

République Algérienne Démocratique et Populaire Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique Université Abderrahmane Mira De Bejaia Faculté des Sciences et Technologies Département de Génie Electrique

Mémoire de fin de cycle

En vue de l'obtention du diplôme de masteren Electrotechnique, Option : technique de haute tension

Thème

Analyse physico-chimique de la silicone utilisée comme barrière isolante en haute tension

é**alisé par :** [.DJAFRI Messaoud [. KERNANE Samirn

Devant le jury composé de :

Présidente : Examinateur : Encadreurs: Mme.S.MERABET M. A.LAIFAOUI Mlle.N.ROUHA

Promotion : 2013/2014





Avant propos,

Je tiens à remercier Dieu, qui illumine ma route à chaque lever, qui me guide sur le droit chemin, qui approfondit et renforce ma foi et, qui a fait de moi ce que je suis, par Bismi Allah El Rahmane El Rahim!

Je dédie ce travail à :

A ceux qui nous ont tout donné sans rien en retour

A ceux qui nous ont encouragés et soutenues dans les moments les plus difficiles

Et ceux à qui nous devons tant.

A MES PA<mark>RENTS :</mark>

Aucune dédicace ne saurait exprimer mon grand amour, mon estime, ma reconnaissance et ma profonde affection. Je ne saurais vous remercier pour tout ce que vous avez fait pour moi, et ce que vous faites jusqu'à présent. Que Dieu vous garde et vous accorde longue vie.

A mon frère FARID et sa femme SABRINA

Ames frères HAKIM et BILLEL

A ma très chère Lydia

A mes oncles et mes tantes et leurs familles.

A touts mes Amis

A toutes l'équipe du CSA de la faculté de technologie A toute la promotion THT (2013-2014)

A mon très chère amie Samir et toute sa famille

Salim djafri





Avant propos,

Je tiens à remercier Dieu, qui illumine ma route à chaque lever, qui me guide sur le droit chemin, qui approfondit et renforce ma foi et, qui a fait de moi ce que je suis, par Bismi Allah El Rahmane El Rahim!

Je dédie ce travail à :

A ceux qui nous ont tout donné sans rien en retour

A ceux qui nous ont encouragés et soutenues dans les moments les plus difficiles

Et ceux à qui nous devons tant.

A MES PA<mark>RENTS :</mark>

Aucune dédicace ne saurait exprimer mon grand amour, mon estime, ma reconnaissance et ma profonde affection. Je ne saurais vous remercier pour tout ce que vous avez fait pour moi, et ce que vous faites jusqu'à présent. Que Dieu vous garde et vous accorde longue vie.

A tous mes freres

A toutes mes seures

A mes oncles et mes tantes et leurs familles.

A touts mes Amis

A toutes l'équipe du CSA de la faculté de technologie

A toute la promotion THT (2013-2014)

A mon très chère amie Salim et toute sa famille

Samir kernane

Remerciements

Tout d'abord, nous remercions profondément le bon Dieu le tout puissant de nous avoir donné la santé, le courage la patience pour réaliser ce travail.

Nous tenons à exprimer notre très grande considération et notre vive reconnaissance à **madame N-ROUHA** pour sa patience, ses précieux conseils, sa grande disponibilité pour l'aboutissement de ce travail et d'avoir accepté d'assurer l'encadrement de notre mémoire de fin cycle.

Qu'elle accepte tous nos sentiments de gratitudes et de déférence Je remercier les membres de jury, chacun par son non, qui m'a honoré en acceptant d'examiner ce travail. Nos remerciements s'adressent également à : **Mr :H-AIT SAID, M^r :T-SEKOUR, M^r :ANARIS**pour leurs soutiens et leur conseils. Toutes les professeures de département génie électrique et

surtout la secrétaire **Biba** trouvent ici l'expression de nos reconnaissances et respect.

SOMMAIRE

Sommaire

Introduction générale	1
-----------------------	---

Chapitre I: Recherche bibliographique

I.1. Introduction	2
I.1.1 La polarisation	2
I.1.2. La permittivité	3
I.1.3 Pertes diélectriques	4
I.1.4 Rigidité diélectrique	7
I.1.5 La résistance d'isolement	7
I.1.6. La résistance et la résistivité électrique	8
I.2. Les méthodes de mesures des caractéristiques physico-chimiques des matériaux	8
I.2.1. Introduction	8
I.2.2. Analyse physique	8
I.2.2.1. Mesure du facteur de pertes tgo par la méthode du pont de Schering	8
I.2.2.2. Impédance de branche	8
I.2.2.3. Mesure de la constante diélectrique ε_r	9
I.2.2.4. Le pont à transformateur différentiel	9
I.2.2.5. Mesure de résistance	10
I.2.2.6 Choix de la tension de mesure	13
I.2.2.7 Mesure de la rigidité électrique	13
I.2.8 Choix de la tension d'essai	14
I.2.2.9 Sélection du mode de disjonction	15
I.2.3 Analyse chimique	16
I.2.3.1 La diffractométrie des Rayons X (DRX)	16
I.2.3.2 L'analyse thermogravimétrique (ATG)	16
I.2.3.3 L'analyse thermique différentielle (ATD)	17
I.2.3.4 Microscopie électronique à balayage (MEB)	17
I.2.3.5 Spectroscopie infrarouge	17
I.3 Transfert thermique	17
I.3.1 La conduction	18
I.3.2 La convection	18
I.3.3 Le rayonnement	18
I.3 Effets de la température sur les polymères	18

I.3.5 Facteurs climatiques d'influence	
I.3.5.1 Le vent	
I.3.5.2 La pluie	
I.3.5.3 L`humidité	
I.3.5.4 La température	19
I.3.7 Effet de la pollution sur la rigidité diélectrique de l'air	19
I.3.8 Méthodes de mesure de la sévérité du degré de pollution d'un site	19
I.3.8.1 Conductivité électrique de la pollution	19
I.3.9 Effet de la pollution sur les équipements électriques	20
I.3.9.1 Corrosion des isolateurs	20
I.3.9.2 Altération des surfaces des isolations solides des systèmes électriques	20
I.3.9.3 Arcs électriques	21
I.3.9.4 Contournement de l'isolation des systèmes électriques	
I.4 Effet de la pollution sur la performance d'un isolateur en silicone	22
I.4.1 Hydrophobie	22
I.4.3 Tenue au rayonnement	23
I.4.4 Ligne de fuite	23
I.5 Conclusion	24

Chapitre II: protocole expérimental

II.1 Introduction	25
II.2 Présentation du matériau	25
II.2.1 La silicone	25
II.2.1.1 la définition	25
II.2.1.2 La structure chimique de la Silicone	26
II.2.1.3 Propriétés de la silicone	27
II.2.1.4 Propriétés diélectriques	28
II.2.1.5 Les applications de la silicone	28
II.3 Les essais électriques	29
II.3.1 Essais de vieillissement électrique – Traitement thermique	29
II.3.2 Mesure du facteur de perte et de la capacité	31
II.3.3 Mesure de la résistance	32
II.3.3.1 Mesure de la résistance transversale	32
II.3.3.2 Mesure de la résistance superficielle	32
II.3.4 Rigidité diélectrique longitudinale	32
II.4 Analyses chimiques	33

II.4.1 Analyse spectroscopique FTIR	
II.4.2 La diffraction par rayon X (DRX)	
II.5 Les essais mécaniques	
II.5.1 dispositifs expérimentaux	
II.5.2 Procédure d'essais	
II.5.2.1 Découpage des éprouvettes	
II.5.2.2 Mode de mesure	
II.5.3 Grandeurs à mesurer	
II.5.3.1 Module de Young	
II.5.3.2 Elasticité	
II.6 Conclusion	39

Chapitre III : Résultats expérimentaux

III.1 Introduction	40
III.2 présentation, interprétation et discussion des résultats d'essais électriques	
III.2.1 Mesure de la résistance	
III.2.1.1 Mesure de la résistance transversale	
III.2.1.2 Mesure de la résistance superficielle	41
III.2.2 Rigidité diélectrique longitudinale	
III.2.3 Mesure de capacité Cx et du facteur de perte tg δ	
III.2.3.1 Mesure de capacité Cx	
III.2.3.2 Mesure du facteur de pertes tgδ	44
III.2.3.3 Calcul de la permittivité électrique ε_r et de l'indice de perte ε_r .tg δ	45
III.3 Présentation, interprétation et discutions des résultats d'analyses chimiques	47
III.3.1 Analyse infrarouge	47
III.3.3 Analyse de diffraction des rayons X (DRX)	
III.4 Essais mécaniques	51
III.4.1 Calcul du module de Young	
III.5 Conclusion	53
conclusion generale	54

LISTE DES T&BLEAUX

Tableau I.1 : les différentes bandes d'énergies aux quelles sont soumises les chaines

 moléculaires de la silicone

Tableau II.1: Les différents polymères silicone et leurs applications

Tableau III.1: Résistance transversale et résistivité transversale de la silicone à l'état vierge et traité thermiquement

Tableau III.2 : Résistance superficielle et résistivité superficielle de la silicone à l'état vierge et traité thermiquement

Tableau III.3 : Rigidité diélectrique longitudinale E_1 de la silicone Traitée thermiquement à 100^0 C pendant 100 h et non traitée thermiquement

Tableau III.4 : Permittivité électrique et indice de perte de la silicone à U=100 V et f=100 Hz

Tableau III.1 : module de Young – Paramètres de traction pour les états vierge, traité thermiquement pendant 100 h à 100 0 C avec et sans vieillissement électrique

INTRODUCTION GÉNÉRALE

Introduction générale

Les diélectriques sont considérés comme étant des substances dans lesquels tous les électrons sont si fortement liés à leurs atomes qu'ils ne peuvent s'en détacher afin de provoquer un déplacement d'électrons, autrement dit un courant électrique. Cela ne signifie pas pour autant qu'ils soient liés de façon absolue, en effet, la présence d'un champ électrique éloigne les charges positives et négatives les unes des autres, formant ainsi des dipôles, on dit que le matériau est polarisé.

En pratique, la polarisation d'un matériau est évaluée et exprimée par la permittivité "ε" qu'on appelle aussi constante diélectrique, elle décrit la réponse du milieu au champ électrique appliqué et traduit la façon dont le champ électrique influe sur l'organisation des charges dans un matériau donné notamment dans le déplacement des charges et la réorientation des dipôles, conduisant à l'apparition d'une composante de courant en phase avec la tension appliquée, ce qui est synonyme de pertes d'énergies. L'industrie des polymères marque aujourd'hui fortement le marché des isolants, ils sont largement utilisés pour leurs propriétés isolantes dans diverses applications

Le but de cette étude Bibliographique est de prendre connaissances des phénomènes liés aux matériaux isolants polymères, ceci en passant en revue les travaux et investigations menés ces dernières années sur ces plastiques. Nous nous intéresserons particulièrement à leurs domaines d'applications dans le monde du Génie Electrique et à l'effet de certaines contraintes auxquelles ils sont soumis pendant leurs services, soient les contraintes électriques, thermique et environnementale, en particulier la pollution.

Pour ce faire il sera question de spécifier les facteurs physiques qui caractérisent ces matières et de décrire les différents techniques et modes d'analyses qui permettent de réaliser cette caractérisation.

CHAPITRE I

ÉTUDE BIBLIOGRAPIQUE

I.1. Introduction

Un isolant est un matériau qui limite les échanges d'énergies entre deux systèmes, il peut être électrique, thermique, phonique ou mécanique.

Un polymère est une substance isolante électrique formée de macromolécules, autrement dit, par la combinaison d'un grand nombre de molécules constituées essentiellement de carbone et d'hydrogène et organisées en longues chaines. Les polymères sont parmi les produits chimiques ayants le plus d'applications industrielles.

Dans le domaine de l'électrotechnique, les polymères sont utilisés pour leurs propriétés diélectriques afin d'isoler des conducteurs ou des éléments sous tension dans les réseaux de transport et de distribution d'électricité et emmagasiner de l'énergie.

Soumis à un champ électrique, les matériaux isolants, en particulier les polymères, se polarisent et sont le siège de pertes d'énergie.

I.1.1 La polarisation [1]

La polarisation joue un très grand rôle dans les matériaux diélectrique puisqu'elle contribue à la détermination de la valeur de la permittivité relative ε_r et sa variation avec la fréquence et la température, ainsi qu'au facteur de pertes diélectrique **tan** δ .

