

# Etude des propriétés diélectriques d'une résine époxy chargée d'alumine sous contraintes électro-thermiques en régime continu

Hanen YAHYAOUI<sup>1</sup>, Petru NOTINGHER<sup>1</sup>, Serge AGNEL<sup>1</sup>, Yannick. KIEFFEL<sup>2</sup>

<sup>1</sup> Institut d'Électronique du Sud, Université Montpellier 2, France

<sup>2</sup> Alstom Grid, Villeurbanne, France

**Résumé :** Le comportement diélectrique d'une résine époxy chargée en alumine est étudié en vue de son utilisation en tant qu'isolant dans le domaine de la haute tension continue. L'évolution de ses propriétés diélectriques à court et long terme est suivie et analysée durant des vieillissements réalisés sous l'effet conjoint de contraintes électriques continues (4 à 12 kV/mm) et de la température (125 et 105°C).

**Mots-Clés :** diélectrique, résine époxy, haute tension continue, charges d'espace

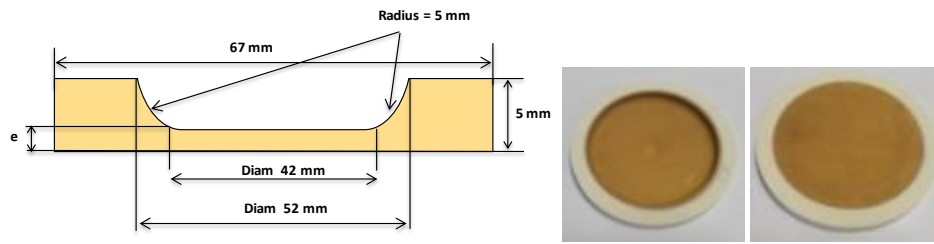
## Introduction

Actuellement, le transport de l'énergie électrique se fait principalement en courant alternatif ; toutefois dans le cas du transport sur des longues distances, l'usage du courant continu est économiquement et techniquement plus avantageux. Afin de répondre aux nouveaux besoins énergétiques, le courant continu s'impose ainsi de plus en plus dans les grands projets de liaisons haute tension. Les principaux verrous à ce développement se situent au niveau des câbles et des appareillages, qui doivent comporter des matériaux isolants possédant des propriétés adaptées. A la différence du régime alternatif, où la répartition du champ électrique est contrôlée par la permittivité, qui varie peu avec le champ et la température, la distribution du champ sous contrainte continue est principalement déterminée par la conductivité du matériau, qui dépend fortement de la température et du champ électrique. De plus, des charges électriques (charges d'espace) peuvent être injectées et piégées dans l'isolant. Ces charges constituent un facteur potentiel de vieillissement des matériaux à travers les distorsions de champ interne qu'elles provoquent, et peuvent être à l'origine d'un claquage électrique dans certains cas.

Les résines époxydes sont utilisées depuis de nombreuses années dans les disjoncteurs à isolation gazeuse des réseaux haute tension [1], où elles ont montré leur fiabilité en tant qu'isolants sous haute tension alternative. Ces matériaux présentent de bonnes propriétés mécaniques dans la gamme des utilisations des disjoncteurs (jusqu'à 105°C [1]) et possèdent des caractéristiques diélectriques appropriées et bien éprouvées. Les propriétés mécaniques et thermiques de ces résines peuvent être améliorées par l'ajout de charges minérales (alumine, silice...). Cependant, le comportement à long terme de ces isolants sous fortes contraintes continues n'est pas encore suffisamment connu et nécessite des études approfondies si l'on souhaite les utiliser pour les applications en courant continu. Dans ce travail, nous nous intéressons ainsi à l'évolution des propriétés diélectriques de ces résines suite à l'application de contraintes électrothermiques continues de courte et longue durée. Les différentes conditions de vieillissement, les mises en œuvre expérimentales réalisées ainsi que les procédures et techniques de caractérisation sont présentés, et les résultats obtenus sont analysés et discutés.

## 1. Matériau et échantillons

Le matériau étudié est une résine époxyde composée d'une matrice de Diglycidyl éther de Bisphénol A (DGEBA), d'un durcisseur anhydride et d'une charge d'alumine ( $Al_2O_3$ ). Le taux de charge est de 66% en masse. Afin de limiter les effets liés au renforcement du champ électrique aux bords des électrodes, les vieillissements électrothermiques ont été réalisés sur des éprouvettes dont le profil est celui de la Figure 1, avec une épaisseur au centre (zone « utile ») de 0,7mm. Des éprouvettes planes d'épaisseur 0,7 mm ont également été employées pour certaines mesures, telles que des caractéristiques courant-tension. Tous les échantillons utilisés dans cette étude ont été obtenus par usinage à partir de blocs de résines fabriqués pour des applications hautes tension, et munis sur chaque face d'électrodes circulaires en or de diamètre 50 mm.



