



**HAL**  
open science

# Phénomènes physiques induits par le champ électrique dans les diélectriques, applications et procédés

Olivier Gallot-Lavallée

► **To cite this version:**

Olivier Gallot-Lavallée. Phénomènes physiques induits par le champ électrique dans les diélectriques, applications et procédés. Energie électrique. Université Grenoble Alpes, 2018. tel-01868349

**HAL Id: tel-01868349**

**<https://hal.science/tel-01868349>**

Submitted on 5 Sep 2018

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

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

Communauté Université Grenoble Alpes



# HABILITATION A DIRIGER DES RECHERCHES

Spécialité: Electronique, Electrotechnique, Automatique et Traitement du signal (EEATS)

Présentée par :

**Olivier Gallot-Lavallée,**

Docteur en sciences de l'Université Toulouse III

Maître de Conférences à l'Université de Grenoble Alpes

Préparée au sein du **G2Elab - UMR5269**

Proposée par le comité HdR EEATS de la Communauté Université Grenoble Alpes

---

## Phénomènes physiques induits par le champ électrique dans les diélectriques, applications et procédés

---

Habilitation soutenue publiquement le 01/06/2018

En l'amphithéâtre Laurent Puech c/o Bâtiment GreEnER

Devant le jury composé de:

**Eric DAVID – Prof. à l'École de Tech. Sup. de Montréal – Dpt. GM (rapporteur)**

**Lionel FLANDIN – Prof. à L'Université Savoie Mont Blanc – LEPMI**

**Jean-Pierre HABAS – Prof. à L'Université de Montpellier – ICGM**

**David MALEC – Prof. à L'Université de Toulouse – LAPLACE (rapporteur)**

**Emanuel ODIC – Prof. à CentraleSupélec – GeePs**

**Jean-Luc REBOUD – Prof. à L'Univ. de Grenoble Alpes – G2Elab (rapporteur)**



## Table des matières

I.	Biographie .....	1
I.1.	Etat civil .....	1
I.2.	Titres universitaires .....	1
I.3.	Mobilité .....	1
I.4.	Activité d'enseignement.....	2
I.5.	Bibliométrie.....	2
I.6.	Activité d'encadrement doctoral .....	3
I.6.1.	Encadrement et co-encadrement de thèses en cours.....	3
I.6.2.	Encadrement et co-encadrement de thèses soutenues .....	4
I.6.3.	Encadrement et co-encadrement de stages de niveau Master.....	4
I.6.4.	Encadrement et co-encadrement de post-doctorats .....	5
I.7.	Rayonnement scientifique .....	5
I.7.1.	Rapporteur d'articles internationaux .....	5
I.7.2.	Auteur d'ouvrages nationaux et internationaux.....	5
I.7.3.	Organisation et participations aux journées de GDRs et Workshop .....	6
I.7.4.	Exploitation directe des travaux de recherche par une entreprise .....	6
I.7.5.	Vulgarisation scientifique, fête de la science .....	6
I.8.	Responsabilités scientifiques-administratives, relations internationales et comités.....	7
I.8.1.	Direction d'équipe.....	7
I.8.2.	Collaborations et co-encadrements internationaux.....	8
I.8.3.	Comités de congrès nationaux et société savante .....	9
I.8.4.	Responsabilités de contrats et missions en lien avec l'industrie en France.....	9
I.8.5.	Autres responsabilités, électives, scientifiques, et de formation .....	10
II.	Synthèse des principaux résultats de recherche vs champs applicatifs .....	11
II.1.	Introduction des activités de recherches: contexte, enjeux et démarche .....	11
II.2.	Modélisation de la mesure des charges d'espace par impulsion laser [19], [22], [34], [35], [56], [58].....	15
II.2.1.	Introduction .....	15
II.2.2.	Modèle.....	16
II.2.3.	Résultats .....	19
II.2.4.	Conclusions .....	25
II.3.	Moteurs électriques : procédé de détection de défauts d'isolation [18], [17], [31], [32] .....	27
II.3.1.	Introduction .....	27
II.3.2.	Aspects expérimentaux.....	27
II.3.3.	Résultats expérimentaux et discussion appliqués aux motorettes .....	30



II.3.4.	Résultats expérimentaux et discussions appliqués aux développantes.....	39
II.3.5.	Conclusions .....	49
II.3.6.	Contributions et devenir des masters.....	50
II.4.	Calorimétrie des pertes par infrarouge : Développement d'un procédé de mesure et application [5], [7], [9], [25], [27], [55], [40].....	51
II.4.1.	Introduction .....	51
II.4.2.	Dispositif calorimétrique.....	51
II.4.3.	Objets testés.....	54
II.4.4.	Résistance.....	54
II.4.5.	Convertisseur fly-back.....	54
II.4.6.	Inductance et condensateur.....	54
II.4.7.	Résultats et discussion.....	55
II.4.8.	Conclusions .....	60
II.4.9.	Contributions et devenir du doctorant .....	60
II.5.	Condensateur de puissance : étude diélectrique du polypropylène et du phénomène de dé-métallisation [13], [11], [50], [48], [54].....	61
II.5.1.	Etude des relations structure vs propriété électrique du polypropylène par spectroscopie diélectrique et diffraction des rayons X: application aux condensateurs de puissance sec [11], [50]	61
II.5.2.	Caractéristique diélectrique de deux grades de polypropylène iso-tactique bi-orienté (BOiPP) [13], [48].....	73
II.5.3.	Etude des facteurs et des mécanismes responsables de la dé-métallisation des films de polypropylène utilisés dans les condensateurs de puissance secs [54].....	82
II.5.4.	Contributions et devenir du post-doctorant .....	91
II.6.	Poste haute tension continue : génération et transport de charges électriques dans l'hexafluorure de soufre et écoulement des charges en surface d'isolants à base de résine époxy chargées à l'alumine [14], [29], [30], [41], [47], [52], [53], [49].....	93
II.6.1.	Mesures du courant "obscur" (dark current) dans le SF6 humide: influence de la rugosité de l'électrode, de l'humidité relative et de la pression [14], [29], [47], [53].....	93
II.6.2.	Ecoulement des charges en surface d'isolants à base de résine époxy chargée à l'alumine [30], [41], [49].....	104
II.6.3.	Influence de la teneur en eau, de la température et du champ sur la conduction volumique d'isolants à base de résine époxy chargée à l'alumine (Résumé) [52].....	105
II.6.4.	Contributions et devenir de la doctorante.....	105
II.7.	Matériaux diélectriques bio-sourcés : état de l'art et étude diélectrique du poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalérate) et de la polycaprolactone [24], [33], [42], [43], [45], [44], [51]	107
II.7.1.	Matériaux diélectriques bio-sourcés : état de l'art [24], [33], [43], [45].....	107

II.7.2.	Matériaux diélectriques bio-sourcés : étude diélectrique du poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate) et de la polycaprolactone (Résumé) [42], [44], [51] .....	122
II.7.3.	Contributions du doctorant .....	125
II.8.	Matériaux diélectriques conventionnels : étude diélectrique et structurale de résines époxy [10], [16], [12], [15], [26] (Résumé) .....	127
II.9.	Super capacités : études diélectriques d'électrolytes solides à base de BaTiO <sub>3</sub> dopé à l'hydrogène (Résumé) [8] .....	129
II.10.	Câbles haute tension continue : étude diélectrique d'un modèle réduit de câble à base de polyéthylène réticulé chimiquement et étude des effets conjugués du champ continu et du champ alternatif sur le développement des décharges partielles (Résumé) [39], [38] .....	131
II.10.1.	Contributions et devenir de la doctorante .....	134
III.	Synthèse de mes activités d'enseignement, de recherches et de mes responsabilités collectives	135
IV.	Mes projets de recherche .....	137
IV.1.	Projets structurants en cours: HVDC & Procédés .....	137
IV.2.	Projet à venir: Caractérisation Électrique des BIO-polymères (CÉBIO) .....	138
IV.2.1.	Enjeux sociétaux .....	138
IV.2.2.	Démarche scientifique .....	138
IV.2.3.	Transdisciplinarité .....	140
IV.2.4.	Positionnement national et international .....	141
V.	Bibliographie .....	143
V.1.	Ouvrages nationaux [1]–[3] .....	143
V.2.	Ouvrages internationaux [4] .....	143
V.3.	Brevets [5] .....	143
V.4.	Revue nationale [6], [7] .....	143
V.5.	Revue internationale [8]–[23] .....	143
V.6.	Articles nationaux [24]–[37] .....	144
V.7.	Articles internationaux [38]–[62] .....	145
V.8.	Article de vulgarisation [63] .....	147



### **Résumé:**

---

*Mes activités scientifiques sont consacrées à l'étude des phénomènes induits par le champ électrique dans les matériaux diélectriques solides, liquides et aux interfaces avec les gaz. Ces recherches sont guidées par une double préoccupation : répondre à des aspects pratiques (liés au transport, à la conversion et au stockage d'énergie électrique) et accroître le champ de la connaissance (liée à la conduction, à la polarisation, aux phénomènes de décharge, au claquage, et au vieillissement multi-physique). Je m'intéresse aussi à la réalisation de procédés basés sur les propriétés diélectriques et les phénomènes électrostatiques. Durant mes dix premières années au sein de l'équipe MDE, j'ai consacré mes efforts de recherches suivant trois axes: la caractérisation des matériaux diélectriques, l'étude des phénomènes pré-disruptifs et le développement de procédés et de techniques spécifiques. Pour cette HDR, j'ai choisi d'offrir au lecteur nos apports scientifiques détaillés et parfois résumés liés à chacune de nos actions de recherche. Elles sont déclinées et regroupées par champs applicatifs: méthodes et procédés de mesure, moteurs de traction ferroviaire, condensateur de puissance, câbles disjoncteur et limiteur supraconducteur HVDC, isolations bio-sourcées, isolations à base époxy, super condensateur. Enfin je propose au lecteur une déclinaison de mon projet de recherche dédié à l'étude diélectrique des biopolymères.*

---



*A mes collaborateurs passés et à venir...*



## I. Biographie

Maître de Conférences à l'Université Grenoble Alpes depuis 2006, responsable de l'équipe Matériaux Diélectriques et Electrostatique depuis 2015, je délivre mes enseignements au sein du département des Mesures Physiques de l'Institut Universitaire Technologique et je conduis mes recherches au sein du Laboratoire de Génie Electrique de Grenoble. Voici résumé mon curriculum vitae au travers de : mon état civil (§I.1,Table 1), mes titres universitaires (§I.2,Table 2), ma mobilité professionnelle (§I.3,Table 3,Table 4), mes activités d'enseignement (§0, Table 5), mon bilan bibliographique (§I.5,Table 6), mes activités d'encadrement doctoral (§0), mon rayonnement scientifique (§I.7), et enfin mes responsabilités scientifiques et administratives (§I.8).

