKP)

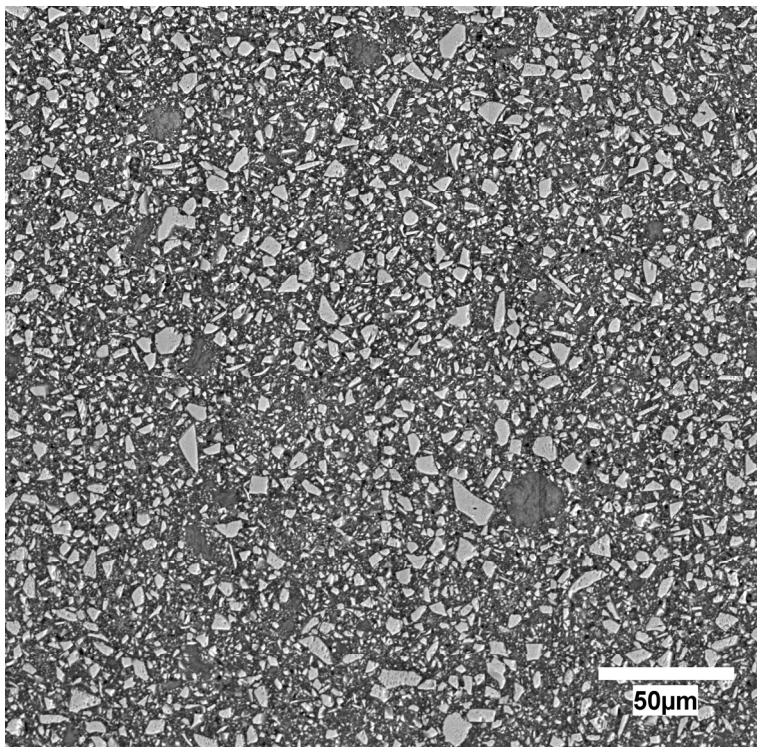


Figure 1. Reconstructed mosaic using several adjacent SEM scans done on a nanostructured microcomposite (Type B). The total surface is 250 X 250 square micrometers.

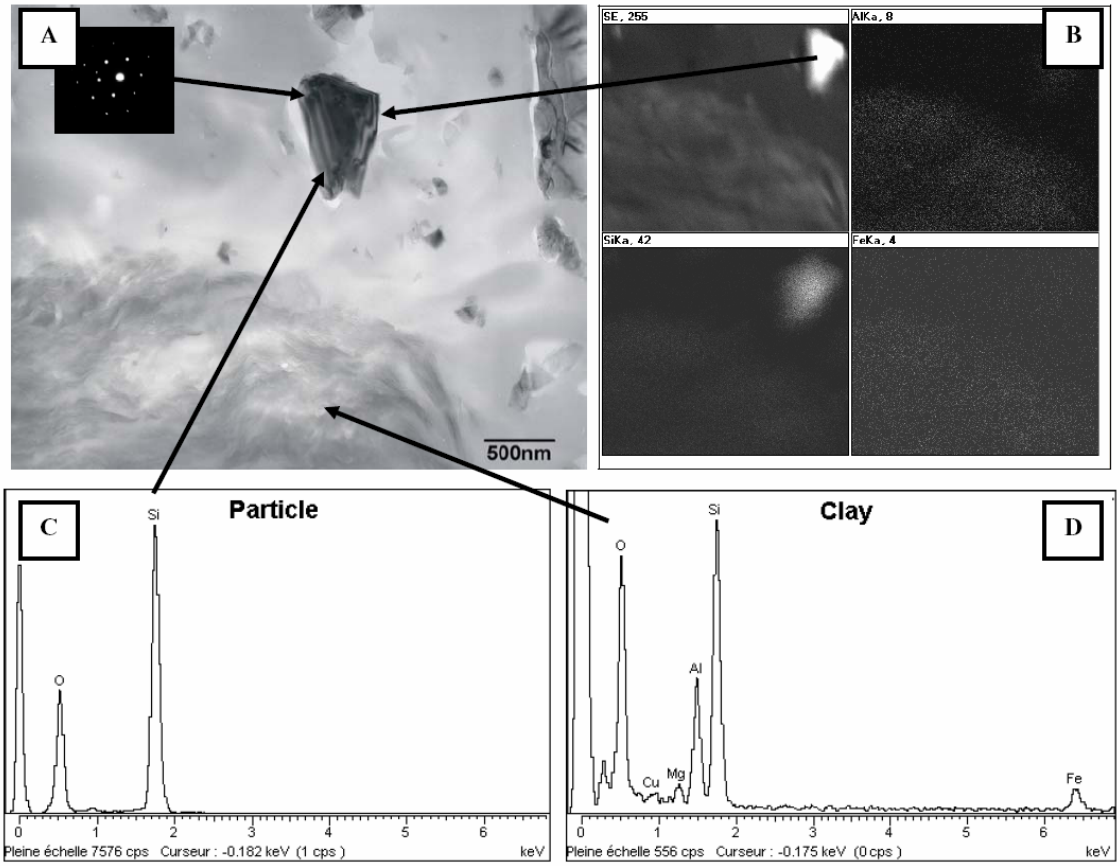


Figure 2. Transmission electron microscopy analysis of a nanostructured microcomposite (Type B); A) TEM micrograph showing a micrometric quartz particle with its diffraction pattern with cristalline characteristics, B) X-ray cartography, C) and D) elemental analysis for the quartz and the nanoclay region.

S16-A-TKP: NS microcomposite, Thick plate (TKP)
S17-REF-TKP: Microcomposite, Thick plate (TKP)
S18-A-TKP: NS microcomposite, Thick plate (TKP)
S19-REF-TKP: Microcomposite, Thick plate (TKP)

NS : Nanostructured
CRcut : Plate cut from a cylindrical rod
RES : Resin with hardener and catalyst

2.2 CHARACTERIZATION

The microstructural morphology of the nanocomposites, as shown in Figure 1, was observed using an environmental SEM 3500 from Hitachi equipped with an energy dispersive X-ray detector (EDX). EDX also provides qualitative information on the elemental composition of the different components of the nanocomposite materials.

To more clearly see the microstructure of the different samples, transmission electron microscopy (TEM) analysis was used. The TEM work was done using a H9000 microscope from Hitachi operated at 300 kV. Cross-sectional electron transparent samples were obtained by ultramicrotomy using a diamond knife. Figure 2 shows the typical microstructure of the nanocomposite materials. As observed on the figure, the TEM was also equipped with an EDX detector that allowed elemental analysis mapping to be done of the different regions observed. The figure also shows that the SiO_2 particles are well crystallized and that the clay regions (aluminosilicate) are composed of Si, O, Al, Fe and Mg and are not well exfoliated. Based on these measurements, one can more clearly see that the nanocomposites are far from being homogeneous.

TEM techniques can also be used to determine the interplane spacing of the nanoclays.

3 MACROSCOPIC PROPERTIES

Some progress has been made in assessing a larger spectrum of characteristics associated with this new concept of material. Some preliminary results are reported in this section. Not only is it important to know the general behavior of this class of nanodielectrics, but dielectric materials are required to satisfy various properties matrices for applications. Some parts of this report were discussed at symposia [5-7].

3.1 THERMAL ANALYSIS

TGA and DSC measurements were performed to evaluate the thermal decomposition and melting temperatures of the two types of material. In both cases, a heating rate of 10 °C/min. was applied using Model 7 Perkin Elmer instruments. This set of measurements concerns two types of material, one with nanoclay (referred to here as S7-A-TNP) and one without (reference S8-REF-TNP).

Figure 3 shows the normalized TGA diagrams for the two epoxy samples with and without nanoclay. Both samples roughly give the same response and decomposition temperature, 376 °C; the only difference is that at higher temperatures the material with nanoclay loses more weight, in some cases 2-3%. This difference may be due to the nanocomposite material mixing process, which may have introduced some moisture and contamination.

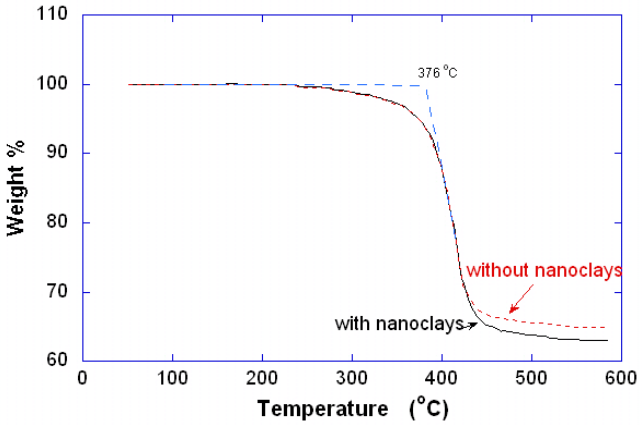


Figure 3. TGA diagrams of two epoxy samples with (solid curve) and without (dotted curve) nanoclay, S7-A-TNP and S8-REF-TNP respectively.

The DSC analysis gave the same curve for both samples. For purposes of clarity, Figure 4 only gives the results for sample S7-A-TNP with nanoclay. A tiny peak and change in slope appears at ~ 130 °C, which indicates that there is a glass transition temperature in the microcomposite. The last portion of the curve merely shows the decomposition of the material.

It can be concluded from these results that the presence of nanoclay did not significantly change the thermal behavior of the epoxy. Indeed, not much improvement is seen from these properties, but at least they were not adversely affected by this type of nanoclay or its concentration.

DSC was also performed on another low-degree intercalated sample (S13-A-TKP), similar to the ones used in the thermal step method, and gave a glass transition temperature of 123 °C. This set a warning threshold for higher-temperature measurements. Preliminary test were also performed on samples without nanoclay. However, the effect of the synthesis route and the moulding procedure on the glass transition temperature variation should be examined before discussing the effect of adding nanoclay in the polymer microcomposite.