**Figure 1 : Profil des échantillons utilisés pour les vieillissements et photographies des deux faces d'un échantillon pourvu d'électrodes en or**

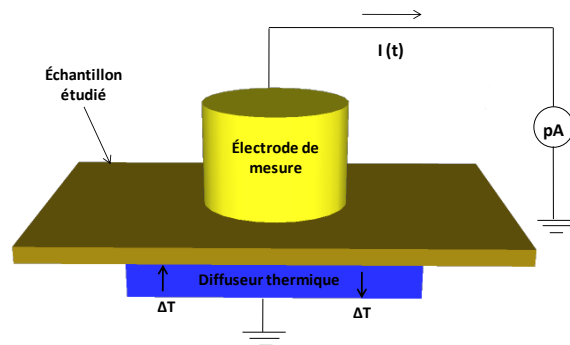
## 2. Mise en œuvre expérimentale

### 2.1 Spectroscopie diélectrique

La capacité et le facteur de pertes des échantillons étudiés ont été déterminés à température ambiante à l'aide d'un spectroscope diélectrique composé d'un analyseur d'impédance Solartron SI 1260 pourvu d'une interface diélectrique type Solartron 1296 et d'une cellule de mesure adaptée. Les mesures ont été réalisées dans une gamme de fréquences allant de 100 mHz à 1 MHz, sous une tension alternative de 2V efficace. Les mesures de spectroscopie ont été régulièrement effectuées au cours des vieillissements électrothermiques.

### 2.2 Mesures de charges d'espace

L'évolution de la charge d'espace accumulée durant le vieillissement a été suivie en utilisant la méthode de l'onde thermique (MOT)[2]. Cette technique permet de déterminer la répartition du champ électrique et de la densité des charges d'espace dans l'isolant. La MOT consiste en la mesure du courant capacitif qui apparaît dans le circuit extérieur suite à l'application d'un échelon de température sur l'une des faces de l'échantillon. La diffusion du front thermique dans l'échantillon va engendrer une contraction du matériau, qui provoque un léger déplacement des charges d'espace dans le diélectrique et une variation inhomogène de la permittivité dans l'épaisseur. Ceci crée le courant d'onde thermique, dû au rééquilibrage des charges d'influence aux électrodes de mesure. Si on connaît à chaque instant la valeur du courant expérimental et la distribution spatiale et temporelle de la température dans le matériau, on peut par traitement mathématique, remonter à la distribution du champ électrique et par la suite à la distribution volumique des charges d'espace. Les mesures d'onde thermique réalisées durant les divers vieillissements, ont été effectuées en conditions de court-circuit, avec un échelon thermique de  $-30^{\circ}\text{C}$  (Figure 2).



**Figure 2 : Schéma de principe pour la mesure de charges d'espace par la méthode de l'onde thermique**

### 2.3 Conditions de vieillissement et mise en œuvre expérimentale associée

Pour appliquer des champs électriques et des températures élevés aux échantillons pendant des durées significatives (plusieurs mois) en évitant des claquages prématurés provoqués par des effets de bord, nous avons conçu des dispositifs spécifiques. Afin de limiter les risques de claquage sans pour autant plonger les échantillons dans un liquide diélectrique, des cellules de vieillissement sous azote ont été fabriquées (Figure 3). L'utilisation d'un pont diviseur placé à l'extérieur de chaque cellule permet de disposer, dans une même cellule, de plusieurs valeurs de tension en utilisant une seule source. Ainsi, dans chaque cellule comportant 15 échantillons, trois groupes de cinq éprouvettes de même épaisseur ont été soumis chacun à un champ de vieillissement différent (4, 8 ou 12 kV/mm). Chaque cellule a été placée dans une étuve afin de la porter à la température souhaitée. La pression d'azote dans les cellules a été réglée à 1 bar et contrôlée durant toute la durée des vieillissements. L'étude a été réalisée à deux températures :  $105^{\circ}\text{C}$  et  $125^{\circ}\text{C}$ . Dans chaque cas, 15 échantillons (tel celui illustré dans la Figure 1) ont été placés sous contrainte thermo-électrique, un échantillon subissant uniquement le vieillissement thermique. La figure 3 présente la mise en œuvre expérimentale utilisée. Au cours du vieillissement, les échantillons de résine ont été enlevés périodiquement des cellules afin de déterminer leurs propriétés diélectriques (capacités, facteur de pertes, charges d'espace).