### I.1.Etat civil

**Table 1: Etat civil en 2018**

Nom	Gallot-Lavallée	
Prénom	Olivier	
Date de naissance	04/11/1976	
Grade	Maître de conférences	
Classe	Normale + PEDR	
Echelon	6ième	
Section CNU	63ième	
Enseignement	Univ. Grenoble Alpes – IUT1 Dpt. MPH	
Recherche	G2Elab (UMR5269) – Equipe MDE	
Téléphone	+33.(0)4.56.52.86.92	
Page web équipe	<a href="http://www.g2elab.grenoble-inp.fr/mde/">http://www.g2elab.grenoble-inp.fr/mde/</a>	
Page web perso.	<a href="http://www.g2elab.grenoble-inp.fr/pp-212782.kjsp">http://www.g2elab.grenoble-inp.fr/pp-212782.kjsp</a>	
Adresse électronique	<a href="mailto:olivier.gallot-lavallee@g2elab.grenoble-inp.fr">olivier.gallot-lavallee@g2elab.grenoble-inp.fr</a>	
Adresse postale	c/o GreEnER, Bur. 5C24, 21 Av. des martyrs, 38031 Grenoble	

### I.2. Titres universitaires

**Table 2: Récapitulatif des titres universitaires**

Diplômes	Etablissements	Années
Baccalauréat STI Génie Electrique	Lyc. Déodat de Severac	1995
BTS GE + Certificat d'aptitude en Eclairage SFE	Lyc. Déodat de Severac	1995-1997
Math. Spé. TS	Lyc. Diderot (Paris)	1997-1998
Licence EEA	Univ. UPS	1998-1999
Maîtrise EEA option Plasmas et Matériaux	Univ. UPS	1999-2000
DEA GE option Matériaux et Matériels Electriques	Ecole ENSEEIHT/UPS	2000-2001
Doctorat en Sciences spécialité Génie Electrique	Ecole ENSEEIHT/UPS	2001-2004

### I.3.Mobilité

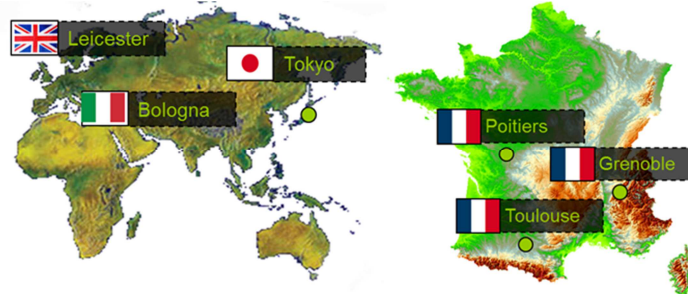
**Table 3: Récapitulatif des postes de recherche occupés**

Postes occupés	Etablissements	Villes	Années
CIFRE	LAPLACE / Schneider Electric	Toulouse / Grenoble	2001-2004
ATER	PPRIM / ESIP / Univ. de Poitiers	Poitiers	2004
ATER	LEMD / Univ. Grenoble Alpes	Grenoble	2004-2005
MCF	G2Elab / Univ. Grenoble Alpes	Grenoble	2006-2017



**Table 4: Récapitulatif des missions scientifiques effectuées à l'étranger**

Etablissements	Pays	Durée	Années
Univ. of Leicester	Angleterre	3 semaines	2003
Univ. of Bologna	Italie	2 semaines	2003
Univ. of Tokyo	Japon	1 mois	2004



#### I.4. Activité d'enseignement

Je délivre actuellement la totalité de mes enseignements au sein du département Mesures Physiques de l'IUT 1 de Grenoble (UGA). Je suis notamment responsable des modules de formations : [Electromagnétisme](#) (M2201), [Conditionnement de signaux analogiques](#) (M3301), [Electronique d'Instrumentation](#) (M3304C), et [Chaines de mesures de contrôle et d'essais](#) (M4201). Je suis également responsable des laboratoires d'expérimentations sur lesquels reposent les modules d'[Electromagnétisme](#) et de [Chaines de mesures de contrôle et d'essais](#). Je participe enfin aux différentes missions du département, telles que : le suivi de Projets Personnels et Professionnels (PPP), le tutorat de stagiaires en formation initiale et en alternance, les jurys *semestrialisés*, les réunions de département, les journées portes ouvertes et les salons de l'étudiant. Voici Table 5 un récapitulatif de mes activités d'enseignement passées et présentes.

**Table 5: Récapitulatif des activités d'enseignement**

Niveau	Type	Etablissement	Matière	Années
L3	C/TD/TP	Ecole ENSICA	Electrotechnique	2001-2004
M1	TD/TP	Ecole ENSICA	Modélisation et Commande	2001-2004
L3	TP	UPS	Electronique de puissance	2001-2004
L3	TP	UPS	Electrotechnique	2001-2004
L3	TP	UP	Capteurs et interfaçage	2005
L3	TP	UP	Acquisitions et Traitement	2005
L3	TP	UP	Automatisme	2005
L3	TP	Ecole ESIP	Electrotechnique	2005
L3	TP	UJF	Génie Electrique	2005-2006
L3	TP	UJF	Electronique de Puissance simulée	2005-2006
M1	TP	UJF	Electrotechnique	2005-2006
L1	TP	IUT MPh UJF	Physique	2005-2006
L1	C/TD/TP	IUT MPh UGA	Electronique Analogique	2006-2012
L2	C/TD/TP	IUT MPh UGA	Capteurs et Conditionneurs	2008-2018
L2	C/TD/TP	IUT MPh UGA	Electronique d'Instrumentation	2006-2018
L1	C/TD/TP	IUT MPh UGA	Electromagnétisme	2006-2018

#### I.5. Bibliométrie

Voici rapporté Table 6 le récapitulatif de mes publications. Les détails des références bibliographiques organisées par catégories sont également donnés §IV.

**Table 6: Récapitulatif des publications: type, références et nombre**

Type de publication	Références	Nombre (total=63)
Ouvrages nationaux	[1]–[3]	3
Ouvrages internationaux	[4]	1
Brevets	[5]	1
Revue nationale	[6], [7]	2
Revue internationale	[8]–[23]	16
Articles nationaux	[24]–[37]	14
Articles internationaux	[38]–[62]	25
Articles de vulgarisation	[63]	1



## I.6. Activité d'encadrement doctoral

Je co-encadre actuellement 3 thèses (33%). J'ai auparavant co-encadré 3 thèses dont une CIFRE et deux MESR (50%). J'ai également co-encadré 5 Master (43%) dans le cadre de contrats de collaboration avec Safran, Nexans, AVX, Alstom et 3 post-doctorants (37%) dans le cadre de deux Pôles de Compétitivité et une ANR. Je me suis notamment impliqué dans les montages financiers de ces différentes actions de recherche, dans la formation scientifique et expérimentale des doctorants, master et post-doctorants et dans la supervision et la valorisation de leurs travaux de recherches. Voici résumé §I.6.1, I.6.2, I.6.3 et I.6.4 l'ensemble de mes activités d'encadrement.

### I.6.1. Encadrement et co-encadrement de thèses en cours

- N. Ngouoto, “ Etude physique d'une micro décharge et développement d'un micro dispositif de protection de foudre ”, (2017-2020) (33%)
  - Co-encadrants : 33% O. Lesaint, 33% N. Bonifaci
  - Références des publications associées: [aucune publication]
- R. Chassagnoux, “ Etude des propriétés diélectriques de l'azote liquide et diphasique : application à un limiteur supra ”, (2016-2019) (33%)
  - Co-encadrants : 33% O. Lesaint, 33% N. Bonifaci
  - Références des publications associées: [aucune publication]
- P. Daniel, “ Influence des surtensions sur la rigidité diélectrique et sur le développement des cavités gazeuses dans l'isolation XLPE de câbles HVDC ”, (2015-2018) (40%)
  - Co-encadrant : 60% P. Rain
  - Références des publications associées: [39], [38]

### **I.6.2. Encadrement et co-encadrement de thèses soutenues**

- V. J. Hegde, “ Etude diélectrique des matériaux polymères bio-sourcés ”, (2013-2017) (45%)
  - Co-encadrants : 45% L. Heux, 10% P. Rain
  - Références des publications associées: [24], [42], [43], [45], [44]
- L. Zavattoni, “ Conduction phenomena through gas and insulating solids in HVDC Gas Insulated Substations, and consequences on electric field distribution ”, (2011-2014) (50%)
  - Co-encadrant : 50% O. Lesaint
  - Références des publications associées: [14], [29], [41], [47], [52], [53], [49]
  - Devenir : Ingénieure de recherche chez General Electric
- E. Obame, “ Développement d’un dispositif de calorimétrie par rayonnement thermique: application à la mesure des pertes dans les composants électriques ”, (2007-2010) (50%)
  - Co-encadrant : 50% F. Aitken
  - Références des publications associées: [5], [7], [9], [18], [25], [27], [32], [55]
  - Devenir : Maître de Conférences à l’Université de Masuku (Gabon)

### **I.6.3. Encadrement et co-encadrement de stages de niveau Master**

- M. Lemonier, “ Etude du claquage d'un gaz isolant dans une configuration pointe-plan : application aux distances sub-micrométriques et micrométriques ” (2016) (40%).
  - Co-encadrants : 40% O. Lesaint, 20% N. Bonifaci
  - Références des publications associées: [confidentialité Safran]
- R. Steyaert, “ Stabilité au courant continu des câbles basse tension recouverts d’isolant réticulé type HFFR (Halogen Free Flame Retardant) ” (2012) (50%).
  - Co-encadrants : 50% P. Rain
  - Références des publications associées: [confidentialité Nexans]
- T. Le, “ Etude de la conduction électrique et de l'emballage thermique de matériaux diélectriques organiques ” (2011) (25%).
  - Co-encadrants : 25% O. Lesaint, 25% P. Rain, 25% JN. Foulc
  - Références des publications associées: [confidentialité AVX]
- T. Tran, “ Détection et identification de défauts situés dans les développantes des moteurs de traction ferroviaire ” (2008) (50%).
  - Co-encadrants : 50% P. Rain
  - Références des publications associées: [17], [32]
- E. Obame, “ Développement de méthodes d’évaluation de la qualité des isolations électriques neuves et vieilles des moteurs de traction ferroviaire ” (2007) (50%).

- Co-encadrants : 50% P. Rain
- Références des publications associées: [18], [31]

#### **I.6.4. Encadrement et co-encadrement de post-doctorats**

- A. Kahouli, “ Etude physique et électrochimique de films de polypropylène métallisés: application aux condensateurs haute tension ”, (2011-2012) (33%)
  - Co-encadrants : 33% O. Lesaint, 33% P. Rain
  - Références des publications associées: [13], [11], [50], [48]
  - Devenir : Chercheur associé au Laboratoire Matériaux Organisation et Propriétés (LMOP), Université de Tunis El Manar, Tunis, Tunisie
- S. Yao, “ Synthèse des structures hybrides nanotubes de carbone/graphène et leurs applications dans les batteries lithium-ion et dans les composites multifonctionnels ”, (2011-2012) (30%)
  - Co-encadrants : 70% A. Sylvestre
  - Références des publications associées: [aucune publication]
  - Devenir : Chercheuse contractuelle au Laboratoire de Chimie des Polymères Organiques (LCPO), Université de Bordeaux
- F. Elkamel, “ Etude de l’écoulement des charge dans des composites à base de NTC en application à l’aérospatiale ”, (2008-2009) (50%)
  - Co-encadrants : 50% A. Sylvestre
  - Références des publications associées: [aucune publication]
  - Devenir : Maître de Conférences à la Faculté des Sciences de Gabès, Gabès, Tunisie

### **I.7. Rayonnement scientifique**

#### **I.7.1. Rapporteur d’articles internationaux**

- Revues internationales (3/ans)
  - Institut of Physics (J. Phys. D Applied Physics, New Journal of Physics)
  - Elsevier (Composites Sci. and Tech., Journal of Electrostatics, Polymer).
  - Wiley (Journal of Applied Polymer Science).
  - IEEE (Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation).