3.2 STABILITY ANALYSIS

A review of the effect of the temperature on a broad range of temperatures is important when industrial applications are involved, specially when the equipment temperature or partial discharges play a role.

Several samples of epoxy were prepared. The ones contain-

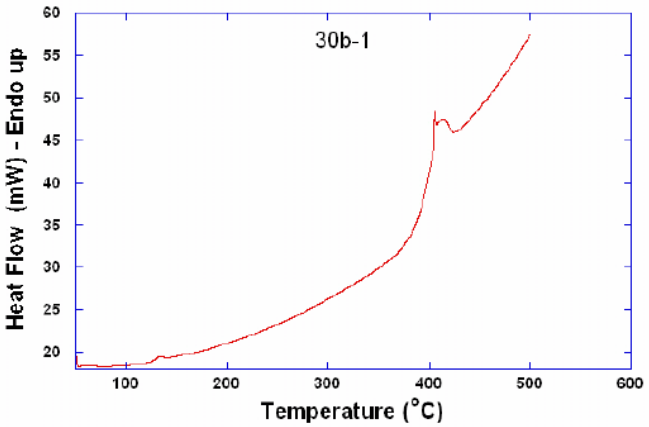


Figure 4. DSC diagram of the epoxy samples with nanoclay, S7-A-TNP.

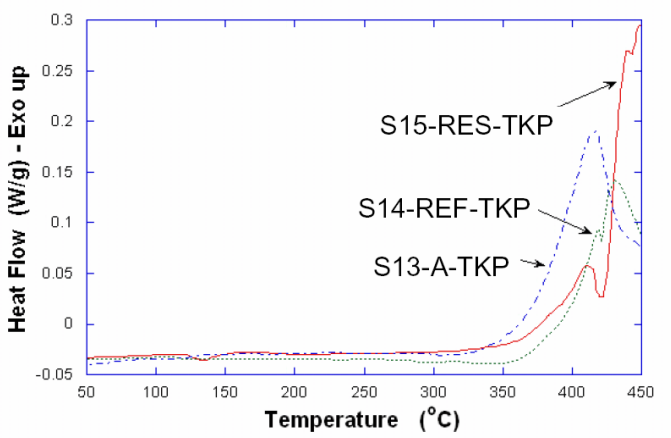


Figure 5. Differential scanning calorimetry of the pure epoxy (S15-RES-TKP), the microcomposite (S14-REF-TKP) and the nanostructured micro-composites of Type A (S13-A-TKP).

ing nanoclays are Type A. One S15-RES-TKP sample consisted of the base resin and hardener (HHPA) and catalyst (BDMA). S14-REF-TKP is the microcomposite and S13-A-TKP, the nanostructured microcomposite. Figure 5 shows that the different epoxies are stable up to 290 °C. The heat flow remains constant on a broad range of the temperature. After 250 °C, chemical degradation occurs as the exothermic heat flow increases. The epoxy with the nanoclays (S13-A-TKP) exhibits a somewhat different behavior when the heat flow is considered. This is due to the residual presence of the less thermally stable quaternary ammonium salts.

3.3 INFRARED SPECTROSCOPY (FT-IR) STUDY

The spectra for both the S14-REF-TKP and S13-A-TKP samples are not identical, showing differences around 1700 cm^{-1} (Figure 6). There is a small variation in the vicinity of the CO vibration. The nanoclays create an interaction with the hardener ester group that is visible with the hardener's double CO peak. Lastly, it is difficult to detect small amounts of montmorillonite in the epoxy. Since the nanoclays are delaminated with the quaternary ammonium, we cannot compare pure montmorillonite with the delaminated one.

3.4 DIELECTRIC SPECTROSCOPY STUDY

In this study, the nanostructured microcomposite was investigated for its dielectric response in the frequency range of 10^{-1}

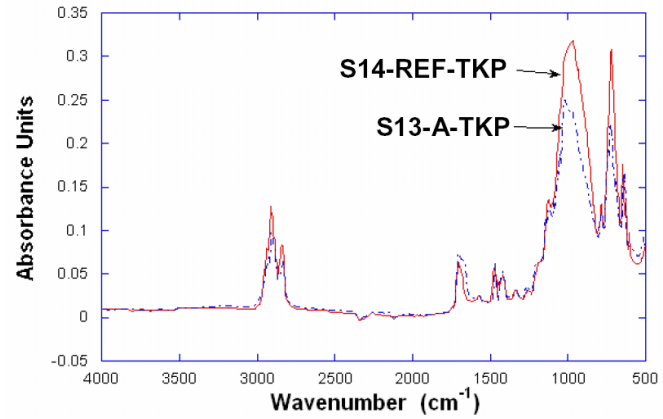


Figure 6. FT-IR comparison of the microcomposite and nanostructured microcomposite epoxies, S14-REF-TKP and S13-A-TKP respectively.

were not pre-treated in any way. Typically, the samples were cylindrical with a thickness of about 1 mm and diameter of 40 mm. Although measurements involved a limited number of samples, at times especially at lower frequencies, averaging included as much as 30 consecutive measurements.

At first, thin cylindrical samples of Type C (S3-C-CRcut) and B (S6-B-CRcut), one with high-degree and the other one with a lesser degree of intercalation, were used. Figure 7 compares the results displayed as a function of frequency. The average value of the relative permittivity lies within 4.6 to 4.9 at low frequency. While the degree of intercalation (interplane spacing in the range of 3 to 5 nm) of the nanoclays does not affect the permittivity over the range of frequencies (Figure 7, square and + symbols), the permittivity value of the polymer microcomposite (S4-REF-CRcut) without the nanoclay (Figure 7, filled-circle symbols) was found to be slightly lower, in fact by about 5% at low frequency.

Preliminary dielectric measurements on Type A samples showed that the dielectric response exhibited a non-negligible conditioning as a function of the number of runs at high temperature (e.g. a repeat of the temperature sequence starting at 130 °C (above curing) down to 110 °C). This was observed on nanostructured microcomposite sample, S11-A-TKP. A convergence of the results was attained, and this effect may be due to the presence of charges associated with the nature of the prepared nanoclay and the manufacturing process. Further details are provided in reference [8].

The permittivity value of the reference material (S12-REF-TKP) was thus found to be greater than that measured for the sample containing the nanoclay (S11-A-TKP), a relative value of 4.2 compared to 3.4 at 100 Hz and 120 °C. The permittivity variation as a function of frequency in the range 10^6 to 10^2 Hz was found to be similar, parallel curves indicating a similar role of the interface. At low frequencies, the slope of the curve associated with the sample without nanoclay is steeper, more polar with an accrued role of the ions. The nanocomposite may have managed its internal charge through special trapping as-

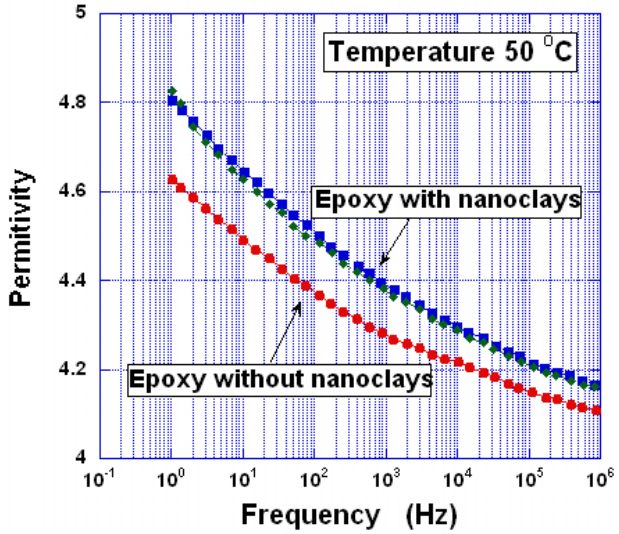


Figure 7. Dielectric spectroscopy of the epoxy microcomposites with and without nanoclay; without nanoclay – filled circles, S4-REF-CRcut; with nanoclay – filled squares, S3-C-CRcut, and + symbols, S6-B-CRcut.

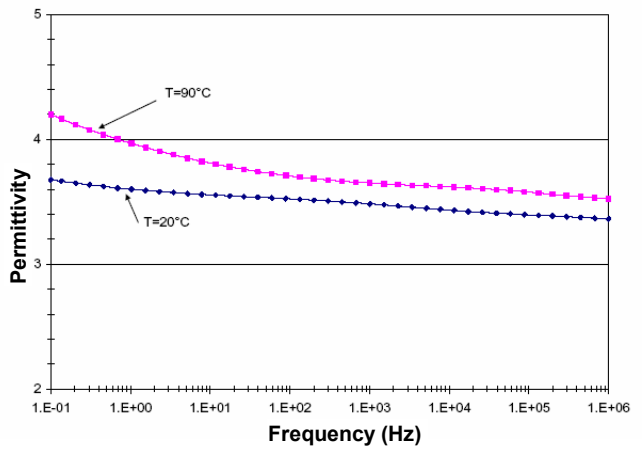


Figure 8. Relative permittivity of the nanostructured microcomposite polymer at 20 °C and 90 °C, for sample S11-A-TKP.

sociated with the poor exfoliated state of the nanoclay (as seen using TEM). This remains to be established.

The permittivity and losses were measured for the epoxy nanocomposite for T_{max}= 90 °C and for T_{min}= 20 °C. As shown in Figure 8, there is a considerable difference in permittivity, particularly at low frequencies. The permittivity at 20 °C extends from 3.6 at 0.1 Hz to 3.3 at 1 MHz, a slight difference of 0.3. At 90 °C, this overall variation is more substantial, about 0.8. Therefore, epoxy nanocomposite permittivity is found to be sensitive to frequency changes at higher temperatures, which is common. In the case of imaginary part (Figure 9), the greater losses with variation in temperature that were observed at low frequencies are more remarkable, a finding that is consistent with the role of ions. A slight shift of the peaks in the higher-frequency zone indicates an effect associated with interfacial processes.