> La polarisation électronique

La polarisation électronique est liée au déplacement du nuage électronique de l'atome sous l'effet du champ électrique E appliqué, cette polarisation peut être observée dans le domaine des fréquences optiques (10¹⁵ HZ).

Pour un condensateur plan à diélectrique parfait, du vide en l'occurrence, on aura

$$q_0 = C_0 U \tag{I.1}$$

Et pour un condensateur à diélectrique réel

$$q_{d=} CU = \varepsilon_r C_0 U = \varepsilon_r q_0 \tag{I.2}$$

$$C = \varepsilon_r C_0 \tag{I.3}$$

 $et \quad q_d > q_0 \tag{I.4}$

ε₀ étant la permittivité du vide.

L'augmentation de **c** est due à la polarisation, les charges liées du diélectrique s'oriente à cause de l'application de la tension.

Soit $\mathbf{q}_{\mathbf{p}}$ la charge due à la polarisation $q_d = q_0 + q_p$

$$\vec{U} = q_p \cdot d = \vec{P} \cdot S \cdot d \tag{I.5}$$

$$\vec{P} = \frac{\vec{\mu}}{s.d} = \frac{q_p}{s} = \sigma_p \tag{I.6}$$

Le vecteur déplacement

$$D = \vec{E} \cdot \varepsilon = \varepsilon_0 \cdot \vec{E} + \vec{P} = \varepsilon_0 \cdot \varepsilon_r E \tag{I.7}$$

D'où

$$\vec{P} = \varepsilon_0 \underset{E}{\rightarrow} (\varepsilon_r - 1) \tag{I.8}$$

Où p est la polarisation, somme de tous les dipôles du matériau qui est proportionnel au champ électrique E qui l'a créé

$$\vec{P} = \epsilon_0 \chi \vec{E} \tag{I.9}$$

 χ est la susceptibilité électrique du matériau.

$$\chi = \varepsilon_r - 1 \tag{I.10}$$

I.1.2. La permittivité [2,4]

La permittivité diélectrique E est une propriété physique qui décrit la réponse d'un milieu à un champ électrique appliqué, elle traduit la façon dont le champ électrique influe sur l'organisation des charges électriques dans un matériau donné, notamment le déplacement des charges et la réorientation des dipôles.

La permittivité n'est pas une constante, elle varie selon certains paramètres comme la fréquence du champ appliqué, la température ou l'humidité.

La permittivité est une grandeur tensorielle, ça veut dire qu'elle peut dépendre de l'orientation des axes cristallographes du matériau, elle est généralement complexe, sa partie imaginaire est liée au phénomène d'absorption ou d'émission du champ électromagnétique, sinon elle se traduit par un scalaire pour les milieux isotropes.

Elle est définit comme le rapport entre la norme du champ de déplacement et le champ électrique appliqué, pour des champs électriques élevés, ce rapport tend vers ε_{0} .

 ϵ_0 est la permittivité du vide, dans le système SI, sa valeur est :

ϵ_0 =8,854187817x10⁻¹² F/m

La permittivité relative, normalisée par rapport à celle du vide est toujours supérieure à 1 et n'a pas d'unité, on peut la trouver par la relation suivante

$$\varepsilon_{\rm r} = \varepsilon / \varepsilon_0$$

I.1.3 Pertes diélectriques [3, 5, 6, 7, 8]

Dans un diélectrique, les charges qui y sont pressentes ne sont pas libres, cela ne signifie pas pour autant qu'elles sont liées de façon absolues les unes aux autres, en effet, un champ électrique appliqué à un diélectrique déplace légèrement les charges positives des charges négatives, menant ainsi à l'apparition de ce qu'on appelle des dipôles électriques.

Si E varie de façon sinusoïdale, on observe à partir de certaines fréquences un déphasage entre ce champ et l'établissement des dipôles, ce déphasage provoque une dissipation d'énergie sous forme de chaleur responsable des pertes diélectriques qu'on note tg δ . Ceci revient à dire que tg δ sert à quantifier le degré d'absorption électrique d'un matériau diélectrique à une fréquence donnée.

A savoir que si le champ est trop élevé ou que la température dépasse une certaine valeur, une conduction électrique se développe inéluctablement et de façon brutale, détruisant ainsi le diélectrique localement ou dans sa totalité.

Si on considère un diélectrique parfait, c'est-à-dire de conductivité nulle, on aura alors un courant de fuite égal à zéro $I_R=0$

$$I_c = jwc_0.u \tag{I.11}$$



Figure.1 : Représentation électrique d'un diélectrique parfait (le vide)

Dans la pratique, un diélectrique soumis à un champ alternatif est traversé par des courants de conductions et d'absorptions, ce qui donne lieu à des pertes diélectriques.

Le courant total I qui traverse le circuit est déphasé en avance, par rapport à la tension, d'un angle $\delta \leq \pi/2$.

 δ est l'angle complémentaire de l'angle de déphasage ϕ .



Figure 2 : Représentation électrique d'un diélectrique réel

$$I_C = I_R + jI_{c0} \tag{I.12}$$

$$C_{0} = \frac{C}{\varepsilon_{r}}$$

$$I_{C} = jw \varepsilon_{r} c_{0} U = I_{R} + jI_{c0}$$
(I.13)
(I.14)

$$I_C = I_R + jI_{c0} \tag{I.15}$$

$$tq\,\delta = \frac{I_R}{I_{CO}} = \frac{\varepsilon_r}{\varepsilon_r} \tag{I.16}$$

Le produit ϵ_r '.tg δ est appelé indice de pertes car il caractérise l'énergie dissipée dans le diélectrique.

$$tq\,\delta = \frac{I_R}{I_{CO}} = \frac{\varepsilon_r}{\varepsilon_r} \tag{I.17}$$

> Circuits simples

* Représentation série





On a
$$U_R = R S I$$
 (I.18)

$$U_C = I/C\omega \tag{I.19}$$

Donc
$$tg\delta = U_R/U_C = RSCS\omega$$
 (I.20)

*Représentation parallèle



Figure 4 : Représentation parallèle d'un diélectrique réel

$$I_R = U/RP$$
(I.21)
$$I_C = CP\omega U$$
(I.22)

$$tg\delta = I_R/I_C = 1/RPCP\omega \tag{I.23}$$



Représentation réelle Combinaison des représentations série et parallèle

Figure 5 : Représentation réelle d'un diélectrique réel

I.1.4 Rigidité diélectrique [9,4]

La rigidité diélectrique d'un milieu isolant représente la valeur maximum du champ électrique que le milieu peut supporter avant le déclenchement d'un arc électrique (donc d'un court-circuit). On utilise aussi l'expression champ disruptif. Pour un condensateur, quand cette valeur est dépassée, l'élément est détruit. La valeur maximale de la tension électrique appliquée aux bornes, est appelée tension de claquage du condensateur. Si le champ électrique dépasse la rigidité diélectrique du matériau, on parle de claquage, et le matériau peut voir ses propriétés physiques modifiées, de façon réversible ou non.

Suivant les positions relatives des conducteurs et de la surface des matériaux on distingue:

- la rigidité diélectrique transversale, pour laquelle le champ électrique appliqué est perpendiculaire aux surfaces principales du matériau.

- la rigidité diélectrique longitudinale, obtenue entre deux conducteurs situés sur une même surface du matériau.

I.1.5 La résistance d'isolement [10]

La résistance d'un matériau caractérise la facilité ou la difficulté des électrons à se déplacer dans un milieu ;

La résistance d'isolement entre deux électrodes qui sont en contact avec un isolant est le rapport de la tension continue appliquée aux électrodes au courant global qui les traverse un moment après l'application de cette tension.

On distingue plusieurs types de résistances électrique ;

- Résistance en volume (transversale)
- Résistance en surface (superficielle)
- Résistance total, qui est influencé par la température, l'humidité, les salissures,
 l'intensité de la tension appliqué et la durée de maintien de cette tension.

I.1.6. La résistance et la résistivité électrique [5,3]

Dans les matériels électroniques l'isolement principal entre deux conducteurs est assuré par la surface de l'isolant, d'où l'importance pratique de la détermination de la résistance longitudinale. Cette résistance comporte d'une part la résistance purement superficielle, mais aussi une certaine fraction de la résistance qui est fonction de divers paramètre et notamment de la largeur et de l'écartement entre conducteurs ainsi que de l'état d'humidification respectif des couches superficielles et internes du matériau. Par définition la résistance superficielle est le quotient de la tension continue appliquée entre les deux électrodes disposées à la surface de l'isolant par le courant qui en résulte. La résistivité superficielle est le quotient du gradient de potentiel en surface par le courant par unité de largeur.

I.2. Les méthodes de mesures des caractéristiques physico-chimiques des matériaux I.2.1. Introduction

Les matériaux isolants sont caractérisés par leurs propriétés chimiques et physiques (électriques). Ces dernières prennent effet lorsqu'ils sont soumis à un champ électrique et à travers lesquelles le matériau est classé bon ou mauvais isolant. Des techniques précises sont mises au point pour mesurer, évaluer ou détecter les grandeurs liées à ces propriétés

I.2.2. Analyse physique

I.2.2.1. Mesure du facteur de pertes tgô par la méthode du pont de Schering [3, 7, 8,9]

Le pont de SCHERING permet la mesure de la capacité et du facteur de perte d'isolation (condensateur, câbles, isolateurs, bornes de traversées, isolants, etc.) en haute tension alternative.

I.2.2.2. Impédance de branche

L'impédance de l'objet d'essais

$$Z_{x} = R_{x} + \frac{1}{jwc_{x}}$$
(I.24)
$$Z_{x} = \frac{1}{jw.c_{x}} (1 + jtg\delta_{x})$$
(I.25)

Avec :

$$tg\delta_x = w.R_x.C_x \tag{I.26}$$

$$Z_N = \frac{1}{jc_N \cdot w}$$
 (I.21) Impédance de la capacité étalon de facteur de perte faible.
 $Z_3 = R_3$ (I.27)

(I.29)

Et
$$Z_{4} = \frac{R_{4} \cdot \left(\frac{1}{jwcu}\right)}{R_{4} + \frac{1}{jwc_{4}}}$$
(I.28)

A l'équilibre : $I_G = 0$ $Z_{x}.Z_{4} = Z_{N}.Z_{3}.$ D'où :

En remplaçant les expressions des impédances et en égalant les parties réelles et imaginaires, on trouve :

$$C_x = \frac{R_4}{R_3} \cdot C_N \tag{I.30}$$

$$tg\delta_x = w.R_x.C_x = \frac{wR_3.C_x.C_4}{C_N}$$
(I.31)

$$\Rightarrow tg\delta = w.R_4.C_4 \tag{I.32}$$



Figure 6 : Schéma de principe du pont de Schering

I.2.2.3. Mesure de la constante diélectrique ε_r

$$C_{x} = \varepsilon_{r}.C_{o} \Longrightarrow \varepsilon_{r} = \frac{C_{x}}{C_{o}} \qquad (I.33) \qquad ; avec \quad C_{o} = \varepsilon_{o}.\frac{s}{a} \qquad (I.34)$$

D'où :
$$\varepsilon_{r} = \frac{R_{4}}{R_{3}}.C_{N}.\frac{a}{\varepsilon_{o}.S} \qquad (I.35)$$

D'où :

I.2.2.4. Le pont à transformateur différentiel [11]

La capacité et C_N sont placés dans la branche H.T. La branche basse tension est remplacée par les bobinages du transformateur, le troisième bobinage du transformateur est connecté à l'indicateur zéro.

(I.36)

Le pont est en équilibre si $C_x = \frac{w_1}{w_2} \cdot C_N$

Avec : w₁, w₂ le nombre de spires des bobinages du transformateur.

Le nombre de spire du et fixé à 4 positions de sorte que le rapport à choisir soit de 0,1 ; 1;10 ou 100.

Le bobinage donne des positions de réglage variables.

Pour déterminer tg δ des résistances et des capacités variables sont ajoutées au pont. Le facteur de perte est donné par : tg δ =W.C.R. Le réglage de C et R donne la valeur de tg δ à 50 ou 60 Hz.