#### **I.7.2. Auteur d’ouvrages nationaux et internationaux**

- Références des publications associées: [2], [1], [3], [4]
  - N. Felici and O. Gallot-Lavallée, “ Physique de l’isolation électrique ”. Lille: TheBookEditions, 2013.
  - O. Gallot-Lavallée, “ Matériaux diélectriques et électrostatique ”. Lavoisier, 2013.
  - O. Gallot-Lavallée, “ Etude d’une résine époxy en application à l’isolation moyenne tension: analyse de la charge d’espace, de l’électroluminescence, du courant, et de la photoluminescence comme marqueurs du vieillissement

électrique ”, EUE. Toulouse, 2004.

- O. Gallot-Lavallée, “ Dielectric Materials and Electrostatics ”. Hoboken, NJ USA: Editions Wiley-ISTE, 2013.

### **I.7.3. Organisation et participations aux journées de GDRs et Workshop**

- GDRs:
  - Participation à la journée “ Phénomènes diélectriques aux interfaces ”, Nantes, (2018)
  - Participation à la journée “ Nouveaux Matériaux Diélectriques et Procédés Innovants ”, Montpellier, (2017)
  - Participation à la journée “ Matériaux diélectriques : mise au point, caractérisation, aspects multi-échelle et utilisation en conditions extrêmes ”, Toulouse, (2017)
  - Co-organisation des “ Journées diélectriques haute température ”, Grenoble, (2014)
  - Participation à la journée “ Synergie des contraintes et durabilité des isolants organiques ”, Paris, (2007)
  - Participation à la journée “ Matériaux diélectriques ”, Reims, (2006)
- Workshop:
  - Co-organisation du Workshop “ Void to Tree Transition Scenarios ”, Autrans, (2008)
  - Participation au Workshop “ Ageing of Dielectrics ”, Autrans, (2004)

### **I.7.4. Exploitation directe des travaux de recherche par une entreprise**

- Dispositif calorimétrique (Brevet FR N°1055474 2010-07-13, Co-inventé par O. Gallot-Lavallée) exploité par une start-up (SIREPE) pour l'évaluation de l'efficacité énergétique d'un convertisseur AC/DC (2014-2017)
- Dispositif calorimétrique (Brevet FR N°1055474 2010-07-13, Co-inventé par O. Gallot-Lavallée) exploité par Schneider-Electric pour l'évaluation de l'efficacité énergétique d'un capteur de courant en Fe-Si et la validation d'un modèle numérique de pertes (2015-2017)
- Données de propriétés diélectriques de résines époxy exploitées par Siemens (Berlin) pour le développement de PEM-HVDC (2014)
- Données de propriétés diélectriques de grade de polypropylène exploitées par Bolloré (Quimper) pour être publiées dans les données constructeur (2012)

### **I.7.5. Vulgarisation scientifique, fête de la science**

- Animation d'expériences d'électrostatique à la fête de la science
- Journées portes ouvertes de l'IUT1 de Grenoble
- Forum des 50 ans de l'IUT1 de Grenoble (2016)

## I.8. Responsabilités scientifiques-administratives, relations internationales et comités

### I.8.1. Direction d'équipe

- Depuis 2015 : Responsable de l'équipe Matériaux Diélectriques et Electrostatique du G2Elab
    - Effectif : 9 Chercheurs et Enseignant-Chercheurs, 2 Ingénieurs d'études, 3 Assistants ingénieur, 12 Doctorants et 1 Post-Doctorant
    - Axes de recherches :
      - Caractérisation des matériaux diélectriques
      - Etudes des phénomènes pré-disruptifs
      - Développement de procédés et de techniques spécifiques
- "Notre équipe se consacre à l'étude des phénomènes induits par le champ électrique dans les matériaux diélectriques solides, liquides et aux interfaces avec les gaz. Nos recherches sont guidées par une double préoccupation : répondre à des aspects pratiques (liés au transport, à la conversion et au stockage d'énergie électrique) et accroître le champ de la connaissance (liée à la conduction, à la polarisation, aux phénomènes de décharge, au claquage, et au vieillissement multi-physique). L'équipe s'intéresse aussi à la réalisation de procédés basés sur les propriétés diélectriques et les phénomènes électrostatiques"
- Missions :
    - Participation aux choix stratégiques de la direction (RRE, CS, CDL)
    - Relais administratifs et logistiques de la direction
    - Accueil, formation et coordination des doctorants
    - Planification des interventions techniques avec les personnels BIATSS/ITA
    - Planification des investissements
    - Relations extérieures : avec la presse, les pouvoirs publics et les tutelles
    - Animation de la prospective scientifique de l'équipe
  - Réalisations :
    - Voici représentées Figure 1 quelques une de mes réalisations...

*Web, visite ministérielle, plateforme, formation...*



**Figure 1: Exemples de réalisations: refonte du site web; relations extérieures avec la presse et les tutelles; construction de la maquette d'une offre de formation professionnelle CNRS; valorisation des moyens expérimentaux; réalisation d'un court métrage sur les activités de l'équipe**

### **I.8.2. Collaborations et co-encadrements internationaux**

- Publications communes avec académies étrangères (=8)
  - Sujet : “ Etude diélectrique d'électrolytes solides pour super capacités ” (depuis 2013)
    - Partenaires :
      - LaPhyMNE, University of Gabès, Tunisia
      - Research & Technology Center of Energy, Thermal Processes Laboratory, Hammam, Tunisia
      - National Institute for Laser, Plasma & Radiation Physics, Magurele, Bucharest, Romania
      - National Institute of Scientific Research, Varennes, Canada
    - Références des publications associées: [8]
  - Sujet : “ Etude des propriétés diélectriques de résines de synthèse ” (depuis 2013)
    - Partenaires :
      - Unity of Physics of Insulating and Semi-Insulating Materials, Faculty of Sciences of Sfax, Tunisia
      - Université du Quebec, CRML, Trois-Rivières, Canada
      - SATIE, ENS, Cachan, France
      - CNAM, Paris, France
      - LCSN, Limoges, France
    - Références des publications associées: [16], [12], [15], [26]
  - Sujet : “ Développement et exploitation d'un dispositif calorimétrique IR ” (depuis 2013)
    - Partenaires :
      - Ecole polytechnique de Masuku, Franceville, Gabon
      - Schneider Electric, Grenoble, France
      - SIREPE, Grenoble, France
    - Références des publications associées: [7], [9], [27]
- Co-encadrement d'une thèse France/Allemagne: Laetitia Zavattoni (2014)
- Montage d'une ANR Internationale portée par Claire Jean-Mistral, “MAterials design for Dielectric elastomeR trAnsducerS (MADRAS) ” Singapour (2016)
- Participation à l'ANR Chine portée par JinBo Bai, “Synthèse des structures hybrides nanotubes de carbone/graphène et leurs applications dans les batteries lithium-ion et dans les composites multifonctionnels” (2011-2012)

- Accueils de chercheurs étrangers en tant que *professeurs invités*

### **I.8.3. Comités de congrès nationaux et société savante**

- Membre du comité scientifique de la Rencontre Francophone sur les Matériaux Isolants (RFMI) (depuis 2016)
- Chairman et rapporteur d'articles dans le cadre du Symposium de Génie Electrique (SGE) (2016)
- Membre du club Eco-Conception en Génie Electrique de la SEE (depuis 2009)
- Membre du comité scientifique et rapporteur d'article de la conférence des Jeunes Chercheurs en Génie Electrique (JCGE) (2008-2013)
- Co-organisation du colloque sur l'enseignement des technologies et des sciences de l'information et des systèmes (CETSIS) Grenoble (2010)
- Co-organisation de la 5<sup>ème</sup> conférence bi-annuelle de la Société Française d'Electrostatique (SFE) Grenoble (2006)

### **I.8.4. Responsabilités de contrats et missions en lien avec l'industrie en France**

- Responsable de 3 contrats de collaborations industrielles:
  - Bolloré vs Schneider-Electric vs G2Elab (2007-2014)
    - Ce programme était conduit sous l'égide du pôle de compétitivité TENERRDIS. Il associait 3 partenaires: Bolloré, Schneider-Electric et le G2Elab. Il impliquait un doctorant et un post doctorant. En tant que correspondant pour la partie G2Elab, j'ai participé au montage financier (budget total 5 592kEUR dont 237kEUR pour le G2Elab), aux comités de suivi (3/ans en présence des représentants du ministère, de la région et du département), à la gestion des livrables, au suivi administratif, à la restitution plénière auprès des partenaires du consortium et à la production scientifique [13], [11], [50], [48].
  - Siemens vs G2Elab (2011-2014)
    - Ce projet était conduit sous l'égide de l'ANRT. Il associait 2 partenaires: Siemens et le G2Elab. Il impliquait une doctorante et une post doctorante. En tant que correspondant pour la partie G2Elab, j'ai participé au montage du contrat d'accompagnement (90kEUR pour le G2Elab), à la gestion des livrables, au suivi administratif, et à la production scientifique [14], [29], [41], [47], [52], [53], [49].
  - Safran vs CEA vs G2Elab (2016)
    - Ce projet associait 3 partenaires: Safran, le CEA et le G2Elab. Il impliquait une master 2. En tant que correspondant pour la partie G2Elab, j'ai participé au montage du contrat d'accompagnement (15kEUR pour le G2Elab), à la gestion des livrables, au plan de prévention et au suivi administratif.
- Chargé de mission par l'Université Grenoble Alpes auprès de l'Institut des Energies Dé-carbonées IED Super Grid (depuis 2015)
  - Je suis chargé de mission auprès de la SAS "Supergrid Institute" par



Lise Dumasy (alors présidente de l'UGA) pour y effectuer une partie de mon temps de travail. En contrepartie, la créance de l'UGA est convertie en prises de parts sociales dans Supergrid Institute. Ce projet associe 2 partenaires: Supergrid Institut et le G2Elab et il implique une doctorante sous l'égide de l'ANRT. En tant que co-correspondant pour la partie G2Elab, j'ai pris en charge la négociation des investissements (40kEUR), participé au suivi administratif et à la production scientifique [39], [38].