4 BREAKDOWN CHARACTERISTICS

This section presents ac electrical breakdown (ACBD) performed on sheet samples with and without nanoclay. The results show that ACBD strength is slightly affected by the presence of such nanoclay concentration in the epoxy: the largest ACBD value and less dispersed data.

4.1 EXPERIMENTAL

4.1.1 MATERIAL

The epoxy nanocomposite was obtained by melt-mixing the nanoclay in the epoxy matrix, and then molding it by compression into plates 3.5 cm x 3.5 cm and ~500 µm thick. Two types of material were used, one with nanoclay (referred to here as S9-A-TNP) and one without (reference S10-REF-TNP).

4.1.2 ACBD TESTS

The ACBD tests were performed with a Baur 60-Hz high-voltage source using 6.4-mm brass cylinders (plane to plane with rounded edges) immersed in silicone oil and at constant voltage increase of 0.5 kV/s, as per ASTM D149 [9]. All measurements were taken at room temperature (22 ± 1 °C). One film of each material was used to perform roughly eleven

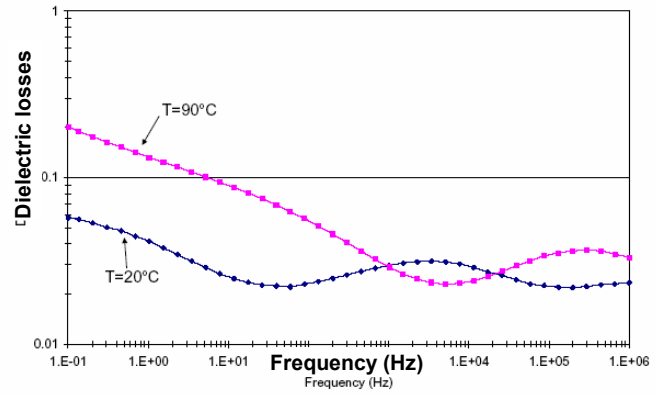


Figure 9. Dielectric losses of the epoxy nanocomposite at 20 °C and 90 °C, for sample S11-A-TKP.

breakdown tests on eleven different areas of the film. After the tests, the breakdown sites are examined to identify the origin or cause of the failure and to measure the sample thickness. The ACBD strength is usually obtained by dividing the breakdown voltage with the sample thickness at the breakdown site.

4.2 RESULTS AND DISCUSSION

A summary of the ACBD results is given in Table 1 and a Weibull plot on Figure 10. There is a difference of ~ 12% in the thickness between the two samples, due to the preparation of the mixture and molding. Most of the breakdown for both samples occurred at the electrode edge (ring 5.5-7.5 mm in diameter) and none in the center, but entirely at the smallest sample thickness. Furthermore, one of the extrinsic breakdowns originated in a bubble 0.9 mm width, in sample S9-A-TNP, and was naturally excluded from the statistics. The results generally indicate that ACBD strength, as given by the Weibull scale parameter, is 55.9 kV/mm for the epoxy without nanoclay and 55.3 kV/mm for the one with nanoclay, and that the two breakdown statistical populations are homogeneous and quite similar. This is confirmed statistically by the strong overlapping of the 90% confidence bounds. However, the sample with nanoclay resulted in less data dispersion in the data, a greater Weibull shape parameter, and two of the highest ACBD strength (59.4 and 60.4 kV/mm). The reference sample provided a much smaller shape parameter and two of the low-est ACBD strength (46.2 and 48 kV/mm). Moreover, note that sample S9-A-TNP was submitted to an additional preparation step: the mixing with nanoclay, which may have led to more contamination compared to the reference sample. The pro-bability of contamination increases with handling, as is always the case even in a clean environment. In conclusion, the ACBD strength is statistically similar for both epoxy materials,

Table 1: ACBD strength results.

Sample #	Thickness* (µm)	Number of breakdown	Weibull parameters***	
			Scale (kV/mm)	Shape
S10-REF-TNP	468 ± 18	11	55.9	14.5
S9-A-TNP	525 ± 28	10**	55.3	19.7

* mean ± standard deviation of all the breakdown sites
** the 11th breakdown was excluded as it occured in a cavity at 33.5 kV/mm
*** the scale parameter is the characteristic value at which 63% of the breakdown occured and the shape the data dispersion

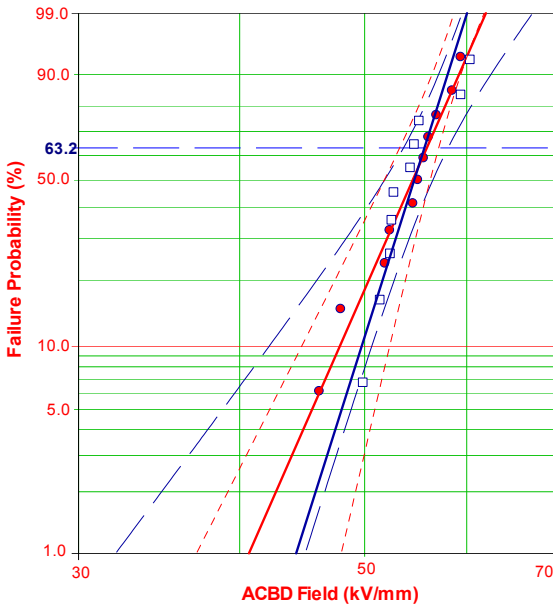


Figure 10. Weibull probability plot for ACBD strength of the two epoxy samples with (□) and without (●) nanoclay, S9-A-TNP and S10-REF-TNP respectively. The dotted lines are the two-sided 90% confidence limits.

but the one with nanoclay shows less dispersion in the data and two of the highest ACBD values.

4.3 OBSERVATIONS

The characterization of the nanostructured epoxy microcomposite resulted in the following conclusions: the ACBD nanocomposite strength is statistically similar to the conventional epoxy one, but results in less data dispersion and the highest values. However, further work is needed with better-controlled manufacturing process and a range of nanoclay concentrations.

5 PD PERFORMANCE OF THE NANODIELECTRIC SURFACE

The aim of this experiment was to determine the performance of the nanodielectric surface when exposed to partial discharges compared to that of an epoxy containing only the micrometric SiO_2 load. A discharge scenario featuring triple-junction conditions was used. Low-intensity discharges were produced along a gap formed by the interface between compressed air and the bulk sample. The material containing a small amount of nanoparticles was found to be much more resistant to the present discharge conditions, and showed an improved performance as compared to what was observed for the epoxy without nanoclay.

5.1 EXPERIMENTAL CONTEXT

5.1.1 MATERIAL SAMPLES

The amount of nanoclay was chosen so that the content of nanometric silicate in the final product represented 0.45% of the total weight. Cylindrical bulk rods were molded in plastic containers. The resulting surfaces were used in the experiment. However, the cylinders were tailored to the proper dimensions and cleaned of grease and moisture. The nanostructured microcomposite is of Type C.

Experiment

A detailed description of this type of experiment has been provided in the past [10-13], as it forms a basic context for discharge interactions with an insulating surface. A discharge scenario featuring triple-junction conditions was used. Low-intensity discharges were produced along a gap formed by the interface between compressed air and the bulk sample. A plane/point/plane electrode configuration was used. The solid bulk surface was found alongside the point electrode that extends from one of the planes. The gap length was made up of the interface between the gas medium and the solid material surface. There was a distance of 5 mm between the point electrode and the opposite plane. Figure 11 illustrates the experimental layout. Gas pressure was set at 0.5 MPa (5 bars). ac voltage was applied and a voltage value providing reasonable discharge activity was set. At times, this applied value was reset to maintain discharge activity. The discharge characteristics were monitored using an ICCD camera and an ICM. Voltage was applied over extended periods of time, both continuously and periodically, giving a total exposure time.

5.2 DISCHARGE CONDITIONS

One important element in the experiment was to successfully control the stresses applied to the surface under study. The basis of the experiment consisted in determining the type of stress applied to the surface. To be able to reproduce and control these stresses over time is crucial in such a comparative study.

Considerable efforts were made to set up a controlled-discharge environment. Knowledge of the discharge situation was clarified. A fibre-optic intensified charge-coupled display detector (FOICCD) with a spectral response between 200 and 600 nm was directed to the area of interest. The camera was aimed at the point electrode through a sapphire window. The

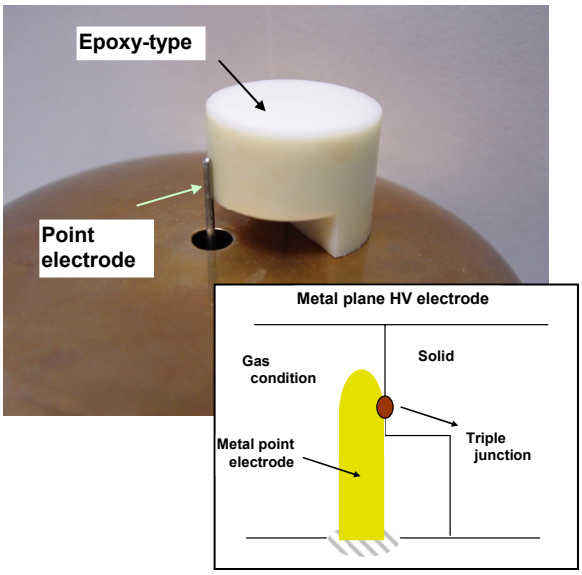


Figure 11. View of the experimental electrode arrangement and schematical definition of the triple junction.

camera is an ICCD type with a possible gain up to 10^6, with a fast response (a max of 1 Msample/s) and is UV-enhanced. In addition, the incoming light went through a telephoto (5X) equipped with quartz lenses. Typically, the camera was operated in continuous mode and opened gate with a gain set at 150 (max. of 255). The 16-bit pre-amplified signal is transmitted via a high-speed serial cable to a dedicated computer via a FO interface. Over a 100-ms timeframe, light was integrated and the resulting image recorded. Figure 12 shows an ICCD re-cording of the light that corresponds to a 100 ms timeframe. In the background are featured the epoxy-type sample and the electrode profile. Use of ac voltage rather than dc voltage produced a discharge at the triple junction, which can be clearly seen in Figure 12. Figure 13 shows that the discharge emits almost continuously. In this graph, light intensity in arbitrary unit was displayed as a function of the consecutively recorded ICCD time frame. The darker symbols are ascribed to the background noise.