Figure I.8: Circuit électrique de mesure de Cx, tgδ et εr avec le pont de Schering à transformateur différentiel

I.2.2.5. Mesure de résistance [9, 12, 13, 14]

Résistance transversale (en tension continue)

La résistance transversale R_t mesurée entre deux électrodes appliquées sur deux faces apposées d'un échantillon est le quotient de la tension continue appliquée aux électrodes par la partie du courant qui travers l'isolant ente ces électrodes.



Figure I.9 : Schéma de mesure de la résistance transversale

1: électrode.

2: anneau de garde servant à éliminer de la mesure les courants de surface et éviter l'effet de bohr.

3: contre-électrode.

Résistivité transversale (en tension continue) [3,8]

La résistance transversale d'un matériau pcc est le quotient du gradient de potentiel par densité de courant qui le traverse, ce qui donne :

 $\rho cct = st. Rt / d. \tag{I.37}$

Où st = $\pi D_0^2 / 4$ (I.38) et D0 = (D1 + D2) / 2 (I.39)

> Résistance superficielle (en tension continue)

La résistance superficielle R_s mesurée entre deux électrodes appliquées sur la même face d'un échantillon est le quotient de la tension continue appliquée aux électrodes par la partie du courant à travers la mince couche d'humidité (pollution) qui pourrait exister à la surface de l'isolant et dans les couches superficielle de cd dernier.



Figure I.10 : Schéma de mesure de la résistance superficielle

- 1: électrode
- 2 : contre-électrode

3: anneau de garde servant à éliminer de la mesure les courants transversaux.

Résistivité superficielle (en tension continue) [3,8]

La Résistivité superficielle d'un matériau ρ_{ccs} est le quotient du gradient de potentiel en surface par le courant par unité de largeur ; soit $\rho ccs = \rho Rs / g$ (I.40) $\rho = \pi D0$ (I.41)

Est le périmètre moyen entre l'électrode et la contre-électrode

Avec: $D0 = (D1 + D2) / 2 \ et \ g = (D1 - D2) / 2.$ (I.42)

Résistance d'isolement [15]

La mesure de la résistance d'isolement est effectuée afin de déterminer le bon fonctionnement de l'isolation d'un diélectrique donné.

La Résistance d'isolement entre deux électrodes qui sont en contact avec un isolant est le rapport de la tension continue appliquée aux électrodes au courant global qui les traverse un moment après l'application de cette tension parce que l'enclenchement de cette tension donne lieu à des phénomènes transitoire, ainsi le courant doit être mesuré après que ces phénomènes aient un comportement permanent, en générale, on attend une minute après application de la tension.

Ce rapport dépend à la fois des résistances transversale et superficielle de l'isolant. Ces mesures sont effectuées par un générateur de haute tension (1- 5kV) comportant un mégohmmètre.



Figure 11 : Principe de mesure de la résistance d'isolement

1 : Mégohmmètre, 2 : conducteur, 3 : gaine isolante, 4 : électrode.

La résistance d'isolement est la résistance existant entre le conducteur sous tension et la gaine protectrice mise à la terre (câble).

Pour éviter la circulation des courants de fuite, on relie l'isolant au potentiel nul (0) du mégohmmètre.

I.2.2.6 Choix de la tension de mesure [16]

Les mesures de résistance d'isolement devant permettre de vérifier que des matériaux ou des équipements répondent aux exigences des normes, il est important de se référer à ces normes pour choisir la tension de mesure.

Les valeurs de tension normalisées sont généralement : 50, 100, 250 et 500 volts continus.

En cas d'absence de recommandation, choisir une tension de 100 volts pour effectuer les mesures.

Dans le cas de mesures sur des échantillons capacitifs et lors de l'étude de l'influence de la tension sur les valeurs de résistance d'isolement, il est important de toujours partir de la tension la plus basse et de poursuivre les mesures en augmentant la tension.

Une procédure dans l'ordre inverse pourrait donner des résultats incohérents.

I.2.2.7 Mesure de la rigidité électrique [1, 16, 17]

L'essai de rigidité diélectrique est destiné à éprouver les éléments isolants des composants et des différents sous-ensembles constituant un équipement électrique et à vérifier que les lignes de fuite, soit entre points, soit entre points et la masse, sont convenablement prévues suivant la technologie employée.

Le principe d'un essai de rigidité diélectrique est d'appliquer une tension (continue ou alternative) entre les points définis et après stabilisation de la tension de vérifier qu'il n'y a pas un courant de fuite supérieur à la valeur nominale admissible dû à des phénomènes de claquage ou de décharges disruptives (dans l'air ou dans les matériaux isolants).

La sanction de défaut est déterminée par l'analyse de la forme, de l'amplitude et du temps de maintien du courant fourni par le générateur à l'élément en test et par comparaison avec une consigne déterminée.

Rigidité longitudinale

La rigidité diélectrique longitudinale d'un matériau isolant est obtenue entre deux conducteurs plans (électrodes planes) situés sur une même surface de cet isolant. La rigidité diélectrique longitudinale dépend peu de la nature de l'isolant mais beaucoup plus de son état de sécheresse et de propreté. En effet dans la plupart des cas, l'amorçage entre les conducteurs se produit d'abord dans le milieu ambiant au voisinage de la surface du matériau. Ce n'est que dans certains cas, par exemple celui des matériaux ayant subi une immersion prolongée dans l'eau ou essayés à température élevée que l'amorçage intéresse réellement l'isolant et provoque

une destruction nette de sa surface (carbonisation) le rendant inapte à supporter de nouvelles contraintes.

La tension de contournement d'une surface isolante est mesurée pour une distance inter électrode entre les deux électrodes par la méthode de la montée rapide de la tension. Jusqu'à contournement de l'isolant (plaque). La rigidité longitudinale est déterminée par la relation

$$E_{l} = U_{contournement}/d$$
(I.43)

> Rigidité transversale

La rigidité diélectrique transversale d'un matériau isolant est obtenue entre deux conducteurs plans (électrodes planes) située de part et d'autre des surfaces de cet isolant. La rigidité diélectrique transversale dépend de la nature de l'isolant. La tension de perforation de l'épaisseur de l'isolant est mesurée pour une distance inter électrodes (épaisseur de la plaque isolante), par la montée rapide de la tension jusqu'à perforation de l'isolant. La rigidité diélectrique transversale est déterminée par la relation

$$E_r = U_p/d. \tag{I.44}$$

I.2.8 Choix de la tension d'essai

Les essais de rigidité diélectrique permettent de vérifier que des matériaux ou des équipements répondent aux exigences des normes, il est donc important de se référer à ces normes pour choisir la tension de mesure.

En l'absence d'indication concernant la valeur de tension d'essai, une règle habituelle est d'appliquer la formule suivante:

```
U_{essai} = 2 \times U_{nominal} + 1000 \text{ volts} (I.45)
```

La plupart des normes spécifient la nature, alternative (50-60 Hz) ou continue de la tension d'essai.

Une règle générale est de tester l'échantillon avec une tension d'essai de la même nature que celle qui lui sera appliquée durant son utilisation finale.

> Essais de rigidité en tension alternative

Avantage :

L'échantillon est éprouvé avec les 2 polarités de tension.

Désavantage :

La plupart des échantillons testés présentant une certaine valeur de capacité, la source HT doit fournir le courant de fuite et le courant réactif, ce qui entraîne un surdimensionnement du générateur d'où une augmentation de son prix, de son poids et une diminution de la sécurité de l'opérateur qui se trouve exposé à des courants plus élevés.

Le courant réactif peut être évalué avec la formule suivant :

Impédance = Tension/courant (loi d'Ohm : Z = U/I) (I.46)

Pour des capacités : $Z = 1/C\omega$. (I.47) avec $\omega = 2 \times \Pi \times f$ (I.48)

Courant réactif : $I_r = U \times C \times 2 \times \pi \times f$ (I.49)

Soit par exemple : U = 300 Volts.

C = 1nf ($\approx 10m \acute{e}tres$ de câble blindé)

 $I_r = 3000 \times 2 \times 3.14 \times 50 = 0.942 mA$

> Essais de rigidité en tension continue

Avantage :

La puissance de la source HT peut être inférieure à celle nécessaire en alternatif (poids moindre et sécurité pour l'utilisateur).

Le courant ne circule dans l'échantillon que durant la phase de charge.

Désavantage :

Le courant de charge peut faire déclencher la détection de claquage.

L'échantillon ayant été chargé il faut le décharger au travers de la résistance de décharge incorporée dans les appareils (1,5 M Ω).

Attention attendre suffisamment pour que la capacité de l'échantillon se soit déchargée avant de le déconnecter de l'appareil soit d'environ 8 secondes par mF.

L'échantillon n'est essayé que dans une seule polarité.

La tension d'essai doit être supérieure à celle prévue en alternatif.

Une règle simple est d'utiliser le facteur de correction 1,4 (racine carrée de 2 = rapport entre la valeur efficace d'un signal alternatif et sa valeur crête) entre la tension continue et la tension alternative :

$$U_{\text{continue}} = 1, 4 \times U_{\text{alternative.}}$$
 (I.50)

I.2.2.9 Sélection du mode de disjonction

Le mode de contrôle du courant de fuite le plus simple et le plus répandu est le mode de contrôle par seuil de courant ou mode IMAX qui permet de fixer une limite maximale de courant circulant dans l'échantillon sous test au-delà de laquelle l'appareil détecte une disjonction et arrête l'essai en coupant la génération de la tension et en mémorisant la valeur de celle-ci sur l'écran.



Figure I.14 : Principe de base d'un essai de rigidité diélectrique

I.2.3 Analyse chimique

I.2.3.1 La diffractométrie des Rayons X (DRX) [18]

La diffraction des rayons x est l'une des méthodes les plus utilisées car plus performante pour identifier la partie cristalline d'une matière.

En faisant interagir un faisceau de rayons x avec la matière, cela donne naissance à une émission d'un rayonnement de même longueur d'onde et de phase cohérente et ce dans toutes les directions, ce qui nous conduit à des ondes d'amplitudes très faibles dans le cas de la diffusion par un électron ou un atome.

Par contre, quand la diffusion se fait par la matière, autrement dit, un ensemble d'atomes, cela entraine une interférence des ondes cohérentes diffusées par chaque atome, cette onde, dite diffractée, dépend de la structure atomique de la matière. Les directions pour lesquelles les ondes émises sont en phase sont régies par la loi de Bragg

$$n\lambda = 2dhkl\sin\theta \tag{I.51}$$

Où

n : Nombre entier correspondant à l'ordre de la diffraction.

 λ : Longueur d'onde du rayonnement utilisé (Å).

d : distance entre les plans réticulaires d'une même famille désignée conventionnellement par les indices de Miller h,k,l (Å).

I.2.3.2 L'analyse thermogravimétrique (ATG)

L'analyse thermogravimétrique a pour objectif la caractérisation des objets par mesure directe de leurs masse en fonction de la température et (ou) du temps à pression contrôlée en utilisant un gaz inerte comme le diazote ou l'hélium.

Une bonne précision sur la mesure de la masse, de la température et de la variation de la température est nécessaire pour une meilleure caractérisation d'un matériau, en l'occurrence les polymères, et par là mieux estimer le degré d'oxydation et de corrosion à haute température.

I.2.3.3 L'analyse thermique différentielle (ATD)

Comme l'ATG, l'ATD est une technique d'analyse thermique, qui consiste à suivre l'évolution de la différence de température entre l'échantillon étudié et un corps témoin inerte, c'est-à-dire dépourvu d'effets thermiques.

Cette méthode est dite calorimétrique car elle met à profit les effets thermiques, le principe étant de mesurer de la chaleur libérée ou absorbée par un matériau durant les transformations physico-chimiques.

I.2.3.4 Microscopie électronique à balayage (MEB)

Un faisceau d'électrons balaye une surface de l'échantillon où se produisent des interactions, ce qui va générer des électrons secondaires de basses énergies. Ces électrons secondaires vont ensuite êtres accélérés vers un détecteur d'électrons qui va amplifier le signal. A chaque point d'impact correspond un signal électrique, qui sera analysé afin de pouvoir offrir une image agrandie de la région balayée par le microscope.

I.2.3.5 Spectroscopie infrarouge [19,20]

L'infrarouge est une onde électromagnétique de fréquence inférieure à celle de la lumière visible (le rouge), dont la longueur d'onde est comprise entre le domaine visible $(0,7\mu m)$ et le domaine des micros ondes (1 mm).