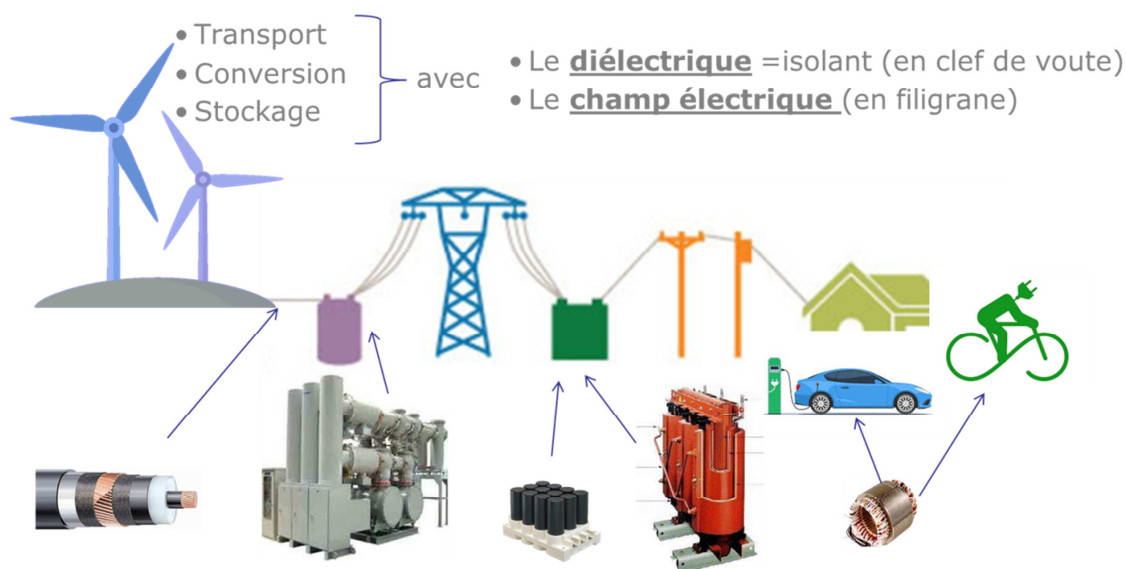
#### **I.8.5. Autres responsabilités, électives, scientifiques, et de formation**

- Elu représentant Enseignants-Chercheurs au CDL du G2Elab (2014-2015)
- Responsable de 3 modules de formation et des laboratoires pédagogiques associés : Electromagnétisme, Capteurs et Electronique (depuis 2007)
- Organisateur des séminaires d'équipe MDE (depuis 2006)
- Elu représentant Doctorants au CDL du LGET, Toulouse (2001-2004)

## II. Synthèse des principaux résultats de recherche vs champs applicatifs

### II.1. Introduction des activités de recherches: contexte, enjeux et démarche

Constituée de 9 chercheurs et enseignants-chercheurs et d'une dizaine de doctorants, mon équipe se consacre à l'étude des phénomènes induits par le champ électrique dans les matériaux diélectriques solides, liquides et aux interfaces avec les gaz. Nos recherches sont guidées par une double préoccupation : répondre à des aspects pratiques (liés au transport, à la conversion et au stockage d'énergie électrique) et accroître le champ de la connaissance (liée à la conduction, à la polarisation, aux phénomènes de décharge, au claquage, et au vieillissement multi-physique) (Figure 2). L'équipe s'intéresse aussi à la réalisation de procédés basés sur les propriétés diélectriques et les phénomènes électrostatiques.



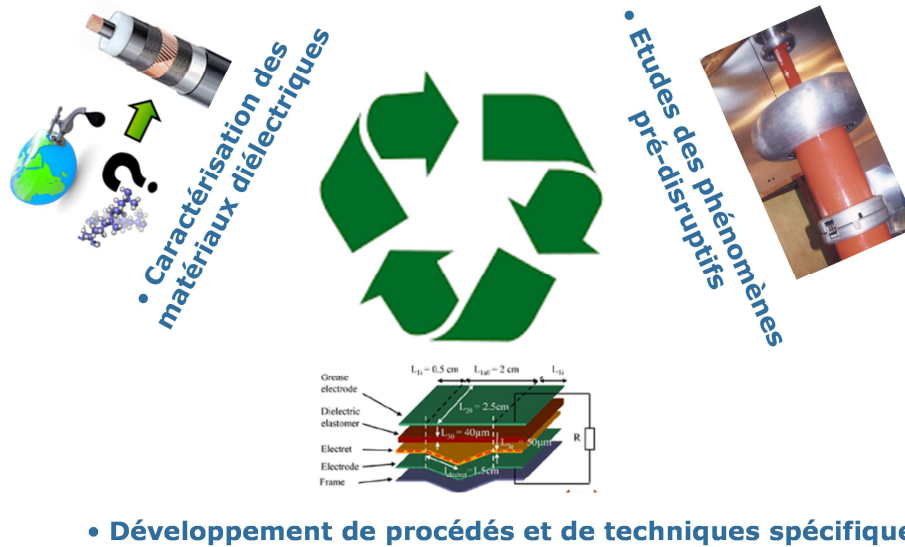
**Figure 2: Dans un contexte de transport de la conversion et du stockage d'énergie électrique, le diélectrique est la clef de voute et le champ électrique la contrainte en filigrane. Cette chaîne d'énergie est matérialisée par des organes sur lesquelles j'ai particulièrement travaillé: on y retrouve: les câbles, postes HVDC, Condensateurs, Transformateurs et Moteurs**

Les principaux enjeux identifiés sont :

- Prévenir la rupture diélectrique
- Adapter les propriétés diélectriques aux contraintes spécifiques
- Et accompagner la transition écologique par la meilleure connaissance des diélectriques verts et le développement de solutions HVDC (eg. limiteur supra)

Durant mes dix premières années au sein de l'équipe MDE, j'ai consacré mes efforts de recherches suivant trois axes (Figure 3):

- La caractérisation des matériaux diélectriques
- L'étude des phénomènes pré-disruptifs
- Et le développement de procédés et de techniques spécifiques.



**Figure 3: Nos recherches sont structurées suivant 3 axes : caractérisation des matériaux diélectriques, étude de phénomènes pré disruptifs, développement de procédés et de techniques spécifiques**

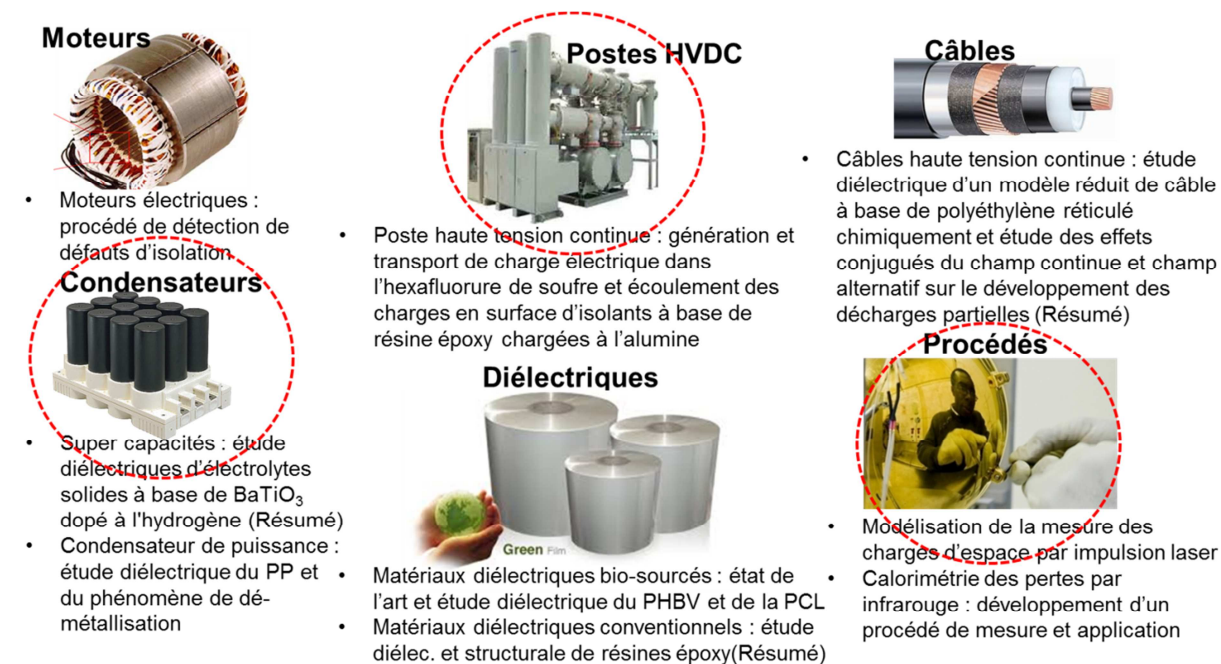
En filigrane de ces actions de recherches, mes objectifs intermédiaires consistaient à :

- Approfondir et à développer les moyens techniques de l'équipe,
- Adapter et élargir mon champ de connaissance à celui de l'équipe en incluant les phénomènes aux interfaces solides gaz liquides et l'électrostatique,
- Etablir des liens de collaboration avec l'ensemble des forces de l'équipe tant dans la complémentarité que dans le renforcement,
- Et m'ouvrir à un plus large spectre d'application allant du transport au stockage de l'énergie en passant par l'avènement de matériaux éco-conçus.

C'est ainsi que: j'ai pu développer avec Jean-Luc Reboud l'utilisation de la simulation multi-physique dans le domaine des matériaux diélectriques composites au travers de la modélisation par éléments finis d'une méthode de mesure de charges d'espace à impulsion laser (présenté §II.2) ; j'ai proposé avec Pascal Rain une méthode de détection d'isolation de défauts dans les machines électriques (présenté §II.3), j'ai conçu et breveté avec Frederic Aitken un système calorimétrique pour mesurer les pertes dans les composants de puissance par rayonnement thermique (présenté §II.4); j'ai produit un ouvrage de synthèse sur les matériaux diélectriques et l'électrostatique avec le soutien de Noël Félici, Jean César Filippini et Pierre Atten [2], [1], [4] et un traité des techniques de l'ingénieur sur la spectroscopie diélectrique avec Patrice Gonon [6]; j'ai décrit avec Olivier Lesaint les phénomènes de dé-métallisation qui touchent les condensateurs de puissance sec à base de polypropylène (présenté §II.5); j'ai établi les relations structure et propriétés diélectriques de ces mêmes films de polypropylènes; j'ai étudié avec Olivier Lesaint puis avec Rachelle Hanna, l'écoulement des charges de surface dans les gaz et à la surface des isolateurs impliqués dans les postes sous enveloppe métallique HVDC sous SF6 (présenté §I.1); j'ai étudié avec Laurent Heux les propriétés diélectriques et structurales des bio-polymères (présenté §I.1); j'ai caractérisé avec Hajer Guermazi des dépendances entre propriétés structurales et diélectriques de résine époxy suivant deux natures de durcisseurs (présenté §I.1); j'ai réactivé une étude avec Fadhel Elkamel portant sur l'élaboration et la caractérisation d'électrolytes solides à base de BaTiO<sub>3</sub> dopé à l'hydrogène destinées aux super-capacités (présenté §I.1); actuellement;

j'étudie avec Pascal Rain l'évolution des propriétés diélectriques et de cavités dans des câbles soumis au HVDC et aux harmoniques qui lui sont inhérentes (présenté §II.10) et je travaille avec Nelly Bonifaci et Olivier Lesaint d'une part sur l'isolation de l'azote liquide en application à la limitation supraconductrice en HVDC et, d'autre part, sur l'étude de micro-décharges en application à la protection d'électronique embarquée dans les avions contre les chocs de foudre.

Pour ce mémoire j'ai choisi d'offrir au lecteur nos apports scientifiques détaillés et parfois résumés liés à chacune de ces actions de recherches (Figure 4). Les voici déclinés et regroupés dans les paragraphes suivants par ordre chronologique et classés par champs applicatifs: méthode de mesure de charge d'espace, moteurs de traction ferroviaire, procédé de mesure de l'efficacité énergétique, condensateurs de puissance, disjoncteur HVDC, matériaux bio-sourcés, isolation à base époxy, super condensateur pour la micro-électronique et câbles HVDC...