In such an electrode configuration, the voltage span between corona threshold and breakdown is usually narrow. The applied voltage value was set as to obtain the partial-discharge pattern shown in Figure 14. This figure features an ICM recording in which the peak charge is displayed as a function of time. Rates exceeding 25 negative-pulse counts per second with peaks larger than 5 pC were found.

5.3 MATERIAL ANALYSIS

The case of epoxy without nanoclay (sample S2-REF-CR) was handled first. The discharge exposure lasted 13.5 hours. Surface conditions were checked periodically. Surface erosion was apparent at this time. This set the reference timeline for the exposure duration to be applied to the epoxy containing nanoclay (sample S1-C-CR). After the same discharge duration, no apparent surface degradation was observed. Exposure continued to reach a total duration of 25 hours. The bulk was then removed and its surface imaged using a depth-of-field compensated optical microscope.

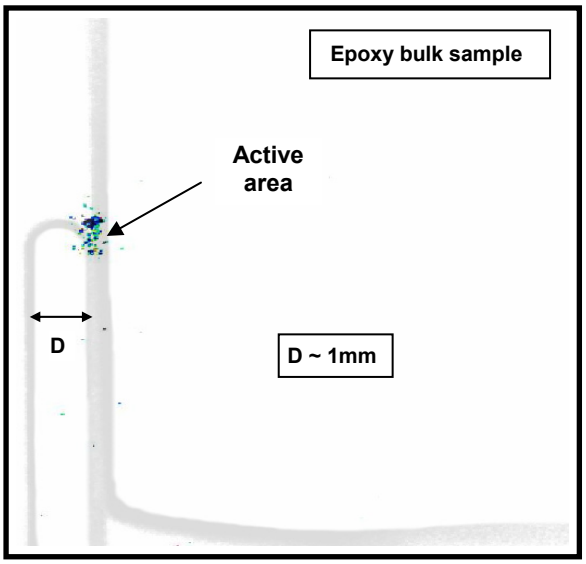


Figure 12. Localization of the light activity observed during the discharge exposure in air.

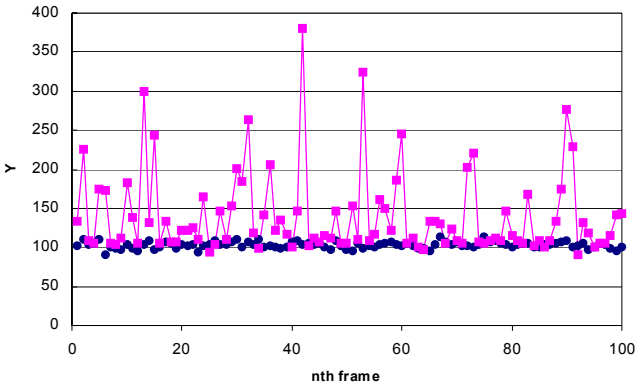


Figure 13. Measured light intensity (Y in a.u.) as a function of consecutive ICCD time frames (nth). Darker symbols (filled circles) feature background noise.

As can be seen in Figure 15, minimal damage occurred and the original marks associated with the mould are still visible. However, the surface of the two-body epoxy (without clay) showed a substantial damaged area: an oval shape measuring about 500 μm by 1400 μm. Various microscopy techniques were used to characterize the material microstructure and to further investigate this great resistance exhibited by the epoxy containing nanoclay.

The bulk without clay with the eroded surface was cut perpendicularly to its surface with a diamond blade. This gave access to the side view of the valley associated with the surface degradation. Observations made with a scanning electron microscope (variable-pressure SEM, 50 Pa) are shown in Figure 16a where a 12-μm decrease is found at the apex of the degradation valley. Further enlargement as shown in Figure 16b - a side view once again but this time with an angle – allows the microstructure to be imaged and differentiated. The whitish structures below the surface are silica particles. Their nature was confirmed by running X-ray scattering. They have various sizes. It was shown that nanometric silica particles (a small number) can exist. But the majority is in the micrometric range. The darker areas seen in Figure 16a consist of organic epoxy matrix. They reflect less and appear darker. Again it was confirmed that in such a situation the larger micrometric particles at or near the surface offer the greater resistance to discharges.

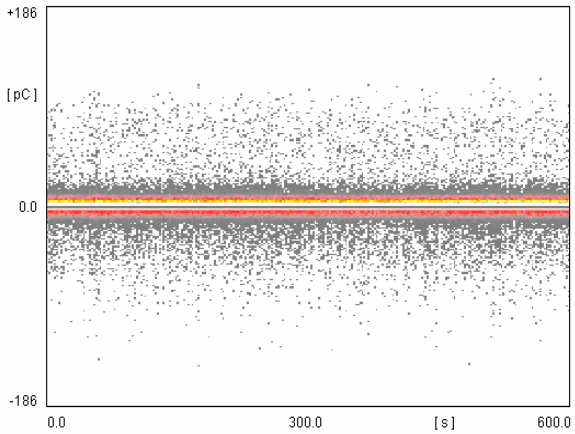


Figure 14. Partial-discharge activity expressed as apparent charge in pC displayed as a function of time.

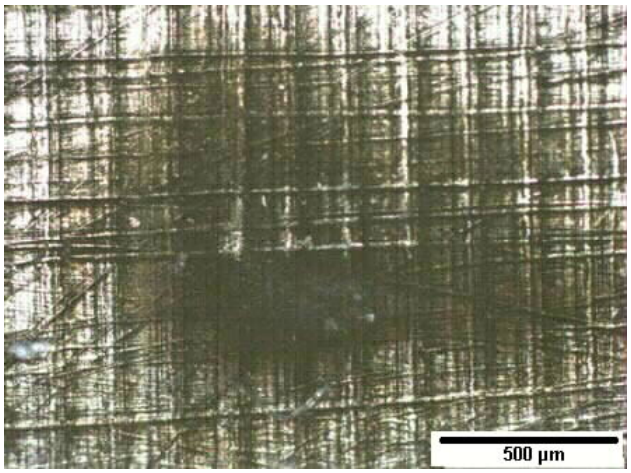


Figure 15. View of the nanodielectric surface after discharge exposure taken with an optical microscope, sample S1-C-CR.

What is happening to the two-body epoxy containing nanoclay? What accounts for the improved performance? The above analysis was applied to the nanostructured epoxy. The SEM micrograph presented in Figure 17a shows a side view of the sliced bulk. The cut was perpendicular to the discharge-exposed surface. As in the former case, observations are very similar except for the presence now of dark rounded structures with an approximate circular diameter of tens of microns. X-rays scattering performed on these structures indicates the presence of alumino-silicates (with traces of iron). Therefore, these are not polymer blobs and could be associated with a manufacturing change due to the agglomerated presence of nanostructures or consist of a synthesis artifact since the material (and its process) are not optimized. The analysis went further with the use of a transmission electron microscope. Thin slices with a surface of 30 µm X 30 µm and thickness of 80 nm were obtained from the side plane shown in Figures 17a using ultramicrotomy. Many of these slices were analyzed by TEM. Two examples are provided in Figures 17b and 17c. Figure

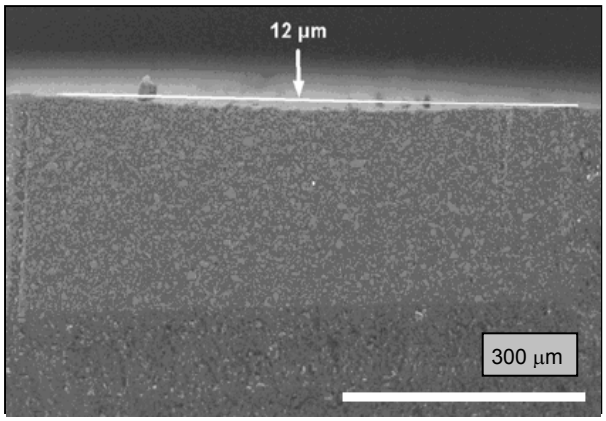


Figure 16a. SEM side view of a perpendicular plane to the eroded surface of the epoxy without nanoclay, S2-REF-CR.

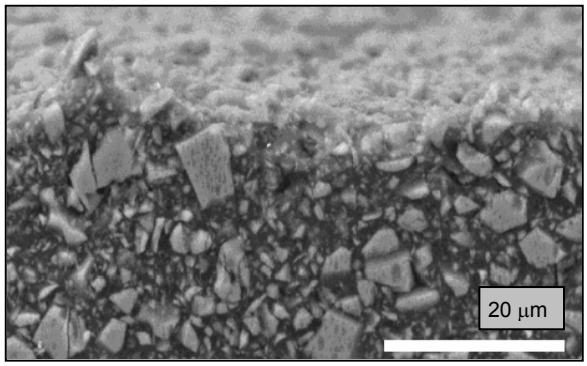


Figure 16b. SEM micrograph of a perpendicular cut of the eroded surface; epoxy without nanoclay S2-REF-CR.

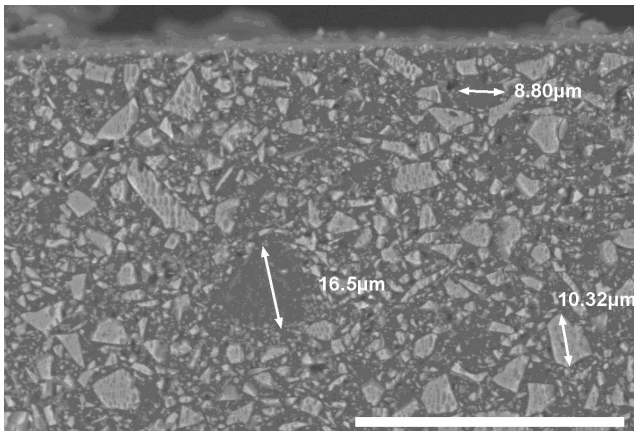


Figure 17a. SEM micrograph showing a side view of the epoxy bulk with nanoclay, S1-C-CR.