La spectroscopie infrarouge est un moyen d'analyse qui permet d'identifier ou de déterminer la composition d'un échantillon.

Ce moyen de diagnostique consiste à exposer un échantillon à un rayonnement infrarouge, excitant ainsi ses liaisons moléculaires suite à l'absorption d'une certaine quantité d'énergie, ce qui va donner lieu à des vibrations spécifiques au niveau de ces liaisons (déformationsélongations), la comparaison entre le rayonnement incident et celui transmis à travers l'échantillon peut nous renseigner par conséquent sur les principales fonctions chimiques présentes sur l'échantillon en question.

I.3 Transfert thermique [22]

On définit la chaleur comme étant une quantité d'énergie échangée entre le système et l'extérieur lorsque le système subi une transformation d'un état a un autre état d'équilibre, Mode fondamentaux de conduction

I.3.1 La conduction

Elle représente le processus de propagation de la chaleur par le contact directe entre les particules du corps,

Dans les solides diélectriques, cette conduction se fait par les ondes élastiques(les phonons)

I.3.2 La convection

Elle se réfère aux transferts thermiques qui ont lieu dans les fluides en mouvement macroscopique, ce transfert est déterminé par le mouvement des particules élémentaires de fluides entre les zones ayants des températures différentes

I.3.3 Le rayonnement

C une forme particulière de transfert thermique dans lequel l'énergie est portée par des ondes électromagnétiques ayant pour origine l'agitation intra atomique a la surface d'un corps.

I.3 Effets de la température sur les polymères

Les matériaux communément désignés comme silicone sont des élastomères vulcanisables à chaud et à froid, les rendant plus ou moins élastiques.

La température est une variable très importante qui affecte les propriétés mécaniques des matériaux.

Le vieillissement thermique étudié dans notre cas résulte d'un phénomène chimique d'oxydation thermique dans l'air qui a pour effet de rompre une partie des liaisons fortes des chaines moléculaires, ce qui modifie leurs configurations et leurs longueurs, le matériau va alors perdre en masse et gagner en volume, des nono cavités au sein de la matière vont se former, favorisant ainsi les décharges, d'où la chute des propriétés diélectriques et mécaniques de la silicone.

I.3.5 Facteurs climatiques d'influence [21]

Parmi les facteurs météorologiques essentiels d'influence des dépôts polluants et par conséquent de la tenue électrique des surfaces isolantes on distingue:

I.3.5.1 Le vent

Il constitue l'agent qui assure le transport des poussières et des sels marins ainsi que la distribution des dépôts polluants formés sur des surfaces isolantes. D'autre part, il peut être considéré comme un agent d'auto-nettoyage dans le cas où sa vitesse est grande.

I.3.5.2 La pluie

Les fines pluies humidifient les surfaces polluées, donc favorisent l'adhérence de pollution, ce qui augmente le risque de contournement. Cependant, les fortes pluies permettent le nettoyage des surfaces polluées et diminuent le risque de contournement.

I.3.5.3 L`humidité

Elle agit négativement sur la surface contaminée des surfaces isolantes car elle engendre l'augmentation de la conductivité de la couche de pollution, surtout pendant les premières heures du matin, notamment pendant les périodes sèches.

I.3.5.4 La température

Pour les surfaces polluées, les hautes températures ont une influence positive, car elles sèchent les dépôts et augmentent leur résistivité. Cependant, la différence de température entre le jour et la nuit peut provoquer le phénomène de condensation et l'humidification de la couche de pollution.

I.3.7 Effet de la pollution sur la rigidité diélectrique de l'air [23]

Les études menées par Kaluzny.A.J, sous un champ uniforme et non uniforme, permettent de noter les constatations suivantes :

> La rigidité diélectrique de l'intervalle d'air dépend de la concentration des impuretés de l'air (par exemple impuretés industrielles), comme elle dépend largement de l'humidité. La rigidité diélectrique augmente en présence d'impuretés pour des valeurs de l'humidité comprises entre 11 g/m³ et 13.1 g/m³ et décroit si l'humidité est supérieure à 13.1 g/m³;

➢ La rigidité diélectrique de l'air polluée diminue en augmentant la distance inter électrode.

I.3.8 Méthodes de mesure de la sévérité du degré de pollution d'un site

I.3.8.1 Conductivité électrique de la pollution [21]

Dispositif et procédé de mesure

La méthode est basée sur la mesure de la conductivité d'un dépôt polluant à l'aide d'un conductimètre à sonde mobile (**Figure. I.15**).



Figure. I. 15: Photo d'un conductimètre à sonde mobile.

La sonde est composée essentiellement:

- > de la tête qui est constituée de deux électrodes.
- ➢ du poignet.

du câble de liaison entre la sonde et l'appareil de mesure.

Il existe plusieurs types se distinguant par le mode d'humidification.

I.3.9 Effet de la pollution sur les équipements électriques [24]

La répartition de la couche polluante sur la surface des isolants des systèmes électriques dépend du profile des isolations solides utilisées, de la dimension et de la disposition de ces matériaux isolants par rapport au sol et le niveau de la tension qui leur est appliqué. Les irrégularités dans la distribution du dépôt polluant sur cette surface conduisent évidement à une diminution des performances de ces derniers sous pollution. Ce problème a toujours entrainé et engendre encore des défauts d'isolation au niveau de ces réseaux électrique, il en résulte parfois des défaillances des équipements, des installations des consommateurs d'énergie électrique, une diminution de la fiabilité des réseaux électriques ainsi qu'un manque à gagner pour les exploitants de ces structures électrique.

I.3.9.1 Corrosion des isolateurs [25,26]

La corrosion de l'isolateur se produit lorsqu'il est humide et pollué. Le passage du courant de fuite sur la surface du diélectrique crée une corrosion électrolyte des pièces métalliques, cette corrosion crée à son tour un dépôt de rouille conductrice qui coule sur la surface de l'isolateur. La corrosion des pièces métalliques de l'isolateur a pour effets :

-d'affecter sa résistance mécanique particulièrement pour les isolateurs de type capot et tige ; -d'affecter la tenue électrique du fait de la formation d'un dépôt de rouille sur la surface isolante qui peut entraîner des dommages à la partie isolante du fait d'une concentration du champ

électrique autour de cette nouvelle électrode.

-d'entraîner la rupture du diélectrique du fait de l'expansion de la tige corrodée ;

De part leur conception, les isolateurs en silicone sont moins vulnérables aux effets de la corrosion que les isolateurs en verre ou en porcelaine du fait qu'ils conservent une bonne hydrophobicité limitant les courants de fuite et la présence d'arcs sur la surface de l'isolateur. Même dans des conditions extrêmes, la corrosion reste limitée à la collerette adjacente aux ailettes terminales ce qui n'affecte pas la résistance mécanique de l'isolateur.

I.3.9.2 Altération des surfaces des isolations solides des systèmes électriques [26]

Dans les zones de forte pollution, l'altération des surfaces des diélectriques (partie isolante des systèmes électriques) a toujours été observée.

Celle-ci est souvent concentrée dans les zones ou le champ électrique est plus élevé ou prédominent les zones sèches et les arcs qui y sont associés.

Plusieurs étapes successives peuvent être notées sur des isolants de bonne qualité :

- Dépoli de la surface qui devient plus mate.
- Traces d'arcs sous forme d'arborescence.

• Erosion de la matière isolante sur plusieurs dixièmes de millimètres avec pertes de masses sans réduction notoire de la tenue de l'isolation.

Les matériaux de moindre qualité peuvent être sujets à un cheminement, c'est-à-dire à la formation irréversible d'un chemin conducteur. La présence d'une activité électrique sur le revêtement des isolations composites est un facteur d'augmentation de la dureté de surface et de la rugosité par élimination partielle de la base du revêtement en élastomère chargé. En conséquence, la formulation du revêtement doit être optimisée, non seulement pour minimiser l'influence du vieillissement UV, mais surtout pour éviter toute dégradation carbonée lors de la fixation des arcs de surface. Seule une érosion minimale et contrôlée est acceptable pour garantir une tenue à long terme convenable. Hormis le choix de matériaux fiables et durable, hormis la qualité des interfaces entre tous les matériaux, la conception de l'isolation doit être telle que les contraintes électriques locales soient les plus réduites possibles et en tous cas inférieure au seuil de vieillissement.

I.3.9.3 Arcs électriques [26]

Arc non localisé

On dit qu'un arc est non localisé, lorsque la surface de l'isolation est amorcée par un arc et qui s'éteint rapidement pour se réamorcer à un autre endroit.

➤ Arc fixe

L'arc se fixe sur la surface de l'isolation, soit en s'y maintenant (courant continu), soit en s'y réamorçant au même endroit (courant alternatif).

Le courant de fuite, au travers du diélectrique et les phénomènes de polarisation alternative des molécules, représente une énergie qui se manifeste sous forme de chaleur dans le diélectrique (pertes diélectriques). Ces pertes varient selon la nature du diélectrique; elles sont proportionnelles à la fréquence et l'importance du champ électrique. Dans le cas d'une basse tension et d'une fréquence industrielle 50 Hz, les pertes diélectriques des matériaux isolants sont très faibles. En revanche en très haute tension et surtout pour des fréquences élevées, ces pertes deviennent importantes en période d'humidification longue et sont la cause d'échauffement excessif, destructeurs de l'isolation.

I.3.9.4 Contournement de l'isolation des systèmes électriques [27]

La chronologie du processus qui mène au contournement est constituée essentiellement de quatre grandes phases :

Dépôt d'une couche solide constituée de sels et de matériaux insolubles, sauf dans le cas d'une pollution marine où la pollution est sous la forme d'embruns marins, humidification de la couche de pollution et circulation d'un courant dû à la dissolution des sels contenus dans le dépôt (formation d'un électrolyte), apparition de bandes sèches dues à l'échauffement par effet Joule résultant de la circulation du courant et conduisant à l'amorçage de décharges locales, élongation des décharges jusqu'à court-circuiter l'isolation.

I.4 Effet de la pollution sur la performance d'un isolateur en silicone

I.4.1 Hydrophobie [6, 5]

Hydrophobie d'une matière isolante fait référence à la capacité de sa surface de ne pas absorbé l'eau ainsi sur une surface hydrophobe, l'eau forme des petites gouttelettes discrètes qui s'élargisse au fur et à mesure jusqu'à ne plus tenir sur la surface écoulé sans pour autant la mouillée.

Cette propriété est très désirable pour les isolateurs en silicone car elle augmente la résistance de sa surface même dans des environnements très humides. Sur une surface vierge cette propriété est relative à la tension de contournement critique de la surface qui dépend de la nature du matériau, celle-ci est particulièrement élevée dans le cas de la silicone.

L'ampleur de la tension critique de contournement est inversement proportionnelle au degré de facilité à la surface à être mouillé.

Comparé au verre et à la céramique, la silicone est difficile à mouiller dans son état vierge.

L'hydrophobie initial de silicone peut être réduite ou complètement perdu lors du service de l'isolateurs, cela est dû à plusieurs facteurs ;

La présence de la pollution dans l'environnement de l'isolateur est suffisante pour réduire son hydrophobicité, les radiations solaires sont d'importants agents de fatigue comme on l'a vu plus haut. Pour ce qui est de la silicone, son hydrophobie est sensiblement moins affectée par ces agents.

Sous la rosé le brouillard et la pluie fine, l'effet corona et la formation d'arc électrique peuvent causer la diminution de l'hydrophobie de la surface de l'isolateurs de la silicone et devenir ainsi hydrophile.

La caractéristique la plus importante chez les polymères en général et notamment chez la silicone, c'est sa capacité de recouvrir son hydrophobie, si les agents extérieurs affecte celle-ci sans l'éliminer. C'est pour cela que la silicone, contrairement aux autres polymères peut

conserver son hydrophobie pendant plusieurs années, ce qui aide à prolongé sensiblement sa durée de service.

I.4.3 Tenue au rayonnement [28]

À long terme l'exposition prolongée de l'isolateur aux rayons UV accélère le vieillissement de la partie isolante, ce qui est du à la sensibilité de certaines molécules de la silicone au rayonnement UV qui est caractérisée par sa longueur d'onde de 290 à 350 nm.