**Figure 4: Cartographie des sujets de recherche que j'ai pu couvrir ces dix dernières années, donnant lieu à des résultats détaillés dans ce mémoire d'HDR et par ailleurs publiés. Les trois sujets cerclés de rouge sont représentatifs de mes travaux de recherche de par leurs applications et la démarche adoptée. L'aspect bio matériaux fait la transition entre mes activités passées et mes projets de recherche à venir**



## II.2. Modélisation de la mesure des charges d'espace par impulsion laser [19], [22], [34], [35], [56], [58]

### II.2.1. Introduction

Nous avons mis en œuvre un modèle numérique nous permettant de simuler la mesure de charge d'espace par propagation d'onde de pression sur des polymères composites. En pratique, nous avons comparé notre simulation avec des mesures obtenues à partir d'une méthode basée sur le déplacement relatif: la méthode de l'onde de pression induite par laser (LIPP Figure 5). Cette méthode est dite à déplacement relatif car elle consiste à forcer le déplacement de charges par rapport aux électrodes créant par totale influence un transitoire de charge aux bornes du matériau (Figure 6). En pratique, c'est l'absorption de l'énergie lumineuse par une couche (par exemple de l'encre de chine) déposée en surface du matériau qui provoque une brutale élévation de température et donc une dilatation de cette couche créant de part et d'autre une onde de pression. Le claquement que l'on peut entendre est l'une des conséquences de ce phénomène, l'autre étant la création d'une onde de pression longitudinale se propageant vers l'arrière de la cible. Dans certaines conditions, notamment lorsque l'énergie du laser est suffisamment grande, l'échauffement de la cible est tel qu'une partie de celle-ci se vaporise, l'éjection de matière associée induit par réaction une compression supplémentaire.

Dans cette étude, nous décrivons le modèle physique et géométrique choisi pour représenter cette technique de mesure, puis nous détaillons les méthodes de résolution numérique qui ont été mises en œuvre. Trois principales expériences sont ensuite déclinées. Nous testons une nouvelle méthode de synthèse du profil de charge d'espace assistée par la simulation. Nous confrontons expérience et simulation sur la base d'un échantillon d'époxy soumis à un cycle de contrainte électrique. Enfin, nous simulons l'influence d'une structure hétérogène (époxy - particules de  $\text{SiO}_2$ ) sur une telle mesure.

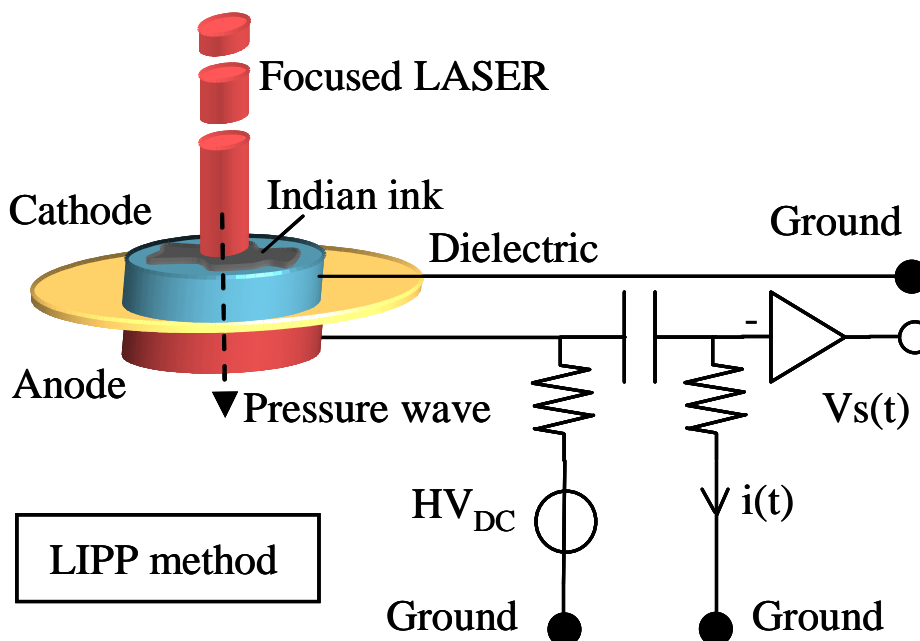


Figure 5: Diagramme fonctionnel de la LIPP. Le LASER provoque une dilatation brutale de la cible d'encre de chine provoquant à son tour une onde de pression normale à l'électrode supérieure. L'onde se propage au travers du diélectrique pris en sandwich par les électrodes. Le déplacement local des charges d'espace entraîne par influence

totale une fluctuation de charge d'influence. Le courant de conduction représentatif d'une distribution de charge d'espace est alors enregistré via un amplificateur inverseur haute fréquence

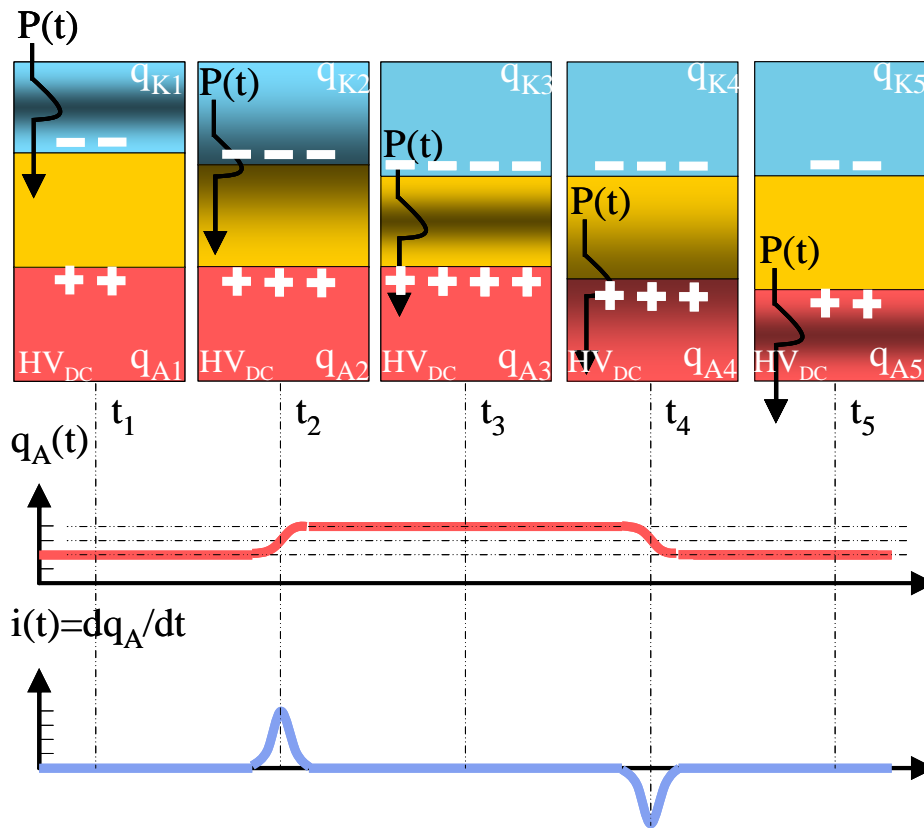


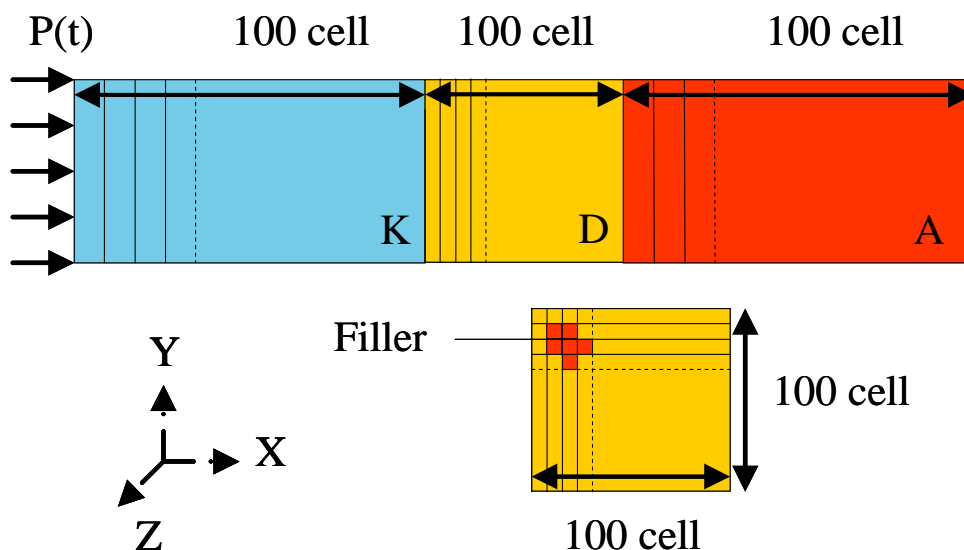
Figure 6: Diagramme simplifié de la mesure de charge d'espace basée sur le déplacement relatif. En haut de cette figure nous représentons le diélectrique pris en sandwich entre une cathode (K) et une anode (A) aux quatre instants caractéristiques de la propagation de l'onde de pression. En dessous nous représentons la charge d'influence de l'anode en fonction du temps ainsi que sa dérivée: le courant de conduction. L'analyse de ce courant permet de reconstituer une distribution de charge. Par souci de simplification, nous avons supposé une permittivité constante, une absence de dispersion et d'atténuation ainsi qu'une parfaite adaptation d'impédance acoustique

## II.2.2. Modèle

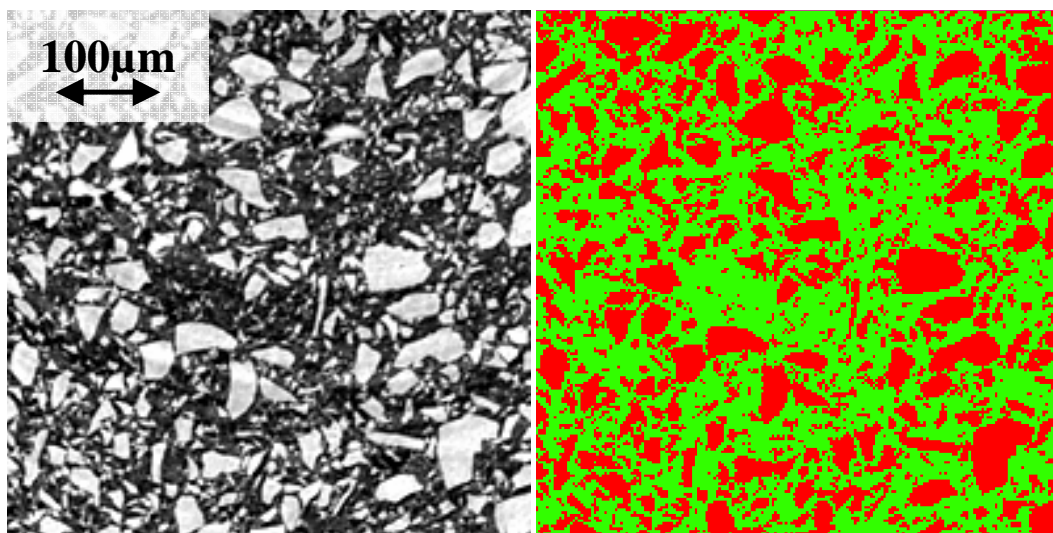
### a. Géométrie

Les simulations sont réalisées sur la base d'un modèle géométrique bidimensionnel (Figure 7). Le modèle est cependant pourvu d'une dimension supplémentaire suivant l'axe Z, notamment utilisée lors du calcul de densité surfacique de charge. L'onde de pression est directement appliquée en entrée de la cathode. Le substrat absorbant le faisceau LAZER n'est donc pas modélisé. L'onde se propage suivant l'axe X et traverse successivement la cathode (K), le diélectrique (D) et enfin l'anode (A). Le maillage est régulier au sein des trois systèmes A, D et K et ne comporte qu'une cellule suivant l'axe Y. Dans le cas du diélectrique composite, le découpage en cellules régulières a lieu dans les deux directions X et Y. Chaque cellule est alors individuellement assimilée à un diélectrique ou à une particule à partir de la tomographie du composite effectuée par diffraction de rayon X (Figure 8).