Figure 3 : Mise en œuvre des échantillons pendant le vieillissement électro-thermique

### 3. Quelques résultats

Avant le début des vieillissements, des essais à court terme ont été effectués. En particulier, des mesures de courants de conduction ont été réalisées sous des champs électriques allant jusqu'à 40 kV/mm (Figure 4). Ceci nous a permis de déterminer les mécanismes de conduction prédominants [3] et de définir des valeurs de champ de vieillissement en-dessous et au-dessus des « seuils » de non-linéarité. Nous reviendrons en détail sur ce point dans l'article final.

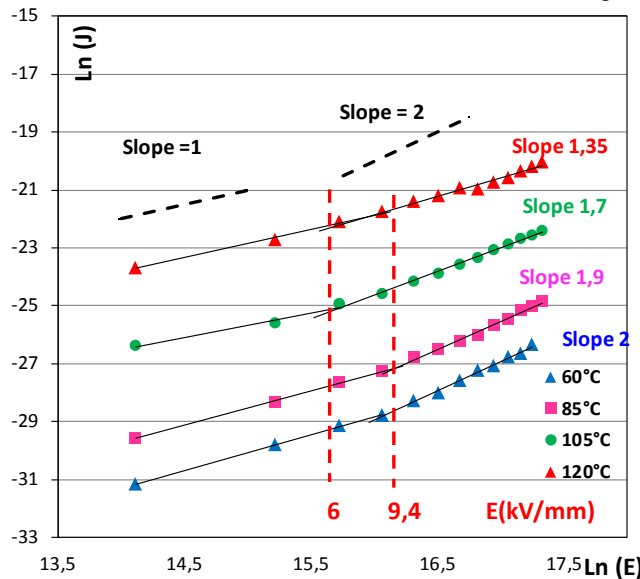
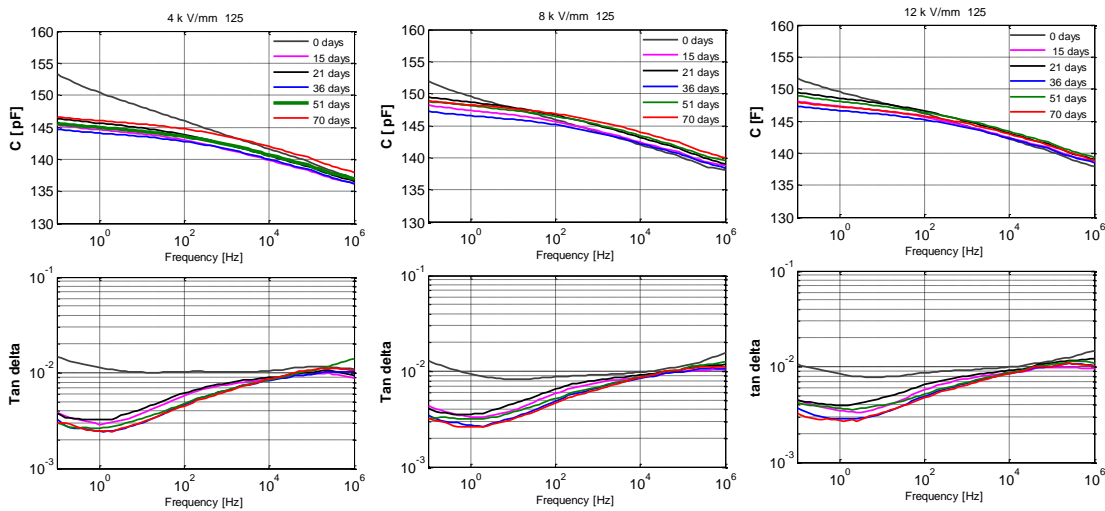


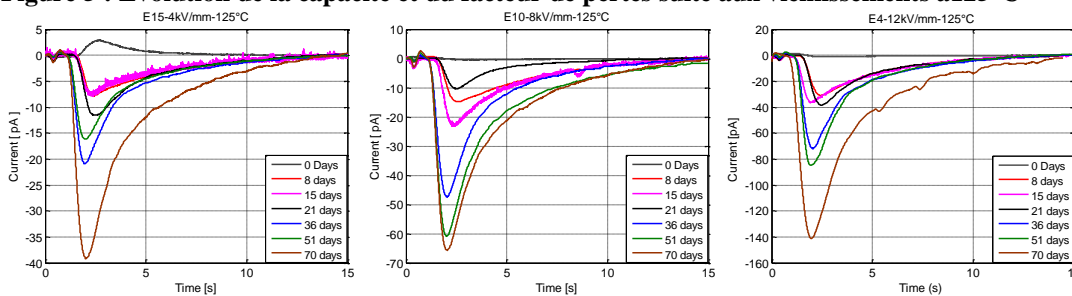
Figure 4 : Courants de conduction obtenus sur des échantillons non vieillis