Le tableau suivant montre les différentes bandes d'énergies auxquelles elles sont soumises les chaines moléculaires de la silicone.

Bande	Energie de liaison (Kj/mole)
Si-o (backbone de silicone)	445
С-Н	414
C-0	360
C-C(backbone d'époxy)	348
Si-C	318
Si-H	318

> Energie de liaison de différentes chaines polymères

Les molécules utilisées dans la fabrication de l'isolateur peuvent se dégrader si la puissance d'ensellement est supérieure à leurs énergies de liaison.

La surface de l'isolateur sujette à un vieillissement par rayon UV est caractérisée par :

-l'apparition d'une sorte de craie, cette poudre protège la surface de l'isolateur des rayons solaires, mais comme elle est souvent enlevée par les agents extérieur, l'isolateur subit cette dégradation qui n'affecte pas d'une manière grave les propriétés des matériaux.

-l'apparition de microfissure invisible à l'œil nu (<0,1mm) mais qui peuvent générer de graves conséquences sur les propriétés de l'isolateur ;

L'apparition de craquelures visible à l'œil nu et qui peuvent aller jusqu'à l'arrachement du revêtement ;

On se référant au tableau ci-dessus, on remarque que la silicone a des chaines de molécules qui ont la plus grande énergie de liaison donc une meilleure résistance aux rayons UV par rapport aux autres polymères.

Effectivement, les effets de la dégradation par rayons UV sont à peine apparent chez la silicone, par contre, ils se développent assez rapidement dans les autres polymères. [28]

I.4.4 Ligne de fuite

Pour déterminer la longueur de la ligne de fuite, la publication 60815 de la CEI est le principale document de référence reconnu dans les monde ANSI et CIE.

On a le niveau de pollution en fonction de la description de quelques environnements typiques : I=faible ;

II=moyen;

III=fort;

IV=très fort ;

La ligne de fuite minimale à respecter :

Niveau I : 16mm /kV de tension la plus levée entre phase des réseaux

Niveau II: 20mm/kV

Niveau III: 25mm /kV

Niveau IV : 31mm/kV des lignes de fuite supérieures (jusqu'à 50mm/kV) sont spécifier dans certains régions de la planète

L'Hydrophobicité de la silicone donne un meilleur comportement électrique à la pollution. Mais dans la période critique suivant une contamination, la silicone perd cette hydrophobicité, d'autant plus longtemps que la contamination est forte. En attendant de l'avoir récupéré, la ligne de fuite reste le seul rempart. Il n'y a donc aucune raison de se satisfaire d'une ligne de fuite inférieure en cas d'utilisation de silicone.

I.5 CONCLUSION

Diverses disciplines techniques et scientifiques sont concernées par les problèmes de pollution atmosphérique qui découlent de des rejets de déchets industriels combinés à la décomposition de l'air qui au contact des surfaces qui composent les systèmes électriques provoque leurs corrosions et leurs oxydations.

Les matériaux utilisés dans les systèmes d'isolations sont au préalable bien étudiés et soumis à des conditions atmosphériques bien déterminées afin de prévenir tout risque de détérioration ou de vieillissement précoce du matériau, voir même de contourner ce problème ; pour cela il est obligatoire de comprendre le comportement physico-chimique des matériaux utilisés en usant de différentes méthodes d'analyses dont nous avons cités quelques-unes dans cette étude.
CH&PITRE II

PROTOCOLE EXPÉRIMENT&LE

II.1 Introduction

Pour faire face aux risques de claquage des matériaux destinés à l'isolation électrique, les fabricants des matériels électriques sont contraints à les sur-dimensionner, cette stratégie est contraire à la volonté de réduire l'encombrement de ces appareils et les couts de productions.

De nos jours, on utilise, de plus en plus, les matériaux polymères pour la fabrication des installations électriques à fonction isolantes, dont la silicone qui a des caractéristiques remarquables et un comportement diélectrique exceptionnel, ce qui, de ce fait, justifie son large domaine d'application, occupant ainsi une place importante dans les systèmes d'isolation électriques.

Afin de comprendre le comportement à long terme de ce matériau qu'est la silicone, nous le soumettons à une contrainte électrique, en vue d'un vieillissement accéléré au laboratoire. Après quoi, nous effectuerons une série de tests électriques et mécaniques et d'analyses chimiques afin de déceler les effets que pourrait avoir cette contrainte électrique sur l'état du matériau, en l'occurrence sa morphologie et ses performances électriques et mécaniques, relativement à son état vierge. Comme il sera question de voir l'effet d'un traitement thermique de courte durée sur ces mêmes performances. Les résultats obtenus permettraient d'établir une corrélation entre le comportement chimique et électrique de ce matériau et de voir les conditions nécessaires et adéquates de l'utilisation de la silicone comme isolant.

Dans ce chapitre sera présenté le matériau silicone et les techniques expérimentales utilisées dans le but de répondre à la problématique ci- dessus posées.

II.2 Présentation du matériau

II.2.1 La silicone

II.2.1.1 la définition [30]

La matière de base de la chimie des silicones et le quartz, c'est-à-dire la silice ou le dioxyde de silicium SiO₂. Le nom silicium provient du latin silex, silices : caillou. Le silicium existe dans la nature uniquement sous forme combinée, principalement sous forme de dioxyde de silicium et de silicates. Ils représentent 25,8 % en poids de l'écorce terrestre, ce qui en fait le deuxième élément chimique par son abondance derrière l'oxygène et la matière de base la plus importante des matériaux minéraux.

En faisant varier des chaines -Si-O-, les groupes fixés et liaisons entre chaines, les silicones fournissent une grande variété de matériaux. Leur consistance va du liquide au plastique dur en passant par le gel et la gomme. Les silicones sont présents un peu partout dans le quotidien, sous forme de mastic, colle, joint, additif anti moussant, cosmétique, matériel médical et gaines isolantes pour les câbles électriques.



Figure II.1 : Le quartz

II.2.1.2 La structure chimique de la Silicone [31]

Les silicones, ou polyorganosiloxanes ont une structure chimique basée sur une alternance d'atomes de silicium et d'oxygène (Si-O-Si-O). C'est par la présence de silicium et de liaisons Si-O qui forment le squelette des macromolécules exceptionnellement stables que les silicones se distinguent des autres polymères organiques.

Comme il a été précisé précédemment, la matière première est le silicium pur, obtenu à partir du quartz par électrométallurgie. On fait réagir ce silicium dans des réacteurs chimiques avec du chlorure de méthyle (réaction de Rochow) pour obtenir des méthyleschlorosilanes, dont le plus important est le diméthyldichlorosilane (DMDCS) ayant pour formule chimique (CH₃)₂Cl₂Si. Ce dernier est ensuite hydrolysé pour éliminer le chlore puis une polycondensation (polymérisation avec élimination des molécules d'eau) conduit à la chaine Si-O-Si-O-Si-O-.



Figure II.2 : La structure chimique linéaire d'un polymère silicone

Dans les élastomères silicones, on trouve particulièrement des oligomères au sein des réseaux de réticulation, ce sont de petites chaines PDMS comportant des dizaines voire des

centaines de liaisons CH₃-Si-CH₃, et comme dans tout polymère, cette réticulation s'effectue de manière aléatoire, ce qui va nous amener à rencontrer des régions à forte densité de réticulation et d'autres à faible densité de réticulation. Dans ce dernier cas, on aura donc la présence de volume libre, les réactions de dégradation à l'échelle moléculaire, comme la reconfiguration moléculaire, la rupture des liaisons et le déplacement des atomes vont favoriser l'apparition de nano cavités dans les régions à faible densité.

II.2.1.3 Propriétés de la silicone [31]

> Hydrophobicité

Les silicones se distinguent par un très haut pouvoir imperméabilisant par rapport aux autres matériaux, et ce à long terme, appelé hydrophobicité ; l'eau ne pénètre pas dans les pièces d'isolation en élastomères silicones, mais perle à la surface, même au bout de nombreuses années. Cette propriété minimise les courants de cheminement et évite les décharges dues au contournement électrique, même si la surface est fortement polluée, car les propriétés hydrophobes sont transmises à la couche de dépôts polluants.



Figure II.3 : hydrophobicité d'une silicone

Quand une décharge survient, elle occasionne un comportement hydrophile, mais du fait de leurs faible poids et de leur flexibilité, les élastomères silicones retrouvent parfaitement leurs caractères hydrophobes.

➢ Tenue aux UV

La stabilité de la chaine Si-O confère aux silicones une haute résistance au spectre ultraviolet de la lumière solaire. Par comparaison aux autres matériaux, Même les climats agressifs des régions côtières ou désertiques n'entachent pratiquement pas leurs Propriétés ; l'élastomère silicone POWERSILR 310 ne présente par exemple qu'une légère altération de ses propriétés mécaniques après un test accéléré d'exposition aux intempéries de 3000 heures.

Tenue au feu

Le point d'inflammation des silicones se situe au-delà de 340° Celsius, d'où leur haute sécurité de fonctionnement. Et en cas d'inflammation, ils ne dégagent pas de gaz toxiques. C'est pourquoi on les utilise principalement dans les applications exigeant une haute protection antiincendie, comme, par exemple, dans le métro ou dans les tours d'immeubles.

Elasticité

La très haute élasticité des isolants en silicones facilite le montage et permet l'utilisation de nouvelles techniques de montage, comme, par exemple, la rétraction à froid pour les accessoires de câbles. Par ailleurs, les silicones conservent leur élasticité jusqu'à -45 °C et conviennent, de ce fait, aux applications en haute altitude ou dans les régions polaires.

II.2.1.4 Propriétés diélectriques [31]

Les silicones présentent une haute résistance électrique et un faible facteur de perte diélectrique. Par rapport aux autres isolants, leur vieillissement électrique est très faible.

> Thermo stabilité

Les huiles silicones sont thermostables à long terme, jusqu'à 180 °C, même en présence d'oxygène atmosphérique, et supportent des températures encore plus élevées sur une courte durée. Ils sont très résistants aux contraintes thermiques en raison de leur structure chimique.

II.2.1.5 Les applications de la silicone [32]

La silicone est utilisée pour la fabrication des isolateurs composites de suspension et ancrage pour lignes aériennes et postes de transformation et dans les réseaux, et les silicones sont des polymères utilisés dans de nombreuses applications de l'industrie du fait de leurs propriétés d'étanchéité, d'anti-adhérence, de lubrification, de moulage... . Les différents polymères silicones et leurs filiations sont résumés dans le tableau (II.1) d'après les notices techniques de la société Rhodia. On peut trouver dans ce tableau l'utilisation de l'élastomère silicone RTV-2 et LSR dans le domaine électrotechnique et plus particulièrement l'isolation électrique. Dans ce secteur d'activité, l'utilisation d'élastomères de type silicone est

actuellement envisagée en remplacement de la céramique dans certains matériels électrotechniques subissant de fortes contraintes de champ électrique (isolateurs en particulier).

Le point faible de ces matériaux est leurs faible dureté, ce qui fait que certaines applications ou les contraintes mécaniques sont fortes leurs sont interdites. Dans ce cas, il est souvent utilisé comme revêtement. Quand les contraintes mécaniques ne sont pas trop importantes (ce qui correspond généralement aux dispositifs moyens et basses tensions), on peut utiliser entièrement l'élastomère silicone.



Tableau II.1 : Les différents polymères silicone et leurs applications

II.3 Les essais électriques

Des essais de vieillissement électrique accéléré sur des échantillons de silicone sont menés au laboratoire de haute tension de l'université A. MIRA de Bejaïa, afin de simuler un cas de contournement par une décharge électrique d'un système d'isolateur en silicone sous contrainte de champ électrique.

II.3.1 Essais de vieillissement électrique – Traitement thermique

Des échantillons de silicone de dimension $100x100x6 \text{ mm}^3$ sont soumis à une tension croissante en rampe jusqu'au claquage (contournement). La rampe de tension alternative (50 Hz), est appliquée à un système d'électrodes planes, posé sur la surface propre ($100x100 \text{ mm}^2$) de l'échantillon de silicone. La source de tension est un transformateur 100kV-50 Hz et la tension est appliquée avec une rampe de vitesse de 2 kV/s. Des séries de 5, 10 et 15 claquages sont réalisées sur deux échantillons identiques en silicone, pour des distances inter électrodes d, de 1,5, 3 et 4,5 cm. Tous les essais sont réalisés successivement dans la même matinée à température ambiante de 20 ° C, une pression P de ? mm Hg et une humidité H de ? g/m³. La figure (II.4) illustre le dispositif expérimental utilisé.