**Figure 7: Modèle bidimensionnel utilisé pour la simulation. L'onde de pression se propage suivant l'axe X de K à A. Le maillage est régulier. Dans le cas du composite un maillage spécial est réalisé. Le plan de sortie est bloqué suivant X Y et les plans latéraux sont bloqués suivant Y**



**Figure 8: A gauche voici l'imagerie X du cœur d'un échantillon d'époxy chargé en silice (60% en poids). A droite voici le modèle discret de cet objet. Les zones foncées sont assimilées à de la silice. Chaque pixel correspond à une maille élémentaire**

### b. Physique

L'onde de pression d'entrée est uniforme suivant l'axe Y transversal à la propagation de l'onde. Les conditions aux limites sont telles que : les arêtes latérales sont bloquées suivant Y; l'arête de sortie est bloquée suivant X et Y. Les propriétés viscoélastiques classiques sont affectées au diélectrique, aux électrodes et aux particules de manière isotrope. On considère que le dispositif reproduit un système en influence totale. Les forces coulombiennes, la variation de permittivité électrique et les phénomènes thermiques sont négligés. Les principaux paramètres physiques du modèle de simulation sont rappelés (Table 7).



**Table 7: Modèle physique**

Physics	Parameters
Coulomb strength	No
Configuration	Planar (total influence)
Relative permittivity	3.5 (constant)
Young modulus	7x10 <sup>9</sup> MPa (dielectric) 75x10 <sup>9</sup> MPa (electrodes) 95x10 <sup>9</sup> MPa (particles)
Density	1200 kg/m <sup>3</sup> (dielectric) 2300 kg/m <sup>3</sup> (electrodes) 2650 kg/m <sup>3</sup> (particles)
Dampening	$\alpha=f(\text{rigidity})=0.5 \times 10^{-9}$ (dielectric) $\beta=f(\text{mass})=0.5 \times 10^6$ (dielectric)
Poisson coefficient	0.3 (dielectric) 0.27 (electrodes) 0.25 (particles)
Deepness	10 mm (H)
Isotropic	Yes
Wave shape	Gaussian
Wave amplitude	0-30 MPa (incidence versus X)
Wave passage time	10 ns (1/2 amplitude)
Wave pressure	Uniform (incidence versus Y)
Liberty degrees	Exit plan: X=0 or P=0 / Y=0 Lateral plan: Y=0
Thermal Dilatation	No

### c. Numérique

Le calcul de courant est effectué d'après l'équation de "Maxwell Ampere" simplifiée au cas étudié c'est-à-dire que l'induction magnétique B est négligée. En somme, l'équation des densités de courant est régie par la relation suivante (1) où les caractères gras symbolisent des vecteurs.

$$\mathbf{J} = -\partial \mathbf{D} / \partial t \quad (1)$$

La simulation nous permettant d'obtenir directement la distribution de potentiel électrique du système au cours de la propagation de l'onde de pression, nous exploitons (1) en faisant apparaître dans (2) le champ et le courant électrique ainsi que le gain G de transformation du courant en tension à la sortie de l'ampli inverseur. Le calcul est effectué à la frontière entre le diélectrique et l'anode sur la surface de contact S.

$$\mathbf{D} = \epsilon_0 \epsilon_r \mathbf{E} \quad (2)$$

$$\Rightarrow V_s(t) = -\epsilon_0 \epsilon_r G \int_S [\partial(\mathbf{E}) / \partial t] ds$$

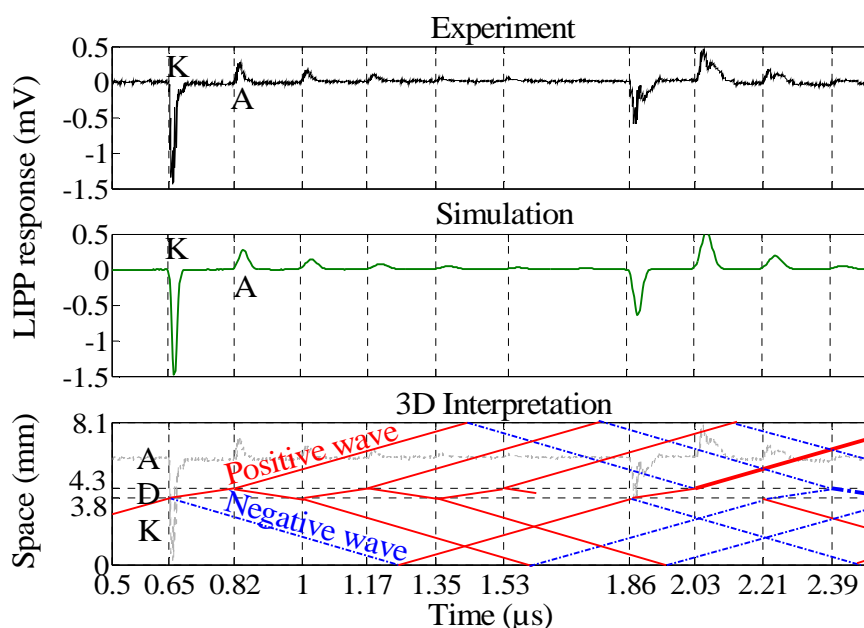
Le calcul numérique (3) est donc basé sur la discrétisation de (2), où H représente l'épaisseur du système suivant Z permettant de calculer la surface de contact et l la longueur suivant Y d'une cellule élémentaire. Le calcul est effectué sur chaque cellule d'indice i située à la frontière de l'interface isolant - anode.

$$V_s(t) = -\epsilon_0 \epsilon_r G l H \sum_i [\mathbf{E}_i(t) - \mathbf{E}_i(t-1) / \Delta t] \quad (3)$$

## II.2.3. Résultats

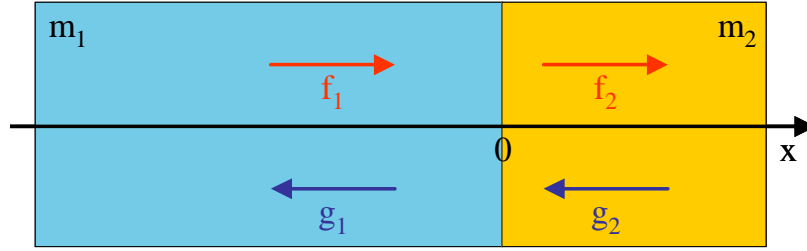
### a. Modélisation des réflexions

Nous présentons (Figure 9) (haut) la réponse électrique enregistrée sur un échantillon d'époxy de 0.5mm d'épaisseur moulé entre deux électrodes de 3.8mm d'aluminium. Le premier pic observé correspond au passage de l'onde de pression de K à D et le deuxième correspond au passage de l'onde de pression de D à A. Plus loin on peut identifier une réplique de ces deux pics avec cependant un rapport d'amplitude bien différent, nous y reviendrons plus tard. Les différents pics observés sont issus d'ondes de pressions secondaires.



**Figure 9:** Dans la figure du haut nous avons reproduit la réponse électrique enregistrée avec la LIPP sur un échantillon de 0,5mm d'épaisseur pris en sandwich entre deux électrodes de 3,8mm d'épaisseur et polarisé à 1kV. La simulation de cette mesure est reproduite dans la figure centrale. Enfin, en bas de figure, nous proposons une représentation  $f(\text{temps, profondeur, pression})$  du cheminement de l'onde principale et des ondes secondaires. L'impédance acoustique de D est  $Z_d=2,9 \times 10^6 \text{ kg/m}^2 \cdot \text{s}$ , A et K  $Z_e=15 \times 10^6 \text{ kg/m}^2 \cdot \text{s}$  et le vide environnant  $Z_v=0$

En effet, à chaque passage d'un milieu à l'autre, l'onde de pression donne naissance à une composante de réflexion et de transmission, conformément aux relations (4) qui régissent le rapport d'amplitude de réflexion  $r_{1/2}$  et de transmission  $t_{12}$  lors du passage d'un milieu 1 à un milieu 2 (Figure 10).



**Figure 10: Représentation de deux milieux acoustiques de masse  $m_1$  et  $m_2$  et des différentes ondes de pression à prendre en compte. Les ondes directes sont représentées par  $f_1$  et  $f_2$  et les ondes rétrogrades par  $g_1$  et  $g_2$**

$$\begin{pmatrix} f_2 \\ g_1 \end{pmatrix} = \frac{1}{Z_1 + Z_2} \begin{pmatrix} Z_1 - Z_2 & 2.Z_2 \\ 2.Z_1 & Z_2 - Z_1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} g_2 \\ f_1 \end{pmatrix} \quad (4)$$

Où l'impédance acoustique  $Z = \rho v$  avec  $\rho$  la masse volumique et  $v$  la vitesse du son

$$t_{12} = \frac{2.Z_2}{Z_1 + Z_2} : \text{coefficient de transmission de } m_1 \text{ vers } m_2$$

$$r_{1/2} = \frac{Z_2 - Z_1}{Z_1 + Z_2} : \text{coefficient de réflexion de } m_1 \text{ sur } m_2$$

$$-r_{2/1} = \frac{Z_1 - Z_2}{Z_1 + Z_2} : \text{coefficient de réflexion de } m_2 \text{ sur } m_1$$

$$t_{21} = \frac{2.Z_1}{Z_1 + Z_2} : \text{coefficient de transmission de } m_2 \text{ vers } m_1$$

Les mesures de charges d'espace n'utilisent que la première traversée de l'isolant. Ainsi, pour que les mesures ne soient pas perturbées, la durée de l'aller-retour dans l'électrode doit être supérieure à la durée de la traversée de l'isolant.

La simulation de cette mesure est présentée (Figure 9) (milieu). Le modèle physique de cette simulation a été décrit dans un paragraphe précédent. Les paramètres d'ajustement de notre simulation ont été le calibrage de l'onde de pression et la définition de la matrice d'amortissement visqueux. Pour simuler cette expérience, nous avons maintenu la pression de sortie égale à zéro afin de reproduire le phénomène de réflexion qui a lieu sur la couche d'air (approximée au vide) tout en maintenant bloquée l'arête de sortie de la cathode pour maintenir le système autour d'un point d'équilibre.