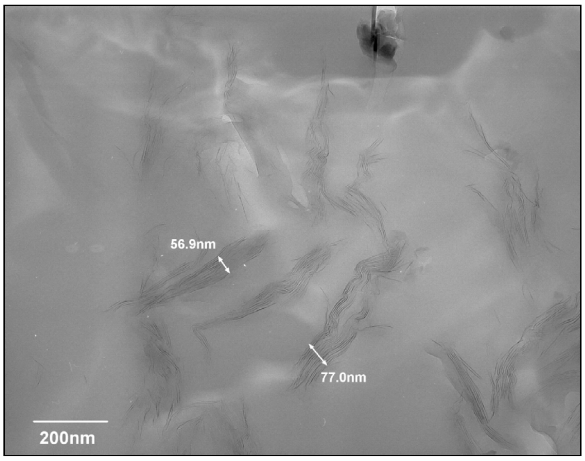


Figure 17b. TEM micrograph of the epoxy containing nanoclay, S1-C-CR. Grouping of the dispersed platelets into the epoxy matrix is observed.

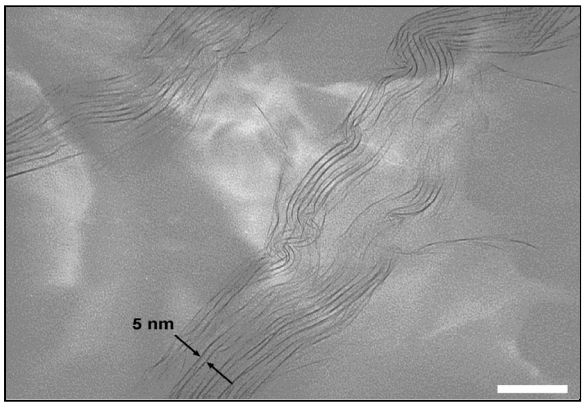


Figure 17c. TEM micrograph of the epoxy containing nanoclay showing the dispersed platelets of alumino-silicates, S1-C-CR.

17b is a typical image of the situation: nanometric structures have appeared in between micrometric silica. Typically, the nanostructures are not found close to the micrometric particles or aggregates. They appear alone in the matrix. With a longer extension (as long as 400 nm) than width (in the range of 50 to 80 nm), they show some structure. Figure 17c presents an enlarged view of the dispersed platelets. The 5 mm value tends to indicate some substantial intercalation, as it exceeds natural inter-cavern distances. However, it is not a measure of the exfoliation status of the bulk. It would appear that the adjunct of nanometric inclusions multiplies the number of bonds and changes the bonding nature with the surroundings.

5.4 CONCLUSION

Electrotechnical applications already make use of two-phase epoxy. This study attempted to investigate whether adding a small amount of nanometric additives to an existing formula could revolutionize its performance. In this context, it was found that the adjunct substantially improved the surface performance and was capable of resisting the degrading effects associated with partial discharges. The dispersed platelets were found to group into the epoxy matrix and were not seen to interact with the micrometric silica. It gives the image of ligamentary re-enforcement of the weak medium, i.e. the epoxy matrix. The results look promising provided that the material is not optimized and the properties may considerably depend on the synthesis process [14-15].

6 EFFECT OF INTERCALATION ON PD SURFACE RESISTANCE

The present experiment aimed at determining the effect of the degree of intercalation on the performance of the nano-dielectric surface when exposed to partial discharges. It was found that when the degree of intercalation of the nanoclay is low, the nanodielectric surface does not show superior performance compared to the surface with no nanoclay.

6.1 EXPERIMENTAL CONTEXT

Material preparation

For the samples (Type C) used in the previous section, a high degree of nanoclay intercalation was obtained by mixing the nanoclay and resin for 2 h at 160 °C. This report compares these samples with a set prepared with a lower degree of inter-calation (Type B). This was achieved by simply mixing the nanoclay and resin for 30 min at room temperature, without any heating.

Some intercalation does occur during the subsequent curing process, as the interlayer spacing was seen to increase to about 2.5-3 nm, as shown in Figure 18. However, this is still considerably less than the 5 nm observed for the previous set. The two sets thus represent two distinct states of intercalation.

Experiment

The experiment described in the previous section (Section 5) was repeated using sample S5-B-CR with a different degree

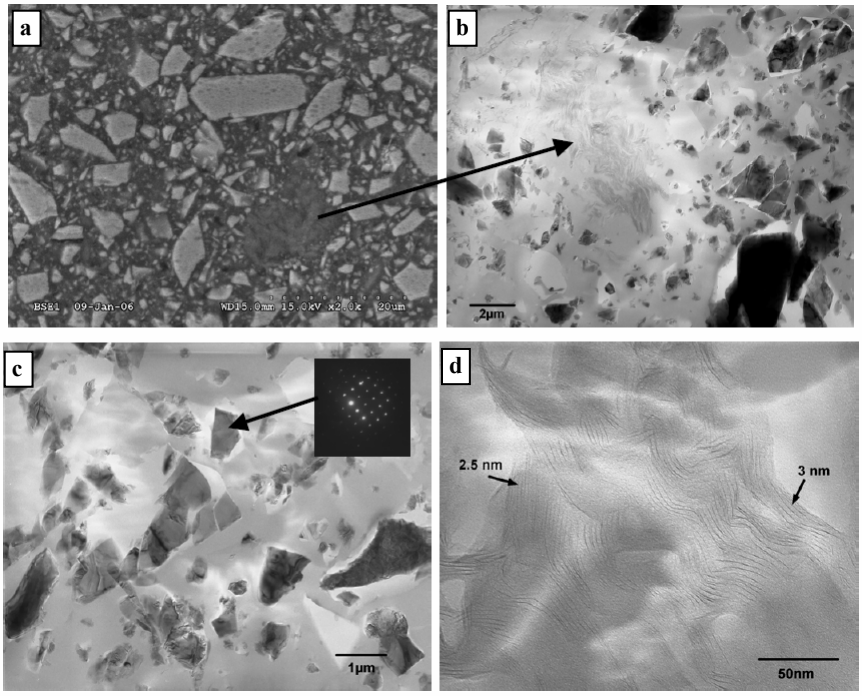


Figure 18. Different micrograph views showing the present nanostructured microcomposite; a) SEM micrograph showing a side view b)-d), TEMs with different enlargements; c) diffraction pattern (inlet) is associated with a quartz particle. All taken in the same location. This is sample S5-B-CR.

of intercalation. A discharge scenario featuring a triple-junction condition was used. Low-intensity discharges were produced along a gap formed by the interface between compressed air and the bulk sample.

The discharge conditions were as follows:

- A fibre-optic intensified charge-coupled display detector (FOICCD) with a spectral response between 200 and 600 nm was aimed at the triple-junction area. Light monitoring indicated that the emissions were both ample and in the range of intensity used in the earlier experiment [16]. This was of critical importance since erosion depends greatly on the light intensity. Intensity was set using a higher applied voltage.

- Imaging (with or without the discharge) is also necessary to continuously check the contact quality of the point electrode with the nanodielectric surface. The cycles involving pumping and pressurizing the experimental cell can result in a displacement of the epoxy bulk.

- The applied voltage value was set as to get a continuous partial-discharge pattern as obtained in a similar manner in the comparative experiment [16]. Rates exceeding 25 negative-pulse counts per second with peaks larger than 5 pC were encountered. However this time, the apparent charge was slightly higher, which is why the light intensity must be monitored. It is the comparative key parameter.

6.2 DETERMINING THE PERFORMANCE

The experiment was basically conceived to vary only one parameter compared to the earlier experiment (see Section 5). Here much effort was devoted to re-creating the same experimental conditions. It is contended that this was successfully done, and that only the intercalation state of the nanoclay changed.

In the previous experiment, the dielectric contained the same % weight of nanoclay. It was shown using TEM that the interlayer spacings of the nanoclay had become substantially larger. The performance of the surface that contained this nanoclay was compared to that of an epoxy without nanoclay. Exposed to partial discharges for the same amount of time in comparable conditions, the nanodielectric surface appeared untouched. Conversely, the microcomposite surface had already started to erode. Exposure time was 13.5 h at the time. Exposure of the nanodielectric surface was extended to about 25 h. There was virtually no damage. This set an exposure time window for experimenting with a modified nanodielectric surface.

When exposed to discharges, the state of the modified nanodielectric surface was frequently checked since the pre-established time window was somewhat wide. It showed visual transformation at 13.3 h. A dark spot in parallel line with the point about 1 mm above the apex had appeared. Subsequently, the bulk was sectioned at the defect, and a lateral view was taken using SEM. Figure 19 gives a measurement of the erosion and shows that erosion had already occurred.

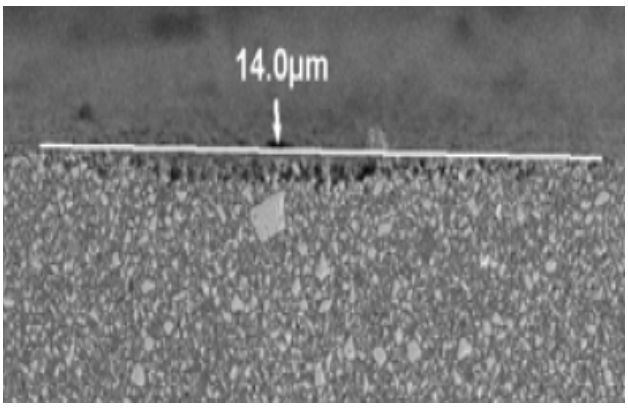


Figure 19. SEM side view of a perpendicular plane to the eroded surface of the epoxy with nanoclay, S5-B-CR.