Ces essais de vieillissement électrique sont réalisés sur des échantillons de silicone ayant subit, au préalable, un traitement thermique à une température T $^{\circ}$ = 100 $^{\circ}$ C, pendant une durée t_T de 100 heures. Le traitement thermique est réalisé moyennant une étuve et le vieillissement électrique est effectué conformément au protocole expérimental présenté ci-dessus, après une relaxation de 24 h de l'échantillon.



Figure II.4 : Schéma de mesure de la tension de contournement d'une surface isolante

SG : Appareil de commande automatique et manuelle de la tension

Tr : Transformateur haute tension

V : Voltmètre de crête

Oe : Objet d'essai

Pour voir l'effet du traitement thermique sur la silicone, nous avons mesuré les caractéristiques électriques de ce matériau dans le cas de ses deux états ; soit vierge et traité thermiquement (à T=100 °C et t_T=100 heures). Les grandeurs électriques mesurées sont :

- la résistance transversale Rt
- la résistivité transversale pt
- la résistance superficielle Rs
- la résistivité superficielle ps

- la rigidité diélectrique longitudinale El
- la capacité Cx
- et le facteur de perte tgδ

II.3.2 Mesure du facteur de perte et de la capacité

Le facteur de perte tg\delta et la capacité Cx de la silicone sont déterminées sous différentes tensions électriques appliquées (V= 40V à 120V avec un pas de 50 V) à différentes fréquences (f=50Hz à 1000Hz avec un pas de 50 Hz) moyennent un pont de Schering à transformateur différentiel dont le schéma de principe est donné en figure (II.5).



Figure II.5 : Schéma de principe du pont de Schering à transformateur différentiel

La permittivité ε_r et l'indice de perte ε_r . tg δ seront, quant à eux, déduits des mesures de tg δ et Cx, d'après les équations (I.33) et (I.34) présentées en (§ I.2.2.3).

- d : Epaisseur de l'éprouvette mesurée au palmer avec une précision de $\pm 10^{-6}$ m, d=6 mm,
- S : Surface effective de la plaque en cm², soit 20 cm²,
- C₀ : Capacité du vide équivalente à Cx en pF,
- ϵ_0 : Permittivité du vide ($\epsilon_0 = 8.85 . 10^{-12}$ F/m).

La capacité C_x et C_N sont placés dans la branche H.T. La branche basse tension est remplacée par les bobinages w_1 et w_2 du transformateur, le troisième bobinage du transformateur est connecté à l'indicateur zéro.

Le pont est en équilibre si $C_x = \frac{w_1}{w_2} \cdot C_N$. (II.1)

Le nombre de spire du w_1 et fixé à 4 positions de sorte que le rapport à choisir soit de 0,1 ; 1 ; 10 ou 100.

Le bobinage w_2 donne des positions de réglage variables.

Pour déterminer tg δ des résistances et des capacités variables sont ajoutées au pont. Le facteur de perte est donné par : tg δ =W.C.R. Le réglage de C et R donne la valeur de tg δ à 50 ou 60 Hz. Trois positions donnent *wc* = 0,1 ou1 ou10; *R* permet l'ajustage fin ;

Exemple : tg $\delta = 47, 5.10^{-4}$



Figure II.6 : Exemple de mesure de tg\delta avec le pont de Schering à transformateur différentiel

II.3.3 Mesure de la résistance

II.3.3.1 Mesure de la résistance transversale

La résistance transversale R_t du matériau est déterminée par la pente de la caractéristique $V(I_t)$ établie selon la méthode de mesure exposée en (§ I.2.2.5) et illustré par la Figure (I.9). La résistivité transversale est alors calculée par l'équation (I.37). Ces mesures sont réalisées sur les deux cas d'échantillons considérés, à savoir vierge et traité thermiquement.

II.3.3.2 Mesure de la résistance superficielle

La résistance superficielle R_s du matériau est déterminée par la pente de la caractéristique V(I_s) établie selon la méthode de mesure exposée en § (I.2.2.5) et illustrée par la Figure (I.10). La résistivité superficielle est alors calculée par l'équation (I.40) Ces mesures sont réalisées pour les deux cas de figure : vierge et traité thermiquement.

II.3.4 Rigidité diélectrique longitudinale

La rigidité diélectrique longitudinale E_l de la silicone est déterminée par la pente de la caractéristique V(I) établie selon la loi donnée par l'équation (I.43) exposée au § (I.2.2.7).

Nous avons, pour cela, mesuré la tension disruptive V_d pour différentes distances interélectrodes d'égale à 1,5 3 et 4,5 cm.

II.4 Analyses chimiques

Avant et après vieillissement électrique de l'échantillon de silicone, nous avons procédé à la réalisation d'une série d'analyses chimiques (IR, MEB et DRX) sur ces derniers, aux niveaux du laboratoire de génie des procédés de l'université A. MIRA Bejaia, afin de les caractériser et de voire l'effet du vieillissement électrique sur la microstructure de ce matériau.

II.4.1 Analyse spectroscopique FTIR [33]

La spectroscopie infrarouge à Transformée de Fourier (ou FTIR : Fourier Transformed Infra Redspectroscopy) consiste dans un premier temps à irradier notre échantillon de silicone par un rayonnement infrarouge qui va interagir avec les molécules qui le constitue suite à l'absorption d'une quantité d'énergie, ce qui ne sera pas sans conséquence pour ces liaisons ; ces dernières vont alors se mettre à vibrer à une fréquence différente et c'est cette différence qui sera analysée après que le rayonnement incident eut été récupéré. Ceci nous permettra d'identifier les groupements moléculaires et obtenir de nombreuses informations microscopiques sur leurs formations et leurs éventuelles interactions.

L'appareillage utilisé pour notre étude est un spectroscope infrarouge à transformée de Fourier. Il est constitué de quatre éléments fondamentaux : la source infrarouge, un interféromètre, un détecteur et l'électronique de calcul. C'est un spectroscope de type IRAffinity-1 accompagné du logiciel de traitement de données IR solution et offrant une gamme spectrale de 7800 à 350 cm⁻¹ avec une résolution maximale de 0,5 cm⁻¹.

Le système comprend également une source laser He-Ne (λ = 632,8 nm) qui sert de signal de référence pour le temps d'acquisition des données et pour la mesure du déplacement des différent miroirs optiques de l'appareil.



Figure II.7 : Schéma de principe de l'analyse par spectroscopie d'absorption infrarouge

> Mesure

Pour effectuer une analyse infrarouge de nos échantillons, nous avons procédé de la manière suivante:

Vu la nature de l'échantillon (opaques) et l'exigence d'avoir des films minces (d'ordre de micron), nous avons prélevé sur l'échantillon de fines lamelles translucides au travers desquelles un faisceau de spectromètre peut passer.

Le film est soumis à un rayonnement électromagnétique dans la gamme de longueur d'onde du centre infrarouge (2,5 μ m $< \lambda < 50 <math>\mu$ m). Le champ électrique induit par l'onde électromagnétique peut interagir avec un moment dipolaire d'une entité moléculaire présente dans le matériau. Lorsque la fréquence du champ coïncide avec la fréquence de vibration d'un mode propre de la molécule, l'interaction créée engendre la vibration de certaines liaisons et l'absorption de l'énergie de l'onde excitatrice correspondante. La fréquence à laquelle est absorbé le rayonnement dépend de la nature des liaisons, de la masse des atomes concernés et de l'environnement proche du groupement considéré.

Par conséquent, au matériau considéré, de structure déterminée, va correspondre un ensemble de bandes d'absorption caractéristiques permettant d'identifier les transformations opérées dans l'échantillon.

Par convention, les spectres infrarouges obtenus expérimentalement ne sont pas indexés en longueur d'onde ou en fréquence mais en nombre d'onde exprimé par :

$$\underset{v}{\rightarrow}(\mathrm{cm}^{-1}) = \frac{10}{\lambda(m)} \quad [\mathrm{cm}^{-1}]$$
(II.2)

V(Hz) =
$$\frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{f}{m}}$$
 ou \vec{v} (cm⁻¹) = $\frac{1}{2.10^2 \pi c} \sqrt{\frac{f}{m}}$

(II.3)

F : constante de force.

m : masse réduite.

c : célérité des radiations électromagnétiques dans le vide.

Les mesures sont réalisées en transmission totale avec une incidence normale dans une gamme de nombres d'onde de 4000 à 400 cm⁻¹ avec une résolution de 4cm⁻¹ et 120 balayages par spectre.

II.4.2 La diffraction par rayon X (DRX) [34]

La diffractométrie de rayons X est une méthode d'analyse chimique. Elle ne marche que sur la matière cristallisée (minéraux, métaux, céramiques, produits organiques cristallisés), mais pas sur la matière amorphe (liquides, polymères, verres). Par contre, elle permet de reconnaître des produits ayant la même composition chimique brute, mais une forme de cristallisation différente, par exemple de distinguer les différentes silices, les différents aciers, ou les différentes alumines

L'appareil de mesure est un diffractomètre dont les données collecté forment le diagramme de diffraction ou le diffractogramme.

➤ .Mesure

Les films de silicone de dimension (20x10) mm² sont exposés à un faisceau de rayons X dont l'intensité est mesurée au moyen d'un détecteur rotatif directionnel.

La diffraction des rayons X consiste à appliquer un rayonnement de la longueur d'onde ($0.1 < \lambda < 10 \text{ nm}$) sur l'échantillon orienté. Ce rayonnement pénètre le cristal, il y a absorption d'une partie de l'énergie et excitation des atomes: Les rayons X, comme toutes les ondes électromagnétiques, provoquent un déplacement du nuage électronique par rapport au noyau dans les atomes; ces oscillations induites provoquent une réémission d'ondes électromagnétiques de même fréquence, ce phénomène est appelé diffusion Rayleigh.

La longueur d'onde des rayons X étant de l'ordre de grandeur des distances interatomiques (quelques angströms), les interférences des rayons diffusés vont être alternativement constructives ou destructives. Selon la direction de l'espace, on va donc avoir un flux important de photons X, ou au contraire très faible, ces variations selon les directions forment le phénomène de diffraction X.



Figure II.8.Le diffractomètre

Les radiations émises par des plans atomiques qui sont en phase, vont engendrer un faisceau cohérent qui pourra être détecté.

II.5 Les essais mécaniques

Les essais mécaniques de traction ont été réalisés à l'université Mouloud Mammeri de Tizi Ouzou au laboratoire de génie mécanique.

II.5.1 dispositifs expérimentaux

L'appareil utilisé pour les essais mécaniques est une machine pour essais de traction de marque Creusot Loire instrumentation (adamel lhomargy). Son principe de fonctionnement consiste à étirer une éprouvette de dimension donnée, en appliquant une charge appropriée croissante à à une vitesse constante et pour mesurer la force de rupture par traction ainsi que l'allongement à la rupture.

L'appareil comprend un dynamomètre muni de mâchoires exerçant un effort de traction croissant, l'une d'elles est fixe tandis que l'autre se déplace verticalement vers le haut à vitesse constante.



Figure II.9 : Machine à traction pour essais mécaniques

II.5.2 Procédure d'essais

II.5.2.1 Découpage des éprouvettes

Les essais mécaniques sont réalisés sur des éprouvettes découpées sous forme d'haltère (figureII.10) conformément à la norme CEI 60811.1.1.



Figure II.10 : Eprouvette en forme d'haltère

II.5.2.2 Mode de mesure

Pour chaque état du matériau considéré, à savoir le vierge, le traité thermiquement et les vieillis électriquement avec traitement thermique (5, 10, et 15 claquages).

Avant de procéder à l'essai mécanique, la section droite de l'éprouvette à étirer a été mesurée. Deux points de repères distants de 20 mm sont ensuite marqués sur la partie étroite de l'éprouvette où se produira la rupture.

L'essai consiste à soumettre l'éprouvette à la traction, à une vitesse de réglage constante (300 mm/mn dans notre cas) jusqu'à sa rupture. On note, d'une part, la charge à la rupture indiquée par l'appareil et, d'autre part, l'allongement à la rupture.