La réplique des deux premiers pics - observée entre  $t=1,86 \mu s$  et  $t=2,1 \mu s$  - est particulièrement intéressante à expliquer. Figure 9 (bas) nous avons représenté les différents cheminements d'onde de pression suscités par cette technique. On comprend ainsi pourquoi le pic correspondant au passage de l'anode est plus important au niveau de la réplique, car au même instant  $t=2 \mu s$  deux ondes de pression viennent conjuguer leur effort de déplacement. Ces ondes, qui ont suivi des chemins différents et qui incident suivant des directions opposées, ont en effet subi un nombre d'inversion respectivement pair ( $=2$ ) et impair ( $=1$ ) qui permet cette conjugaison d'effort. Ces comportements sont aussi bien visibles en simulation

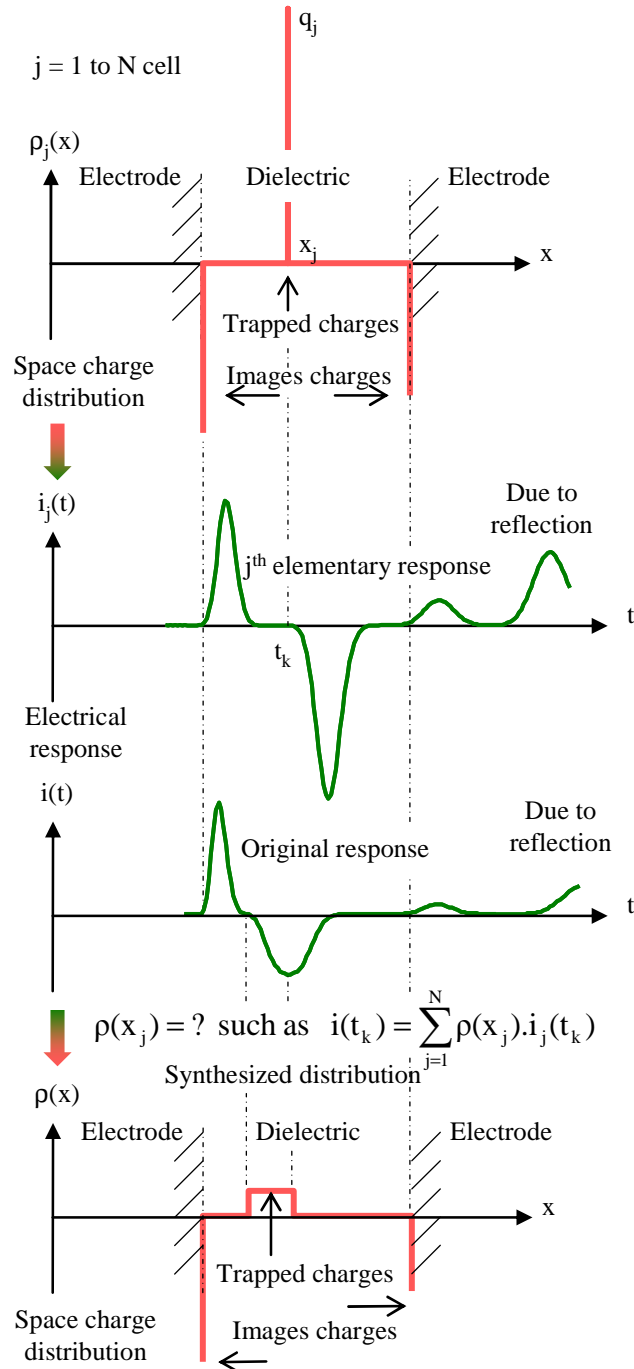
qu'en expérimentation. L'ensemble de ces observations confirme la bonne mise en paramètre mécanique du modèle.

### **b. Mesure de charge d'espace assistée par la simulation : étude de faisabilité**

Dans cette étude exploratoire, nous avons cherché à retrouver une distribution de charge d'espace en corrélant un lot de réponses simulées à une réponse réelle ; il s'agissait là notamment d'ouvrir une voie alternative à l'exploitation de la méthode LIPP passant traditionnellement par une procédure de calibration et de traitement du signal (eg. déconvolution).

#### **i. Algorithme**

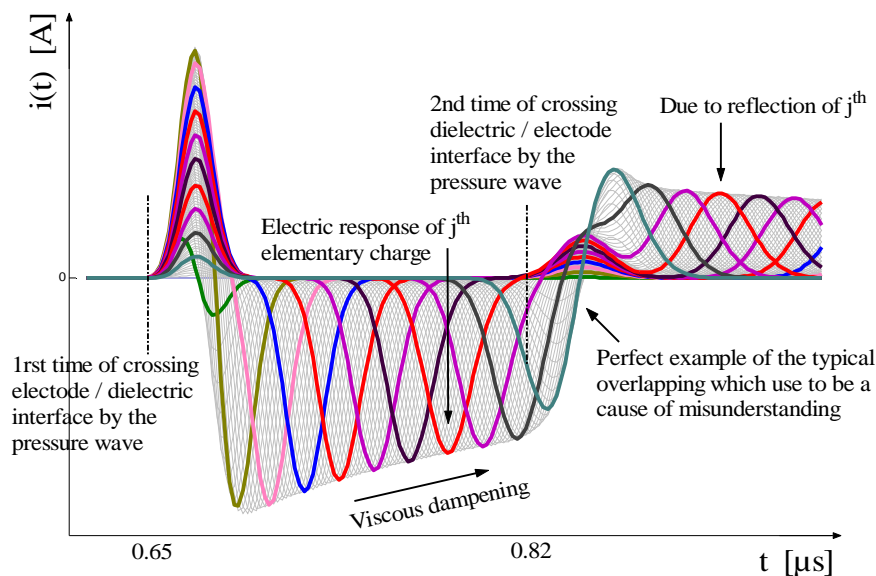
Les simulations sont réalisées sur la base du modèle géométrique bidimensionnel décrit précédemment (II.2.2 Figure 7). On rappelle que l'onde de pression simulée  $p(t)$ , se propage suivant l'axe X et traverse successivement la cathode (K), le diélectrique (D) et enfin l'anode (A) et que la simulation nous restitue une réponse électrique  $i(t)$ . Le diélectrique (D) est découpé en N cellules (suivant Y). La première cellule située à la position  $x_{j=1}$  est dotée d'une charge élémentaire  $q_{j=1}$ . On enregistre la réponse électrique simulée  $i(t)_{j=1}$  correspondante (Figure 11). On répète l'opération en chargeant à tour de rôle chaque cellule (ie. on incrémente  $j=1$  à N). On bâtit ainsi une banque de N réponses électriques simulées, chacune d'elle correspondant à un diélectrique doté d'une charge élémentaire (planaire) parfaitement localisée suivant X. On calcule enfin la combinaison linéaire de ces réponses élémentaires qui "fit" au mieux avec la réponse électrique réelle. On réalise la même combinaison des charges élémentaires correspondantes et on aboutit ainsi à un profil de charge d'espace reconstitué par simulation.



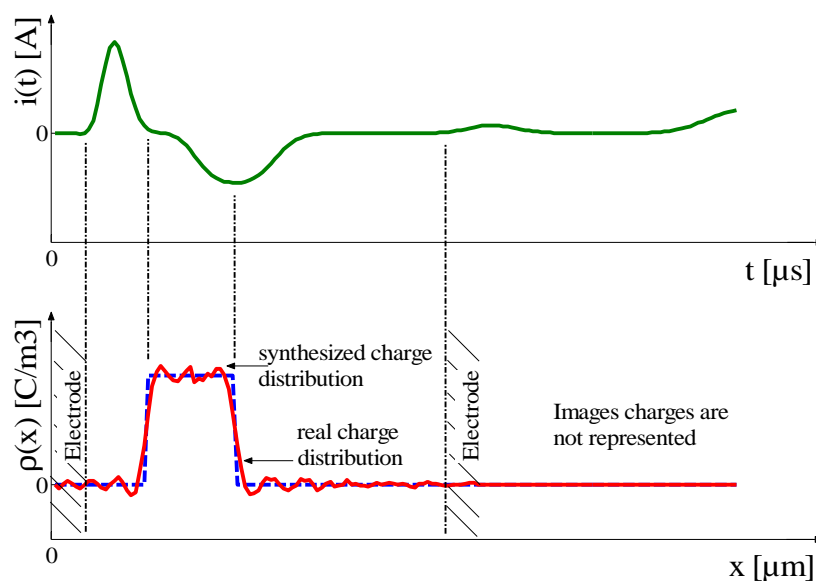
**Figure 11: Algorithme permettant de synthétiser un profil de charge d'espace à partir de la réponse électrique réelle et de la simulation**

## ii. Résultats

Les Figure 12 et Figure 13 ci-dessous résument le résultat principal de cette étude. La Figure 12 contient les  $N$  réponses électriques simulées associées à  $N$  distributions de charge élémentaire dont nous avons besoin pour résoudre notre problème linéaire. La Figure 12 permet également de mieux comprendre le comportement complexe de la réponse électrique au voisinage de l'électrode de sortie. La Figure 13 montre qu'il est possible de synthétiser une distribution de charge à partir d'une réponse électrique et de la simulation.



**Figure 12: Représentation des  $N$  réponses électriques élémentaires simulées correspondants aux  $N$  charges élémentaires**



**Figure 13: Réponse électrique simulée  $i(t)$  (vert) à partir d'une distribution arbitraire (bleu). Profil de charge d'espace synthétisé  $\rho(x)$  (rouge) à partir d'une combinaison de réponses électriques élémentaires de la Figure 12. Ici le rang de la matrice est limité à 34 afin d'illustrer la façon dont le profil de synthèse converge vers le profil original (bleu)**

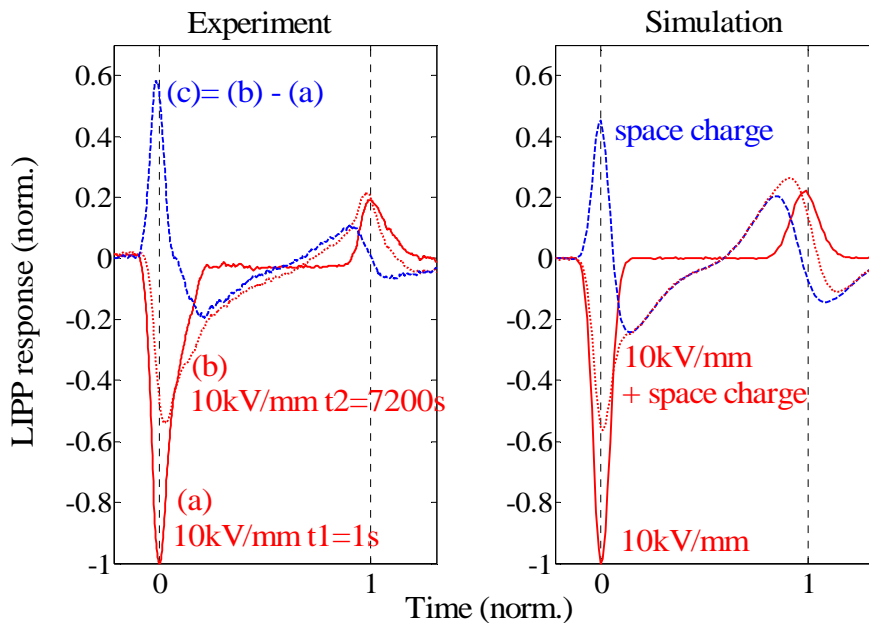
### iii. Discussion

Lorsque cette méthode est testée dans le cadre de la simulation, on parvient parfaitement à synthétiser la distribution de charge d'origine, car le problème est simplement linéaire. Le calcul est d'autant meilleur que le rang  $N$  de la matrice des réponses élémentaires est élevé. Cependant, il ressort de cette étude préliminaire que la résolution du problème dépend principalement de l'adéquation entre l'objet modélisé et l'objet réel (forme réelle de l'onde de pression, de la qualité de la surface, de l'homogénéité, de l'amortissement, etc.).