A considerable number of TEM micrographs were taken. Some are shown in Figure 20 and support the following observations. The nanostructured microcomposite has a similar microstructure as observed earlier [16] for a microcomposite with a heavy load of quartz and a small amount of nanoclay. The nanoclay does not interact with the quartz (see Figure 18c where the diffraction pattern (inlet) indicates crystalline silica), but is concentrated in the polymeric areas. This morphology causes the polymer zones to be reinforced. Polymer blobs can be seen in the micrographs. These dark zones always contain nanoclay. In the present study, the nanoclay is found in the form of tactoids. Since the nanoclay here was in a less degree of intercalation, a lesser surface area and a reduced number of bonds - maybe different bonding geometry - resulted in diminishing the surface's corona resistance.

6.3 CONCLUSION

The way the experiment was conceived [17] led to the direct conclusion that the state of intercalation of nanoclay in a polymer microcomposite, here epoxy with a heavy load of quartz, may have a drastically negative effect on the corona resistance of a surface made of this material.

It would seem that the more the nanoclay is intercalated and/or exfoliated, the more surface area is available to elicit bonding, and, as a result, the increase of the overall self-assembly is speculated. But at the present, we cannot rule out a morphological synthesis effect, e.g. via nucleation, that would also contribute to the degree of self-assembly.

The results of the experiment have not shown any particular role played by the platelets in lengthening the discharge path or behaving as discharge barriers.

7 SPACE-CHARGE AND CONDUCTION CURRENT MEASUREMENTS

Solid samples were prepared by molding using natural flow of a pre-determined weight of the material. This resulted in plates typically being about 1.7 mm thick. This work con-cerned four samples (two samples with nanoclays S16-A-TKP and S18-A-TKP and two samples without nanoclay, references S17-REF-TKP and S19-REF-TKP). The samples are pre-sented as 10-cm plates of varying thickness. Aluminium elec-

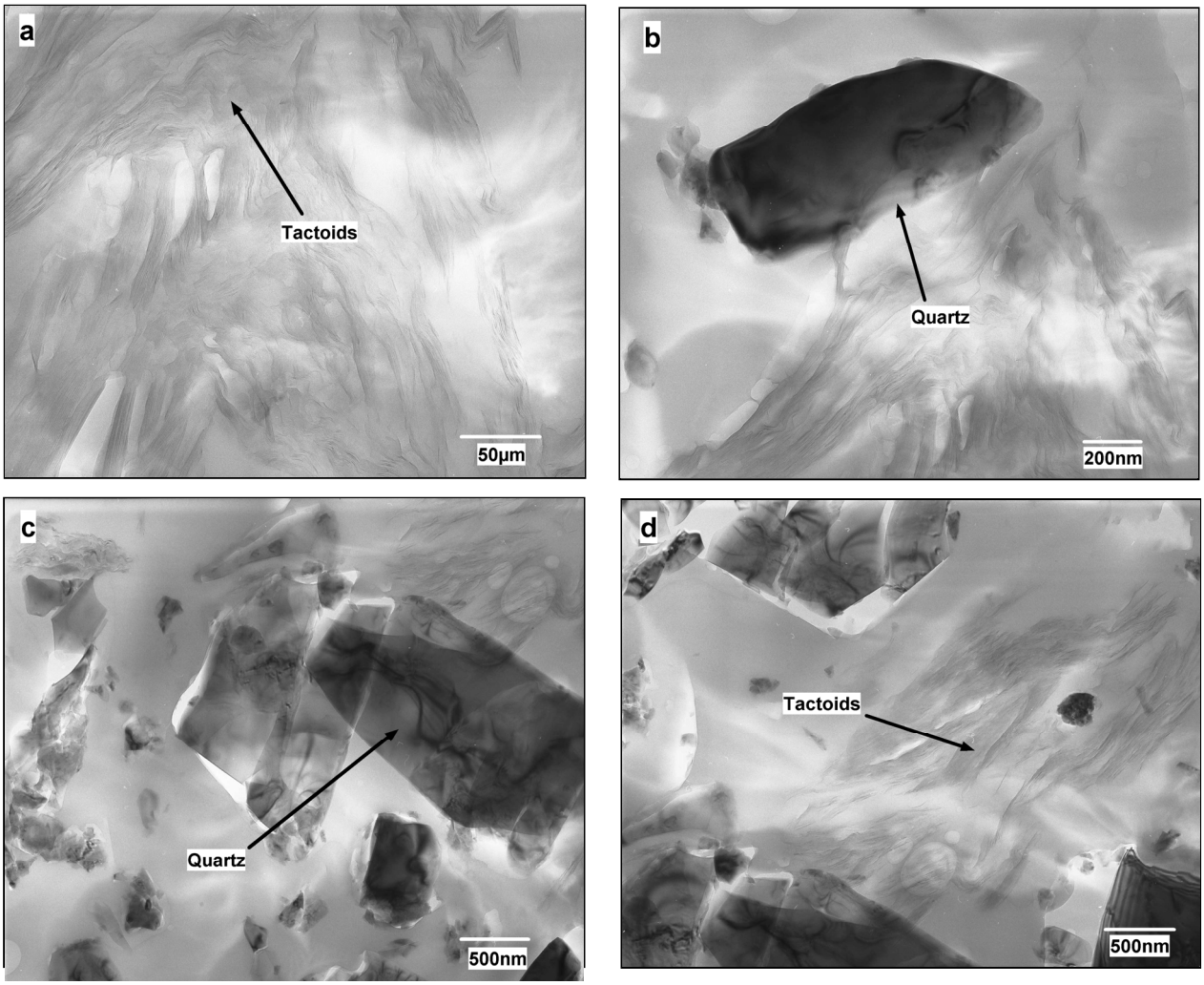


Figure 20. Several random TEM micrographs showing tactoids and quartz micrometric particles in a sample of Type B, S5-B-CR.

trodes (4 cm diameter) were deposited by vacuum evaporation on each face of the samples.

7.1 Principle of the Thermal Step Method

The principle of the TSM under short-circuit conditions has been explained elsewhere. If we consider a short-circuited sample containing space charge at a temperature T_0 (Figure 21), the system consisting of the sample, the electrodes and the conducting wire is electrostatically equilibrated. Consequently, image charges will appear at electrodes.

If a thermal step ΔT is applied near one electrode (sharp cooling or heating), the system's electrostatic balance is changed. This is due to the contraction (or expansion) of the insulator, which causes a slight and reversible movement of the space charge within the sample, and to the variation of the electric permittivity of the insulator with the temperature. As the system tends to rebalance, the image charges on the electrodes are redistributed. Hence, charge transport occurs from one electrode to another other in the external circuit. This corresponds to an external current, given by :

$$I(t) = -\alpha C \int_0^d E(x) \frac{\partial \Delta T(x,t)}{\partial t} dx \qquad (1)$$

where α is a constant of material related to the sample's contraction (or expansion) and to the variation of its permittivity with the temperature, C is the capacitance of the sample, E(x) is the remaining electric field distribution in the sample, and $\Delta T(x,t)$ is the relative temperature distribution in the sample : $\Delta T(x,t)=T(x,t)-T_0$ (T_0 is the temperature of the sample before applying the thermal step).

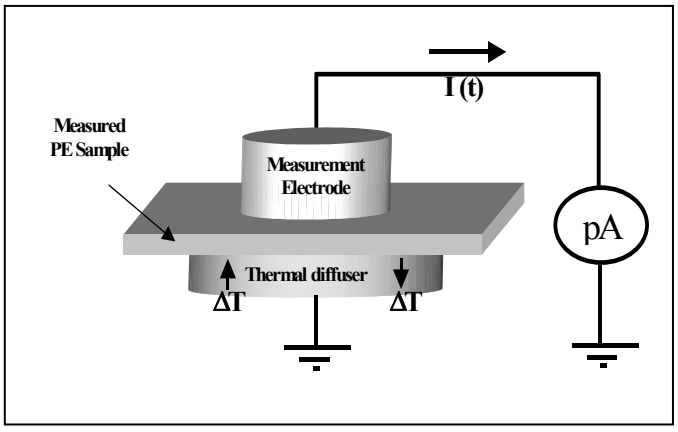


Figure 21. Principle of the TSM in short-circuit conditions.

The current is recorded and then digitally processed in order to find the remaining electric field distribution E(x). Then, by applying Poisson's equation:

$$\rho(x) = \varepsilon \frac{\partial E(x)}{\partial x} \qquad (2)$$

where ε is the permittivity of the insulator, the space charge density distribution can be calculated.

In an earlier study [5], the space-charge characteristics of these materials were investigated. One interesting conclusion that was reached stated that the quality of the material was a key element in determining the dielectric properties of the prepared material. Among other things, the manufacturing process could become a dominant element in the space-charge manifestation, masking the effects that could arise from the presence of the nanoclays. Here improved plate samples were utilized in this experiment that involved assessing the space charge characteristics using the thermal step method developed by Alain Toureille [18]. Because of the quality of the samples, higher stresses could be applied. The conduction phenomena in quasi-stationary mode was also studied using conduction current measurements I = f(V).

7.2 Electrical characterization

The experimental results presented below were obtained according to the following process:

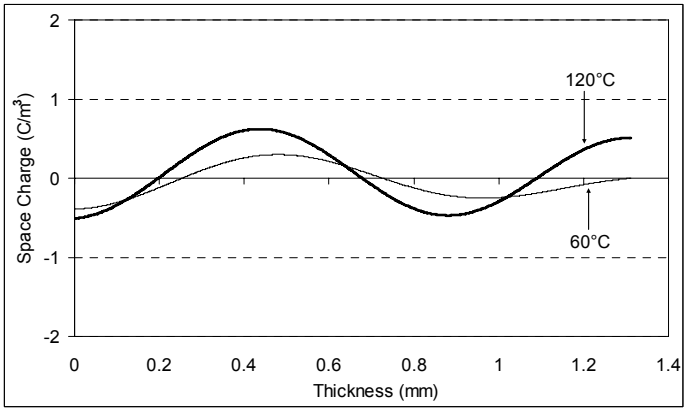


Figure 22. Space charge profiles on sample with nanoclays S16-A-TKP after dc poling (1h, 3.8 kV/mm) versus poling temperature.