II.5.3 Grandeurs à mesurer

Pour voir l'effet du traitement thermique et du vieillissement électrique sur les performances mécaniques de la silicone, nous procéderons à la détermination du module de Young et du coefficient d'élasticité, déduits de la lecture des spectres mécaniques obtenus.

II.5.3.1 Module de Young

Le module de Young ou module d'élasticité ou encore module de traction est la constante qui relie la constante de traction et le début de la déformation d'un matériau élastique isotrope.

Elle définit la contrainte mécanique qui engendrerait un allongement de 100% de la longueur initiale d'un matériau.

La loi de HOOKE dans le cas d'un matériau homogène isotrope :

$$\sigma = F/S$$
 (II.5)

 $\boldsymbol{\varepsilon}$: déformation $\boldsymbol{\varepsilon} = \Delta L / L$ (II.6)

Avec : $\Delta L = L - L_0$ (II.7)

S : Surface de la section de l'éprouvette d'où : S = épaisseur \times largeur.

II.5.3.2 Elasticité

L'élasticité est une propriété physique d'un corps à reprendre sa forme initiale après suppression de la sollicitation, ce corps est dit parfaitement élastique s'il retrouve complètement sa forme originale après suppression de la charge et partiellement élastique si la déformation produite par les forces externes ne disparait pas complètement lorsque celles-ci sont annulées.

II.6 Conclusion

Avant d'entamer la partie expérimentale, il a été question de faire une présentation détaillée de la silicone et ce en précisant sa nature chimique, ses propriétés globales ainsi que ses domaines d'application, puis nous avant mis en avant les différents paramètres électriques, chimiques et mécaniques dont nous aurons besoin dans le chapitre suivant afin d'avoir la meilleure approche possible pour une étude physico-chimique de la silicone.

CH&PITRE III

RÉSULTAT EXPÉRIMENTAUX

III.1 Introduction

Apres avoir terminé nos essais et collecté les résultats des essais électriques et des analyses chimiques qui ont été menés au laboratoire de haute tension de génie électrique et les laboratoires de génie des procédés ont permis de tracer les caractéristiques électriques mécaniques ainsi que les spectres d'analyses chimiques d'où ont été tirés des conclusions intéressantes.

Dans ce chapitre seront présentées, interprétés et discutés les résultats obtenus, dans la perspective d'établir une corrélation entre les résultats des essais électriques et des analyses chimiques.

III.2 présentation, interprétation et discussion des résultats d'essais électriques

III.2.1 Mesure de la résistance

III.2.1.1 Mesure de la résistance transversale

La figure (III.1) représente la caractéristique V(I_t) du matériau silicone à l'état vierge et traité thermiquement. La résistance transversale Rt, est déduite de la pente de la caractéristique V(I_t) et La résistivité transversale ρ_t , calculée par l'équation (I.37) (Voir § I.2.2.5) sont dressées dans le tableau (III.1) pour l'état vierge et traité thermiquement pendant 100 h à 100 $^{\circ}$ C du matériau.



Figure III.1 : caractéristique $V(I_t)$ de la silicone à l'état vierge et traité thermiquement

Tableau III.1 : Résistance transversale et résistivité transversale de la silicone à l'état vierge et traitée thermiquement

Etat de la silicone	Résistance $R_t (10^7 \Omega)$	Résistivité $\rho_t (10^7 \Omega m)$
Vierge	205.32	68.44
Traitée thermiquement	500	166.66

III.2.1.2 Mesure de la résistance superficielle

La figure (III.2) représente les caractéristiques $V(I_s)$ du matériau silicone à l'état vierge et traité thermiquement. La résistance superficielle R_s , déduite de la pente de la caractéristique $V(I_s)$ et la résistivité superficielle ρ_s , calculée par l'équation (I.40) (voir § I.2.2.5), sont dressées dans le tableau (III.2) pour l'état vierge et traité thermiquement pendant 100 h à 100 $^{\circ}$ C du matériau.



Figure III.3 : Caractéristique V(Is) de la silicone a l'état vierge et traité thermiquement

Tableau.III.2 : Résistance superficielle et résistivité superficielle de la silicone à l'état vierge et traitée thermiquement

Etat de la silicone	Résistance $R_s (10^7 \Omega)$	Résistivité $\rho_s (10^{10} \Omega m)$
Vierge	1209.43	174.07
Traitée thermiquement	567.01	81.90

III.2.2 Rigidité diélectrique longitudinale

La figure (III.3) montre la variation de la tension appliquée en surface en fonction de la distance inter-électrodes du matériau isolant, dans le cas de la silicone traitée thermiquement pendant 100h à 100 0 C.



Figure.III.3 : Tension disruptive en fonction de la distance inter-électrodes de la plaque de silicone traitée thermiquement pendant 100h à 100 0 C et non traité thermiquement.

D'après les résultats expérimentaux K.Djenkel et K.kettir (Voir annexe1) présentés ci-dessus, la rigidité diélectrique de la silicone non traité thermiquement est égale à 8,2 kV/cm.

Le vieillissement électrique du matériau silicone traitée thermiquement pendant une courte durée de 100 heures à une température de 100 °C, égale à 7,25 kV/cm, résulte d'une plus grande diminution de sa rigidité diélectrique relativement à l'état non traité.

Le tableau (III.3) représente les résultats de mesure de la rigidité diélectrique longitudinale E_1 du matériau, qui est représentée par la pente de la caractéristique U(d).

Tableau.III.3. Rigidité diélectrique longitudinale E_1 de la silicone Traitée thermiquement à 100^{0} C pendant 100 h et non traitée thermiquement

Etat de la silicone	$E_1 (kV/cm)$
Traitée thermiquement	7,25
Non Traitée thermiquement	8,2

La décharge glissante résultant de l'application de la contrainte de champ électrique a provoqué la dégradation de la surface de ce matériau, laissant des traces visibles à l'œil nu, ce qui affecte directement sa rigidité longitudinale.

III.2.3 Mesure de capacité Cx et du facteur de perte tg δ

III.2.3.1 Mesure de capacité Cx

La figure (III.4) montre la variation de la capacité Cx de la silicone vierge, traitée thermiquement et vieillie électriquement, en fonction de la fréquence, sous différentes tensions de mesure. Nous remarquons une diminution importante de la capacité avec l'augmentation de la fréquence de la tension appliquée, alors que l'amplitude de cette dernière n'a pas d'influence sensible sur Cx.

Le vieillissement électrique, comme le traitement thermique de la silicone résulte une diminution de la capacité de cette dernière, relativement au cas vierge. Ce résultat laisse déduire que le vieillissement électrique de la silicone non traitée thermiquement dégrade davantage le matériau, relativement au cas vieilli sans traitement thermique.



Figure III.4 : Cx en fonction de la fréquence dans le cas de la silicone vierge, traitée thermiquement et vieillie électriquement

III.2.3.2 Mesure du facteur de pertes tg**ð**

La figure (III.5) montre la variation du facteur de pertes tgô de la silicone vierge et traitée thermiquement, en fonction de la fréquence, sous différentes tensions de mesure. Nous remarquons une augmentation importante de tgô avec l'augmentation de la fréquence de la tension appliquée, alors que l'amplitude de cette dernière n'en a pas d'influence sensible, donc notre matériau répond en fréquence tel un circuit équivalent à constantes localisées RC série ; Ce qui le prédestine à un fonctionnement à basse fréquence vu son meilleur rendement en terme de qualité d'énergie.

Le traitement thermique de la silicone a induit une augmentation du facteur de pertes, relativement au cas sans traitement, ce qui est équivalent à un vieillissement du matériau par un mécanisme thermique.



Figure III.5 : tg δ en fonction de la fréquence dans le cas de la silicone vierge, traitée thermiquement et vieillie électriquement

III.2.3.3 Calcul de la permittivité électrique ɛr et de l'indice de perte ɛr.tgð

La permittivité électrique et l'indice de perte, calculés par le billet des équations (I. 33) (voir § I.2.2.3) pour une tension U=100V et une fréquence f=50 Hz à l'état vierge du matériau silicone, sont dressés dans le tableau (III.4).

Tableau.III.4 : Permittivité électrique et indice de perte de la silicone vierge à U=100V etf=100 Hz

Le matériau	Permittivité ε_r (F/m)	l'indice de perte ε_r .tg δ
La silicone vierge	3.64	15.84*10 ⁻³

La figure (III.6) montre la variation de la permittivité électrique ε_r de la silicone, en fonction de la fréquence, sous différentes tensions de mesure. De même que la capacité Cx, la permittivité électrique diminue avec l'augmentation de la fréquence de la tension appliquée, alors que l'amplitude de cette dernière n'a pas d'influence sensible sur ε_r .

On voit bien que ε_r n'est autre que l'image de Cx ; elle traduit, indépendamment de la géométrie de la capacité, l'état du matériau qui est altéré sous l'effet du vieillissement électrique. Cette altération est d'autant plus marquée avec le traitement thermique du matériau.



Figure III.6 : Permittivité électrique ε_r en fonction de la fréquence dans le cas de la silicone vierge, traitée thermiquement et vieillie électriquement

La figure (III.7) montre la variation de l'indice de pertes ε_r .tg δ de la silicone, en fonction de la fréquence, sous différentes tensions de mesure. Nous remarquons une augmentation de ε_r .tg δ avec l'augmentation de la fréquence de la tension appliquée, alors que l'amplitude de cette dernière n'en a pas d'influence sensible. L'indice de perte qui est l'image des pertes dissipées dans le matériau, traduit une augmentation plus conséquente de ces dernières dans le cas d'un traitement thermique de la silicone.



Figure III.7 : Indice de perte en fonction de la fréquence dans le cas de la silicone vierge, traité thermiquement et vieillie électriquement

Le traitement thermique de la silicone se traduit par une diminution de la permittivité électrique ε_r du matériau, donc de sa capacité Cx, et en corolaire par une augmentation du facteur de perte tg δ , donc de l'indice de perte, image des pertes diélectriques engendrées dans le matériau. Le traitement thermique pourrait avoir provoqué une modification de la structure chimique de la silicone, ce que nous tenterons de vérifier par les analyses chimiques infra rouge (FTIR) et de diffraction des rayons X (DRX) effectuées et présentées dans ce qui suit.

III.3 Présentation, interprétation et discutions des résultats d'analyses chimiques

III.3.1 Analyse infrarouge

L'influence du vieillissement de la silicone a été étudiée par spectroscopie IR de manière à identifier les changements structuraux éventuels pouvant apparaître à l'échelle moléculaire. Cette analyse a permis de déterminer les spectres de variation d'absorbance A (unité arbitraire de la quantité de lumière réfléchie par le matériau) en fonction de la fréquence de bombardement des matériaux par le rayonnement infrarouge, soit du nombre d'onde v (cm⁻¹).

L'absorbance A met en évidence les types de liaisons existants dans le matériau, caractérisés par un ou plusieurs pics apparaissant sur une plage de fréquence (nombre d'onde v (cm⁻¹) bien définie.

La figure (III.8) illustre la variation de l'absorbance A en fonction du nombre d'onde v (cm⁻¹) s'étalant sur une plage allant de 500 à 4000 cm⁻¹, pour les différents échantillons analysés de la silicone vierge, traité thermiquement et vieillie électriquement après traitement (VEAT).



Figure III.8 : Spectre IR des échantillons vierge, traité thermiquement et vieillis électriquement après traitement de la silicone

Le spectre FTIR présente la même allure pour l'ensemble des échantillons analysés (vierge, pollué et propre) indiquant l'apparition des mêmes bandes d'absorption avec la même évolution des spectres chimiques en présence.

Cependant, on observe des bandes d'intensité plus élevées dans le cas de la silicone vieillie électriquement par rapport à la silicone traité thermiquement, ou encore la silicone

Chapitre III

vierge. Ceci témoigne de la production d'un même mécanisme d'oxydation pour l'ensemble des échantillons. Le vieillissement électrique du matériau favorise ce mécanisme à un degré plus élevé sous une série de claquage en surface. A remarquer que la position des bandes d'absorption n'a pas changé, sans pour autant avoir disparition ou apparitions de pic, ce qui signifie que le matériau n'a pas subi de modification dans sa structure moléculaire mais une légère altération liée à l'oxydation.