Nous présentons dans la suite quelques résultats concernant l'évolution des propriétés diélectriques de la résine époxy chargée d'alumine durant le vieillissement à 125°C. La figure 5 présente ainsi l'évolution de la capacité électrique et du facteur de pertes durant 70 jours de vieillissement à 125°C. Afin d'obtenir des résultats statistiquement représentatifs, chaque courbe représente l'évolution de la valeur moyenne des capacités (et respectivement des facteurs de pertes) obtenues sur les cinq échantillons soumis au même champ de vieillissement. Une diminution significative des valeurs de capacité et du facteur de pertes a été observée en basse fréquence suite à l'application de la contrainte thermique. Nous avons attribué cette diminution à une baisse de la mobilité moléculaire de la structure, de la poursuite de réticulation et/ou à élimination d'eau dans le matériau après la mise sous contrainte, car les spectres oscillent par la suite légèrement autour de la même valeur et il n'apparaît pas une évolution significative en relation avec le champ électrique appliqué ou la durée de vieillissement. L'évolution observée semble donc être essentiellement due à un effet thermique.

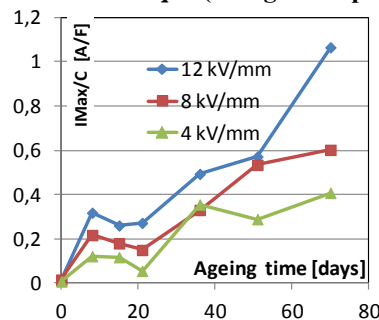
Afin de suivre l'évolution de la charge d'espace pendant le vieillissement, des mesures ont été effectuées en utilisant la méthode de l'onde thermique. La figure 6 représente quelques exemples d'évolution du courant d'onde thermique durant les différents vieillissements à 125°C. Ce signal est représentatif de la quantité de charges d'espace présente dans le matériau après application de la contrainte. Le profil des échantillons (épaisseur non constante) ne permettant pas de déterminer avec suffisamment de précision la répartition du champ électrique dans l'épaisseur, nous avons utilisé l'amplitude des courants d'onde thermique pour rendre compte de l'évolution de la charge d'espace piégée. On constate que le niveau moyen du courant augmente avec la durée et le champ de vieillissement, ce qui permet de déduire que l'accumulation de charges d'espace devient de plus en plus importante. Cette évolution est d'autant plus marquée pour les valeurs élevées du champ appliqué (8 et 12 kV/mm). Les résultats concernant le vieillissement réalisé à 105°C, dont les effets ne sont pas tout à fait identiques à ceux observés à 125°C, ainsi que les interprétations liées à l'évolution des propriétés, seront exposés dans l'article final.



**Figure 5 : Evolution de la capacité et du facteur de pertes suite aux vieillissements à 125°C**



**Figure 6 : Evolution des courants d'onde thermique (charges d'espace) suite aux vieillissements à 125°C**



**Figure 7 : Evolution des amplitudes moyennes normalisées des courants d'onde thermique avec le temps de vieillissement à 125°C**

## 4. Conclusion

Le dispositif de vieillissement mis en place a permis de réaliser des vieillissements électro-thermiques sous contraintes continues sur des échantillons de résine époxy chargée d'alumine. Le vieillissement effectué à 125°C pour 3 valeurs de champ appliqué (4, 8 et 12 kV/mm) a mis en évidence une évolution de la permittivité et du facteur de pertes attribuée essentiellement à l'effet de la température. Les résultats concernant la charge d'espace accumulée ont révélé des évolutions régulières des niveaux de charges avec la durée de vieillissement, d'autant plus marquées que le champ électrique était élevé. Une analyse approfondie des résultats obtenus aux différentes températures sera présentée dans l'article final. L'évolution des propriétés électriques de la résine sous contraintes électro-thermiques continues doit permettre, à terme, de recueillir les éléments permettant de conclure quant aux applications de ce type de matériau pour les dispositifs de puissance sous fort champ continu.

## 5. Références

- [1] Y. Kieffel, A. Girodet, K. Pohlink, S. Bouti, D. Beauguitte, "Suitability of thermoplastic polymer used as insulator for HV apparatuses", *EJEE, European Journal of Electrical Engineering*, Vol. 15, pp169 - 178, 2012.
- [2] A. Cernomorcenno, P. Notinger, "Application of the thermal step method to space charge measurements in inhomogeneous solid insulating structures: A theoretical approach," *App. Phys. Lett.*, 93, 192903, 2008.
- [3] H. Yahyaoui, P. Notinger, S. Agnel, Y. Kieffel, A. Girodet, "Analysis of Conduction Mechanisms in Alumina-Filled Epoxy Resin under dc Field and Temperature", *IEEE CEIDP 2013 Annual Report*, pp. 667-670, 2013