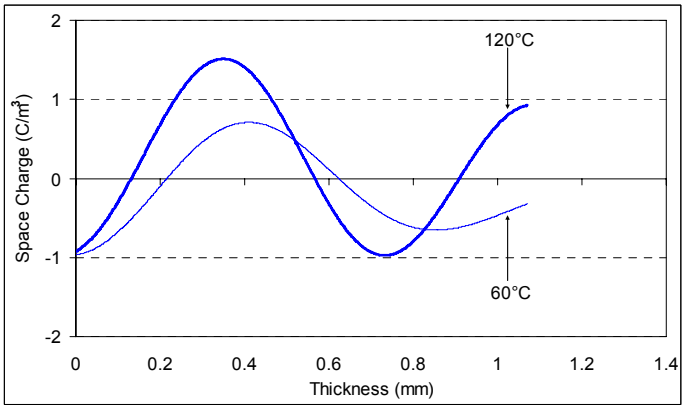


Figure 23. Space charge profiles on sample without nanoclays S19-REF-TKP after dc poling (1 h, 4.7 kV/mm) vs. poling temperature.

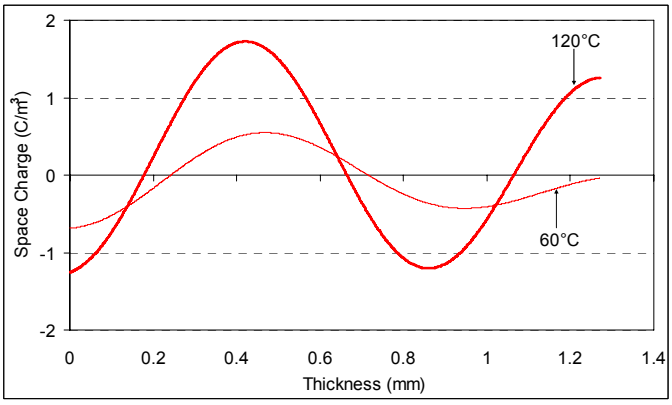


Figure 24. Space charge profiles on sample with nanoclays S18-A-TKP after dc poling (1 h, 7.9 kV/mm) versus poling temperature.

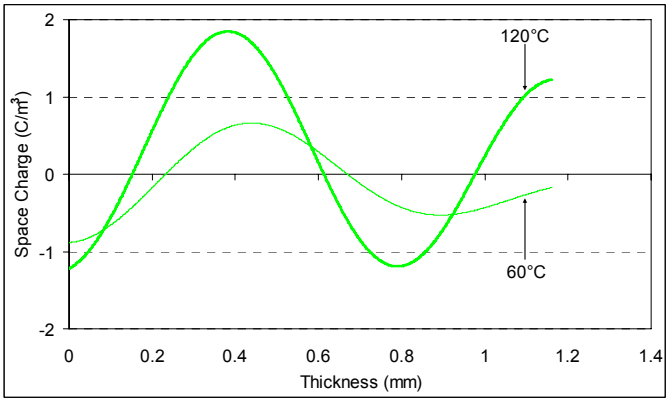


Figure 25. Space charge profiles on sample without nanoclays S17-REF-TKP after dc poling (1 h, 8.6 kV/mm) versus poling temperature.

- Space charge measurements after dc poling (5 kV, 60 °C and 120 °C, 1 hour) for samples S16-A-TKP and S17-REF-TKP;
- Space charge measurements after dc poling (10 kV, 60 °C and 120 °C, 1 hour) for samples S18-A-TKP and S19-REF-TKP;
- Conduction current measurements on samples S16-A-TKP and S17-REF-TKP at 25 °C, 60 °C and 120 °C.

7.2.1 SPACE CHARGE MEASUREMENTS AFTER 5 kV dc POLING AT 60°C AND 120°C DURING 1 h

The space charge measurements presented in this paragraph were carried out on samples S16-A-TKP and S17-REF-TKP in two stages: first, after a dc electrical poling of 1 hour, 60 °C and 5 kV and then after an electrical poling of 1 hour, 120 °C and 5 kV. These samples were submitted to an electric field of 3.8 kV/mm for sample S16-A-TKP and 4.7 kV/mm for sample S17-REF-TKP.

Notes :

- The measurements were carried out after having maintained the samples for 30 min in short-circuit after their electrical poling.
- The cathode (ground electrode) is at the left on all the space charge distributions.

7.2.2 SPACE CHARGE MEASUREMENTS AFTER 10 kV dc POLING AT 60 °C AND 120 °C DURING 1 h

Here again, the space charge measurements were performed after a dc electrical poling of 1 h, 60°C under 10 kV then after an over electrical poling of 1 h, 120 °C under 10 kV applied on samples S18-A-TKP and S19-REF-TKP. These samples were subjected to the following electric field: 7.9 kV/mm for sample S18-A-TKP and 8.6 kV/mm for sample S19-REF-TKP.

All the space charge profiles show homocharges close to the cathode, regardless of conditioning. In addition, heterocharges were observed close to the anode for the poling temperature of 60 °C and homocharges at the anode also with 120 °C, regard-less of the applied poling voltage. All the samples accumulate more space charges for 120 °C than for 60 °C.

Note that for weak poling electric fields (Figures 22 and 23), sample S16-A-TKP with nanoclays stores less space charges than sample S17-REF-TKP without nanoclay. Conversely, for strong poling electric fields (Figures 24 and 25) the levels and the profiles of space charges obtained on samples S18-A-TKP and S19-REF-TKP with and without nanoclays are similar.

The differences in behaviour of the two samples with nanoclays (S16-A-TKP and S18-A-TKP) with respect to the space charges according to the poling conditions (Figures 22 and 24) can be confirmed by the strong variations of ratio E/J observed during the conduction current measurements (see Fig. 27).

The effect of the poling electric field is much more significant on the samples with nanoclays than on those without nanoclays. The decrease of ratio E/J is indeed much more pronounced on the S16-A-TKP sample with nanoclays.

7.2.3 CONDUCTION CURRENT MEASUREMENTS

The conduction current or current versus voltage curves I = f(V) measured in quasi-stationary mode can allow the conduction mechanism found in a material to be identified; however, here we are only using the ratio E/J versus the applied electric field.

The conduction current measurement set up (Figure 26) is composed of an electrometer and a 20-kV dc HV source. Charging and discharging currents were investigated for voltages ranging from 1 to 10 kV at 25 °C, 60 °C and 120 °C. The tion or charging current whose duration depends on the applied field and the temperature.

Figure 27 highlights several behaviours of the two studied materials according to the temperature and the electric field applied during measurements. Initially we observed an ohmic behaviour of the two materials at 25 °C. Ratio E/J can indeed be compared to material resistivity because it is nearly constant. Also note that there is little disparity at 25 °C between the two materials (ρ is about 10^{13} Ω.m). At 60 °C, disparities start to appear between the two materials : the ratio E/J decreases slightly when the applied voltage is increased. Moreover, E/J is higher for the sample with nanoclays compared to the sample without nanoclays. This is no more an ohmic behaviour of materials.

Lastly, for 120 °C, it can also be concluded that this is an non-ohmic behavior: the ratios E/J vary substantially with the applied voltage, especially in the case of the sample with nanoclays. A much higher E/J ratio is involved than the sample without nanoclays, especially at weak electric field.

7.3 Conclusion

In this work, we analyzed capabilities of microcomposites epoxy materials with and without nanoclay to accumulate space charges after electrical and thermal poling up to 8.6 kV/mm and 120 °C. We showed the importance of temperature on the space charges accumulation, especially at 120°C for all the materials under study.

The samples with nanoclays seem much more sensitive to the effect of the poling electric field than the samples without nanoclays, regardless of the conditioning temperature. Conduction current measurements also confirm a strong sensitivity of these materials to temperature, especially at 120 °C, when the E/J ratio is strongly influenced by the electric field. The space charge measurements could be correlated by the conduc-tion current measurements showing the complementarity of the two insulation material characterization techniques.

8 ASSESSMENT

The studies relevant to the dielectric aspects and other characteristics cited here tend to strongly support the introduction of nanostructured microcomposites using nano-

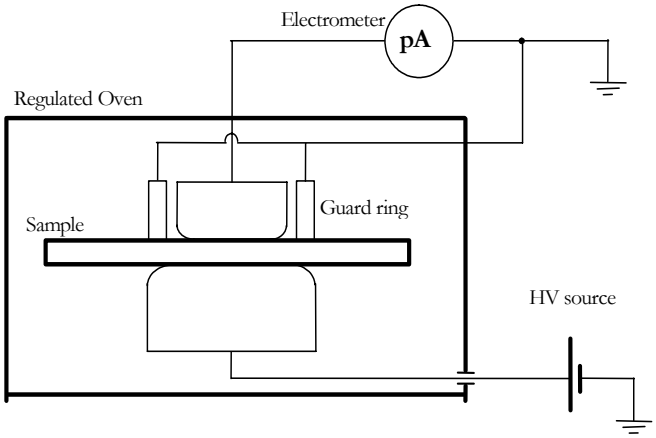


Figure 26. Conduction current measurement set up.