Nous reconnaissons sur le spectre de la figure (III.8) les bandes d'absorption comprise entre 600 cm^{-1} à 900 cm⁻¹ et 1000 cm⁻¹ à 1110 cm⁻¹ assignées à la vibration d'élongation des Si-O.

Les bandes d'absorption liées aux vibrations des liaisons Si-CH3 apparaissent dans les intervalles du nombre d'onde allant de 760 cm⁻¹ à 880 cm⁻¹ et 1200 cm⁻¹ à 1300 cm⁻¹.

Les bandes d'absorptions localisées dans les régions $1310 \text{ à } 1410 \text{ cm}^{-1}$ et $3125 \text{ à } 3700 \text{ cm}^{-1}$ sont assignées à une déformation des groupements O-H.

La région comprise entre 1630 à 1885 cm⁻¹ est caractéristique des vibrations d'élongations des liaisons C=O.

Les vibrations d'élongation des groupements CH3 sont localisées dans la région comprise entre 2500 à 3300 cm⁻¹.

III.3.3 Analyse de diffraction des rayons X (DRX)

La diffraction des rayons X constitue une des techniques les plus utilisée et les plus répondues pour l'identification des matériaux cristallins. Un faisceau de rayons X est diffracté sur un réseau de plans cristallins selon la loi de Bragg (§ I.46).

Les diagrammes de diffraction des rayons X aux faibles angles 20 allant de 10 à 30°, de la silicone vierge, et traité thermiquement ont été déterminés. Et pour une étude comparative, les spectres obtenus sont tracés sur un même système d'axes illustrés sur la figure (III.13).Ces spectres montrent une structure combinée entre une partie cristalline correspondant à un arrangement ordonné des atomes et une partie amorphe où les atomes qui constituent le matériau sont désordonnés car ils ne respectent aucun ordre à moyenne et grande distance. La coexistence d'une phase cristalline et d'une phase amorphe, bien que largement supérieure à cette dernière ; prouve l'aspect semi-cristallin de la silicone.

Les deux spectres DRX de la silicone vierge et traitée thermiquement présentent un faible pic de diffraction à 2θ = 12°, correspondant à une distance basale de 7.65Å. Ce pic témoigne de la présence d'une phase cristalline dans ce plan. Et parce que ce pic a quasiment la même intensité dans les deux cas étudiés de la silicone, laisse conclure que le traitement thermique n'engendre aucun changement de phase du matériau.



Figure III.13 : Spectre DRX des échantillons vierge et traité thermiquement de silicone



Fig. III.14 : Spectre DRX des échantillons vierge et traité thermiquement de silicone à 2θ =12°

Ces résultats d'analyses expliquent la dégradation, sous l'effet de la contrainte de champ appliqué, de la silicone. Ceci peut être lié directement à la fragilisation de ce matériau suite au mécanisme d'oxydation produit et à l'altération de sa surface sous l'effet de l'intense énergie de décharge.

En effet, l'analyse infrarouge a montré que la contrainte du champ électrique renforce le mécanisme d'oxydation de la silicone (présence des liaisons C=O et O-H) qui est un processus naturel de vieillissement des matériaux et ce processus est accéléré par le traitement thermique de courte durée (100 heures à 100 °C).

La conservation des phases amorphe et cristalline traduit une stabilité chimique de ce matériau qui n'a engendré aucune modification majeure dans sa microstructure, donc des propriétés de la silicone telle que sa densité. Malgré la prédominance de la phase amorphe dans les plans de ce matériau, qui est une zone électriquement faible, sa stabilité affichée par une moindre réactivité témoigne de sa bonne résistance chimique, ce qui le rend intéressant pour un fonctionnement dans un environnement contaminé.

III.4 Essais mécaniques

Les essais de traction ont permis de déterminer la variation de la longueur de traction L(mm) les échantillon de silicone en fonction de la force de traction F(N), ce qui a donné lieu aux caractéristiques F(L) du matériau silicone à l'état vierge, traité thermiquement pendant 100h à 100^oC avec et sans vieillissement électrique, illustrées sur la figure (III.1). Le module de Young E, calculé par l'équation (II.4) (Voir § II.5.3.1) est dressé dans le tableau (III.1) pour les différents cas étudiés



Figure.III.15 : Spectre de traction des échantillons vierge, traité thermiquement et vieillis électriquement après traitement de la silicone

La figure (III.15) représente la caractéristique F(L) du matériau de silicone à l'état vierge traité thermiquement et vieillie électriquement. Le module de Young E, calculé par l'équation (II.4) (Voir § II.5.3.1) est dressé dans le tableau (III.5) pour l'état vieillie électriquement.

III.4.1 Calcul du module de Young

Tableau III.5 : module de Young – Paramètres de traction pour les états vierge, traité thermiquement pendant 100 h à 100 0 C avec et sans vieillissement électrique

Echantillon de silicone	Vitesse (mm/min)	F _{max} (N)	X _{max} (mm)	L ₀ (mm)	module de young E(MPa)
Vierge	56	15	30	25	166
Traité thermiquement	56	20	38	25	175
Vieilli par 5 claquages	56	25	41	25	158
Vieilli par 10 claquages	56	25	41	25	158
Vieilli par 15 claquages	56	25	41	25	158

Avec :

 $F_{max}(N)$: la force maximale de traction.

X max (mm) : la distance maximale de traction.

 L_0 (mm) : la distance initiale avant la traction.

E : module de Young ;

 $\boldsymbol{\sigma}$: Contrainte de traction

 $\boldsymbol{\varepsilon}$: déformation

Avec : $\Delta L = L - L_0$

S : Surface de la section de l'éprouvette où S= épaisseur \times largeur.

Le décalage enregistré entres les courbes des caractéristiques F(L), relatives aux états vierge, traité thermiquement pendant 100h à 100^oC avec et sans vieillissement électrique, témoigne d'une variation dans la partie élastique, mais aussi dans la partie du segment plastique, aussi bien, de échantillon traité thermiquement que ceux traités thermiquement et vieillis électriquement, relativement à l'état vierge de la silicone. En effet, une diminution du module de Young dans le cas de l'échantillon de silicone traité thermiquement, relativement à l'état vierge de la résistance à la traction de ce matériau suite au traitement thermique subi. Le vieillissement électrique accentue cette dégradation exprimée par un module de Young de plus en plus petit.

III.5 Conclusion

Les résultats diélectriques obtenus et présentés dans ce présent chapitre nous ont amené à conclure, qu'aussi bien une contrainte de champ électrique qu'une contrainte thermique de courte durée, appliquées au matériau silicone, contribuent à son vieillissement qui se traduit par une diminution de ses performances ; soit une diminution de sa rigidité diélectrique longitudinale résultant d'une permittivité (image de la capacité) et d'une résistivité affaiblies, et d'une augmentation du facteur de perte, respectivement de l'indice de perte, image des pertes par effet joule dissipées dans le matériau. L'effet combiné de ces deux contraintes accélère le processus de vieillissement du matériau silicone. Ceci, fait qu'un courant de fuite, au travers du diélectrique et les phénomènes de polarisation alternative des molécules apparaissent, ce qui représente une énergie qui se manifeste sous forme de chaleur dans le diélectrique d'où des pertes diélectriques importante dans le matériau.

Ces résultats permettent également de conclure que ces pertes varient selon la nature du diélectrique, vu la différence de ces résultats avec ceux obtenus par les travaux d'autres auteurs [Kettir]; les pertes sont proportionnelles à la fréquence et l'importance du champ électrique. Dans le cas d'une basse tension et d'une fréquence industrielle 50 Hz, les pertes diélectriques de ce matériau isolant sont très faibles. En revanche en très haute tension et surtout pour des fréquences élevées, ces pertes deviennent importantes et sont la cause d'échauffement excessif, destructeurs de l'isolation.

Les analyses chimiques réalisées avant et après vieillissement électrothermique ont d'abord déterminé la nature amorphe de notre matériau silicone, mais aussi que sa surface dégradée sous l'action des décharges, suite à l'application d'un champ électrique, et l'effet ce d'une contrainte thermique accentuent le processus d'oxydation d'une part la présence de liaisons C=O et O-H synonyme de son vieillissement.

CONCLUSION GÉNÉRALE

Conclusion générale

Notre travail s'inscrit dans le cadre de la dégradation des matériaux utilisés dans l'isolation des systèmes électriques.

Dans notre étude, nous nous sommes penchés sur le cas de la silicone qui est un matériau intéressant le domaine du génie électrique. La silicone a connu une utilisation très large dans les systèmes d'isolation électrique et particulièrement pour le revêtement des isolateurs électriques, vu les bonnes performances électriques qu'elle présente liés entre autre à son caractère hydrophobe très recherché.

Nous avons exposé ce matériau, dans un premier temps à une contrainte de champ électrique, puis nous avons additionné, dans un deuxième temps, un dépôt polluant conducteur. Après quoi, des mesures électriques de rigidité diélectrique longitudinale, de résistances (résistivités) transversale et superficielle, de capacité (permittivité) électrique, de pertes (facteur de pertes) électriques, ainsi que des analyses chimiques IR, MEB et DRX ont été réalisées aux laboratoire de haute tension et de génie des procédés des universités de Bejaia et de Tizi Ouzou, pour tester les performances de ce premier dans les deux cas envisagés.

Les résultats obtenus par ces études expérimentales ont permis de comprendre le comportement de ce matériau à l'échelle moléculaire et de corréler celui-ci à son comportement électrique, ce qui a permis de tirer des conclusions intéressantes sur le comportement physico-chimique de la silicone, que nous résumons comme suit :

- Le vieillissement de la silicone, sous l'effet de la contrainte du champ électrique, affecte ces performances électriques.
- La dégradation de la silicone se manifeste par une diminution de sa rigidité diélectrique longitudinale et de sa capacité (permittivité électrique) et par une augmentation de son facteur de perte.
- Cette dégradation est liée à la fragilisation de la silicone à l'échelle microscopique due au changement de phase d'un état cristallin à l'état amorphe de certaines zones du matériau et au mécanisme d'oxydation qui est accéléré sous l'effet de la contrainte de champs, électrique, Ainsi qu'à la modification de sa morphologie superficielle due au passage de la décharge électrique qui à provoqué un dépoli de la surface du matériau.
- Le caractère hydrophobe de la silicone accentue localement la dégradation à l'endroit de la gouttelette conductrice.
- L'exposition à une pollution conductrice diminue de la tenue diélectrique de la silicone et la tension de contournement d'un système isolant pollué dépend essentiellement de la conductivité du dépôt polluant ainsi que de la répartition de la couche de pollution sur la surface isolante.
- Une corrélation peut ainsi être établie entre le comportement électrique et chimique du matériau liant la variation des grandeurs électriques (C_x, tgδ, R_t, R_s, ρ_t, ρ_s, ε_r et E_l) aux modifications morphologiques du matériau, traduisant la dégradation de ce dernier.

Conclusion Générale

Ce travail est une étape d'une démarche visant une meilleure compréhension du phénomène de dégradation des isolants polymères utilisés dans le domaine du génie électrique.

a :Diamètre du matériau	(cm)
C:Capacité	(pf)
C₀ :Capacité du vide	
d :Distance	(cm)
D :Diamètre	(cm)
E : champ électrique	(v.m⁻¹)
f : Fréquence	(Hz)
g :Diamètremoyen	(cm)
i:Le courant	(A)
m: La masse	(Kg)
n:Nombre entier	
p :La polarisation	
q :Charge relative	(c)
q ₀:Charge a vide	
R :La résistance	(Ω)
S :La surface	(cm²)
V : La tension	(v)
ω :Pulsation	
χ :Susceptibilité	
Z : Impédance	(Ω)
θ: Angle	(°)
ρ : La Résistivité	(Ω)
Liste des symboles

γ : Conductivité	(s /m)
π : Constante	(3.14)
λ :Longueur d'onde de rayonnement	(μm)
ϵ_0 : permittivité du vide	(8.85.10 ⁻¹² F/m)
ε _r : permittivité relative	(F/m)
δ : Angle de perte	(°)
$tg\delta$: facteur de perte diélectrique	
$ ho_{cct}$: la résistivité transversale	(Ωm)
$ ho_{ccs}$:la résistivité superficielle	(Ωm)