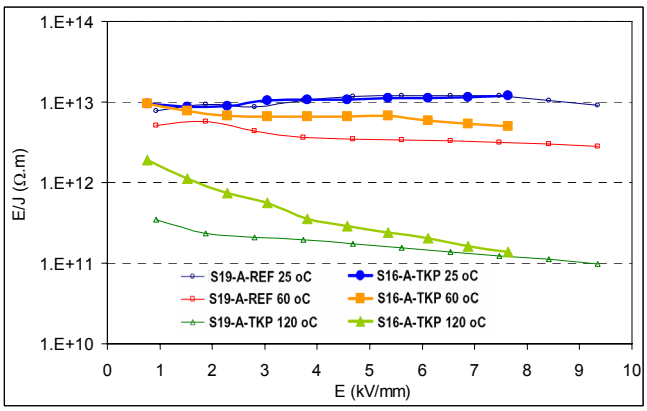


Figure 27. Conduction current measurements on samples with (S16-A-TKP) and without (S19-REF-TKP) nanoclay versus temperature.

clays as a viable technological option for electrotechnical applications.

Regarding the dielectric aspects, two major observations were confirmed by experimental evidence. Despite the non-optimized material conditions, the resistance of a nanodielectric surface to corona discharge was found to be greatly enhanced as compared to a surface formed by a polymer microcomposite. Furthermore, the use of the Thermal Step Method confirmed that the nanostructured microcomposite is better able to evacuate space charge than its counterpart without nanoclay. Note that the breakdown characteristics remain virtually unchanged, despite the fact that the synthesis produced some non-negligible air trapping when nanoclays were involved.

The studies on corona performance and dielectric spectroscopy revealed that the degree of intercalation was a major parameter that controlled the macroscopic properties of the output. The nanostructured microcomposite of Type A for instance exhibited [8] interplane spacing of the order of 1 nm, leading to the assumption that no polymer penetration was achieved. Thus, nanoclay tactoids could easily form mega-nanostructures acting as polarizable entities and/or ionic sources. Overall, adding a small amount of nanoclay to the polymer composite results in an increased degree of assembly [19].

Due to the high quartz content, thermal properties of the nanostructured composites do not appear to be greatly affected.

The synthesis details, including distribution control and the degree of nanoclay, remain an issue. But the conclusion to be drawn is that this distinct class of insulating materials has a potential for electrotechnical applications.

ACKNOWLEDGMENTS

The authors would like to thank their respective organizations and families. Technical assistance from Daniel Lalancette and Michel Lessard from IREQ is acknowledged. One of the authors (MFF) wishes to acknowledge relevant discussions and exchange of information with Drs. Clive Reed and Ray Bartnikas. Many thanks to Dr. A. Besner, Expertise Chimie et Matériaux, for his continued support. Thank you Carole B. for improving the text.

REFERENCES

[1] M.F. Fréchette, M. Trudeau, H.D. Alamdari and S. Boily, "Introductory remarks on nanodielectrics," Proc. IEEE Conf. on Elect. Insul. and Dielec.Pheno., Kitchener, Ontario, Canada, pp. 92-99, 2001. An extended version was subsequently archived in IEEE Trans. on Dielectr. and Electr. Insul., Vol. 11, pp. 808-818, 2004.

[2] There were 17 contributions on nanodielectrics presented at the IEEE Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, held at Boulder, Colorado, USA, 2004. This trend continued in the following years.

[3] Proceedings of Polymer Nanocomposites 2003, Boucherville, Québec, Canada, October 6-8 (2003). See subsequent years as well.

[4] J. Fothergill, "Ageing, space charge and nanodielectrics: Ten things we don't know about dielectrics", IEEE 9th Intern. Conf. Solid Dielectrics (ICSD), Winchester UK, pp. 1-10, 2007.

[5] J. Castellon, S. Agnel, A. Toureille, M. Fréchette, K. C. Cole and D. Desgagnés, "Electrical properties analysis of nano-filled epoxy by space charge characterization", IEEE Conf. Electr. Insul. and Diel. Phen. (CEIDP), Kansas City, USA, pp. 345-48, 2006.

[6] S. Pélissou, S. Besner, M. Fréchette, K.C. Cole, and D. Desgagnés, "Preliminary characterization of a nanodielectric material", IEEE Conf. Electr. Insul. Diel. Phen. (CEIDP), Kansas City, USA, pp. 338-40, 2006.

[7] J. Castellon, S. Agnel, A. Toureille, M. Fréchette, M. Javan, K. C. Cole, D. Desgagnés, G. Platbrood, "Influence of the temperature on the properties of microcomposite nano-filled epoxy", IEEE Conf. Electr. Insul. Diel. Phen. (CEIDP), Vancouver, Canada, pp. 29-33, 2007.

[8] M. F. Fréchette and C.W. Reed, "The role of molecular dielectrics in shaping the interface of polymer nanodielectrics", IEEE Conf. Electr. Insul. Diel. Phen. (CEIDP), Vancouver, Canada, pp. 279-286, 2007.

[9] ASTM D149, "Standard test method for dielectric breakdown voltage and dielectric strength of solid insulating materials at commercial power frequencies," 1997.

[10] M.F. Fréchette, R.Y. Larocque, C. Hudon, T. Umemura, S. Matsumoto and T. Takahashi, "Corona discharge phenomenology at onset in weakly electronegative gas mixtures," Proceedings Ninth International Symposium on Gaseous Dielectrics, Baltimore USA, May 21-25, pp. 223-231, 2001.

[11] M.F. Fréchette and R.Y. Larocque, "Partial discharge behavior at the interface between solid and gaseous insulation", IEEE Intern. Sympos. Electrical Insul., Boston, USA, pp. 395-398, 2002.

[12] T. Takahashi, M.F. Fréchette, R.Y. Larocque, C. Hudon, T. Umemura, S. Matsumoto and H. Okubo, "Long-term sequential characteristics of negative partial discharge in pressurized SF_6 gas", Proc. Ninth Intern. Symposium on Gaseous Dielectrics, Baltimore USA, pp. 205-210, 2001.

[13] M. F. Fréchette and René Y. Larocque, "Optical emission characteristics of a triple junction", IEEE Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Boulder, CO USA, pp. 572-575, 2004.

[14] M. F. Fréchette, "Reflecting on material trends: the case of nanodielectrics", Proceedings of the 35th Symposium on electrical and electronic insulating materials and applications in systems, Tokyo, Japan, pp. 25-32, 2004.

[15] S. S. Ray and M. Okamoto: "Polymer/layered silicate nanocomposites: a review from preparation to processing", *Progress in Polymer Science*, Vol. 28, pp. 1539-1641, 2003.

[16] M. F. Fréchette, R.Y. Larocque, M.L. Trudeau, R. Veillette, K.C. Cole, and M.-T. Ton That, "Nanodielectric surface performance when submitted to partial discharges in compressed Air", IEEE Conf. Electr. Insul. Dielectr. Phenomena, Nashville, TN USA, pp. 727-731, 2005.

[17] M. F. Fréchette, R.Y. Larocque, M. Lessard, M.L. Trudeau, R. Veillette, K.C. Cole, and M.-T. Ton That, "On the degree of exfoliation affecting the corona performance of a nanodielectric surface", IEEE Conf. Electr. Insul. Diel. Phen. (CEIDP), Kansas City, pp.341-44, 2006.

[18] A. Toureille, P. Notingher jr, N. Vella, S. Malrieu, J. Castellon, S. Agnel, "The Thermal Step Technique: an advanced method for studying the properties and testing the quality of polymers", Polymer International, Vol. 46, pp 81-92, 1998.

[19] M. F. Fréchette and C.W. Reed, "On molecular dielectrics in their role in shaping and controlling nanodielectrics", IEEE Conf. Electr. Insul. Diel. Phen. (CEIDP), Kansas City, pp. 333-337, 2006.

Michel Fréchette has a graduate background in physics. He joined Hydro-Québec's research institute (IREQ) in 1981. Since then, he has been involved in applied basic research in various fields related to electrical insulation and insulating materials. His major contributions concern discharge physics and dielectric phenomena.

Michel L. Trudeau is a senior research scientist in the Chemistry and Materials division at Hydro-Québec's research institute (IREQ), Québec, Canada, where he supervises the materials characterization laboratory. His main research interests are the study of nanostructured materials, especially their magnetic and surface reactivity properties. He also works in the development of new coatings, especially nano-structured coatings through electroforming. Mr. Trudeau did all his studies at Université de Montréal, where he earned the B.Sc. degree in physics in 1981 and the M.Sc. and Ph.D. degrees in condensed matter physics in 1983 and 1987, respectively. After his PhD, he went to the National Research Council (NRC) in Ottawa where he worked for a short time in the Solid State Chemistry Division in a joint project with Bell Northern Research (now Nortel). In late 1987, he started his work at IREQ and participated in advances in the field of nanostructured materials, especially through research in high energy mechanical alloying, catalysis, electrocatalysis and hydrogen storage.

Serge Pélissou (SM'94) was born in Castres, France, in 1951. He received the B.Sc.A., M.Sc.A. and Ph.D. degrees in engineering physics from the École Polytechnique, University of Montréal, Québec, Canada, in 1976, 1979 and 1986 respectively. Since 1982, he joined the Institut de recherche d'Hydro-Québec (IREQ) as a member of the scientific staff. His research interests are materials for cables, including dielectric properties of polymers, extruded dielectric cable performance, physico-chemical characterization of insulations and diagnostic techniques for underground lines. He is a registered engineer in the province of Québec, involved in several activities of the ICC/PES, and in CIGRE SC-D1 *Materials and Emerging Technologies.*

René Y. Larocque has a background in technical analysis. He joined Hydro-Québec's research institute (IREQ) in 1975. Since then, he has been involved in various analytical fields such as gas chromato-graphy/mass spectrometry, UV & IR spectrocopy, atomic absorption, TGA among others. He has been involved in both chemical and physical aspects of many insulating materials: solids, liquids and gaseous. He has expertise in electrical arcs, partial discharges and related phenomena.

Jérome Castellon was born on 30 October 1970 in Lodeve, France. He received the Ph.D. degree (1997) from the University of Montpellier II in France. He is an assistant professor at the Insitut d'Electronique du Sud (IES) at the University of Montpellier II in France and works in the research Group of Energy and Materials (GEM). His research interest is in solid insulating materials and systems for electrical engineering.