Dans le cas où le modèle s'éloigne trop de la réalité, cela peut produire des oscillations numériques, par ailleurs caractéristiques des problèmes de déconvolution qui ont également leurs limites.

### c. Modélisation avec charge d'espace

Nous avons effectué deux mesures successives (Figure 14) sur une résine époxy dans les premiers instants de polarisation puis à l'issue de 2h30 de polarisation. L'expérience a été réalisée sous une atmosphère contrôlée de 50 °C dans le but d'injecter des homocharges des deux côtés du diélectrique. Au niveau de la simulation, nous avons cherché à définir une distribution de charge d'espace dans l'isolant de manière à retrouver une relative similitude avec l'expérimentation (cf méthodologie §II.2.3 b). Il est intéressant de voir comment le pic de sortie correspondant à l'essai sous polarisation avec charge d'espace est décalé vis-à-vis du pic sous courte polarisation. Il ne faut donc pas oublier de concevoir que l'onde de pression ne peut pas s'apparenter à un véritable Dirac, c'est pourquoi il est délicat de définir exactement à quel instant l'onde de pression franchit la frontière électrode-isolant dès lors que nous sommes en présence de charge d'espace.



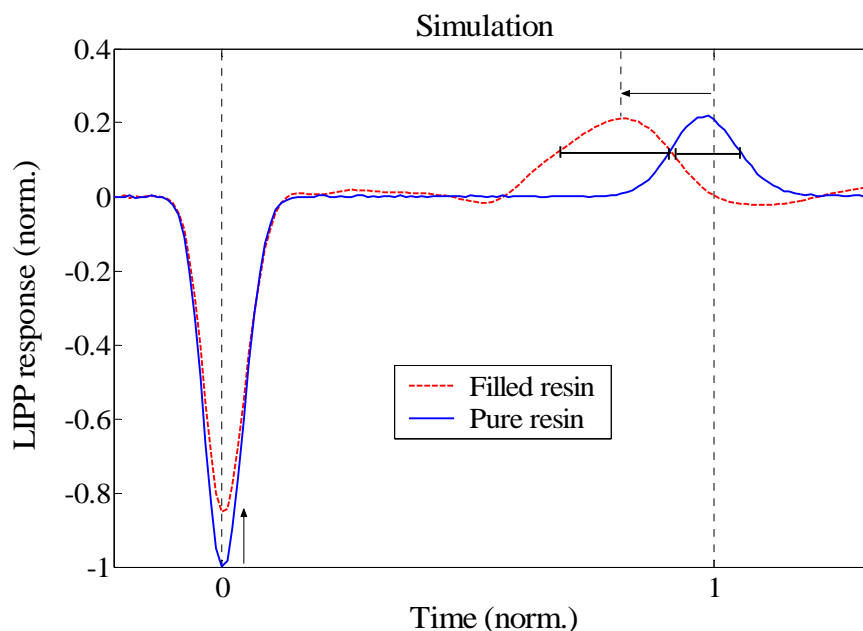
**Figure 14: A gauche voici la réponse électrique mesurée à deux instants de polarisation sous 50°C. Nous avons apposé à droite de cette figure la simulation correspondante en cherchant la distribution de charge d'espace qui permet cette forte similitude**

### d. Modélisation sur un composite

Figure 15, nous avons simulé la réponse électrique d'une résine époxy composite sur la base de la distribution de particule de silice imagée (Figure 8). Nous n'avons cependant tenu compte que de l'hétérogénéité mécanique de ce nouveau système excluant pour l'heure toute hétérogénéité électrique (eg. piézoélectricité, gradient de permittivité).

Ainsi ce résultat de simulation permet d'imaginer l'impact d'une telle distribution sur la propagation de l'onde de pression. Conformément aux attentes, l'onde s'est propagée plus rapidement et a subi une plus grande dispersion. Enfin l'amplitude du pic d'entrée est affaiblie par le rapport d'impédance. En effet la rigidité globale du matériaux a augmenté avec l'adjonction de particules limitant ainsi le déplacement électrique.

En pratique le grain de silice renforce la permittivité du matériau, et nous observons au final une sensible augmentation de ce pic puisque la capacité apparente est accrue. Notons globalement que l'existence d'une telle géométrie et densité de charge minérale ne semble pas être un facteur important de perturbation de la réponse, si l'on fait abstraction de l'hétérogénéité électrique.



**Figure 15:** Voici représenté en trait continu la simulation d'une réponse électrique de la LIPP sur la base d'un échantillon pur, et en traits interrompus la simulation d'un échantillon composite

#### II.2.4. Conclusions

Ces travaux de simulation ont permis de retrouver les principales signatures de cette technique sur la base d'un modèle extrêmement simplifié. Nous avons illustré à quel point il pouvait être délicat de définir l'instant où l'onde de pression passe du diélectrique à l'électrode. Grâce à la simulation nous avons pu dissocier l'effet d'une hétérogénéité mécanique du matériau sur la propagation de l'onde. Enfin nous avons proposé une alternative à l'exploitation classique de la LIPP, basée sur l'approche aléatoire de la distribution de charge d'espace par rapprochement entre réponses électriques simulées et réelles.

Au-delà de ces premières étapes associant simulation et expérimentation, nous souhaitons faciliter l'évaluation - par la simulation - de certaines contraintes inaccessibles à l'expérience. Le modèle peut servir de support de compréhension des interactions entre différentes sollicitations physiques. Il peut notamment être exploité dans le but de caractériser le vieillissement des matériaux diélectriques et de proposer une évaluation de leur fiabilité dans des conditions de contraintes données: tensions et fréquences électriques élevées (kV/ $\mu$ s), températures importantes, teneur en eau et stress mécaniques.





## **II.3. Moteurs électriques : procédé de détection de défauts d'isolation [18], [17], [31], [32]**

### **II.3.1. Introduction**

L'isolation d'une machine tournante moyenne tension est un système imprégné multicouches complexe. On peut distinguer deux zones spécifiques dans le système d'isolation de ces machines. Le long du stator, les bobines sont logées dans les encoches du circuit magnétique. Aux extrémités, les bobines s'épanouissent hors du circuit magnétique et sont incurvées, on parle alors de développante.

La qualité du produit final exige le respect d'un certain nombre d'étapes pendant la fabrication. Le contrôle de l'isolation finale est un moyen pour se prémunir d'un vieillissement prématuré. Beaucoup d'études se sont intéressées à la détection et à l'identification de défauts apparus lors du vieillissement des isolations. Très peu de travaux publiés ont été consacrés jusqu'ici aux défauts artificiels dans des isolations neuves.

De nombreuses techniques ont été développées pour évaluer la qualité des isolations statoriques de machines tournantes de forte puissance. La plupart d'entre elles ont aussi été appliquées aux moteurs moyenne tension. Ces méthodes sont généralement menées pour détecter une détérioration éventuelle de l'équipement et décider de la mise en œuvre d'une maintenance conditionnelle. Dans les appareils moyenne et haute tension, les vides résultant du vieillissement des matériaux peuvent provoquer des décharges partielles, qui peuvent contribuer à la dégradation de l'isolation. Des techniques de mesures de décharges partielles se sont révélées appropriées pour détecter et identifier ces types de défauts et ont été appliquées aux moteurs de quelques kV. La tension continue, constante ou en rampe, et la tension alternative basse fréquence ont été utilisées pour détecter des défauts d'isolation provoquant des modifications dans les propriétés de conduction, comme la présence d'humidité, de polluants ou un défaut de cuisson de la résine. Divers paramètres et tests sont utilisés pour renforcer le diagnostic: résistance d'isolation (RI) après une minute, index de polarisation (IP), comparaison des courants de polarisation et de dépolarisation.

Les défauts relatifs à la procédure d'imprégnation et à l'enrubannage du papier mica consistent principalement dans des vides et des variations de permittivité. Dès lors, la spectroscopie d'impédance semble être une technique adaptée pour la détection de ces défauts spécifiques. En outre, la spectroscopie diélectrique à basse tension fonctionne sans risque pour l'isolation.

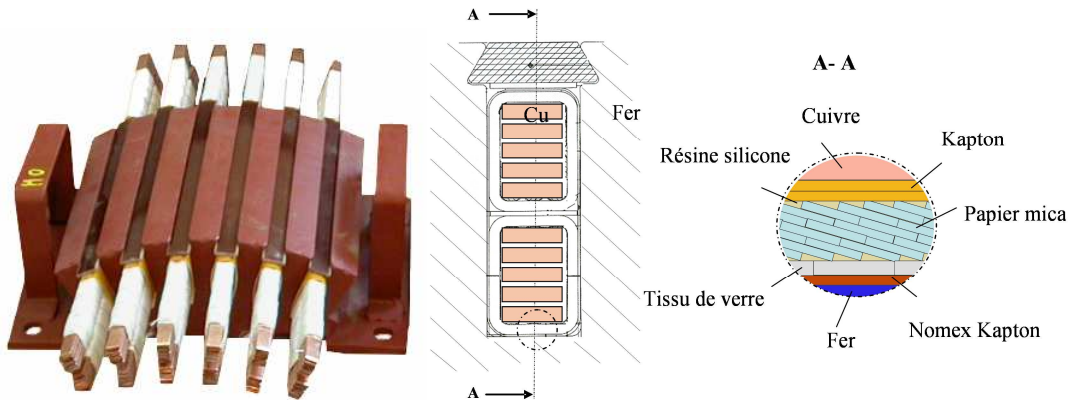
Le but de cette étude était donc d'examiner si la spectroscopie diélectrique permet la détection de défauts artificiels spécifiques reproduits sur des maquettes de stators et de développantes.

### **II.3.2. Aspects expérimentaux**

#### **a. Maquettes de stators et leurs défauts artificiels**

L'isolation a été conçue pour des bobines de stator de moteurs de traction ferroviaire. Les maquettes consistent en une section de stator avec une courbure inversée (Figure 16). Il y a six encoches avec deux barres par encoche. Chaque encoche est composée de cinq méplats de cuivre recouverts d'un polyimide Kapton®. Des rubans de mica sur supports de tissus de verre sont enrubannés autour des barres et protégés par un tissu de verre (Figure 16). Des papiers de Nomex® sont utilisés pour maintenir correctement les barres à l'intérieur des encoches. Les maquettes sont imprégnées avec une résine silicone par imprégnation sous vide

(VPI). La classe thermique de l'isolant est de 200, selon les normes CEI, ou H selon les normes IEEE.



**Figure 16 : Photo de la section de stator avec rayon de courbure inversé (gauche) et schéma de l'isolation (droite)**

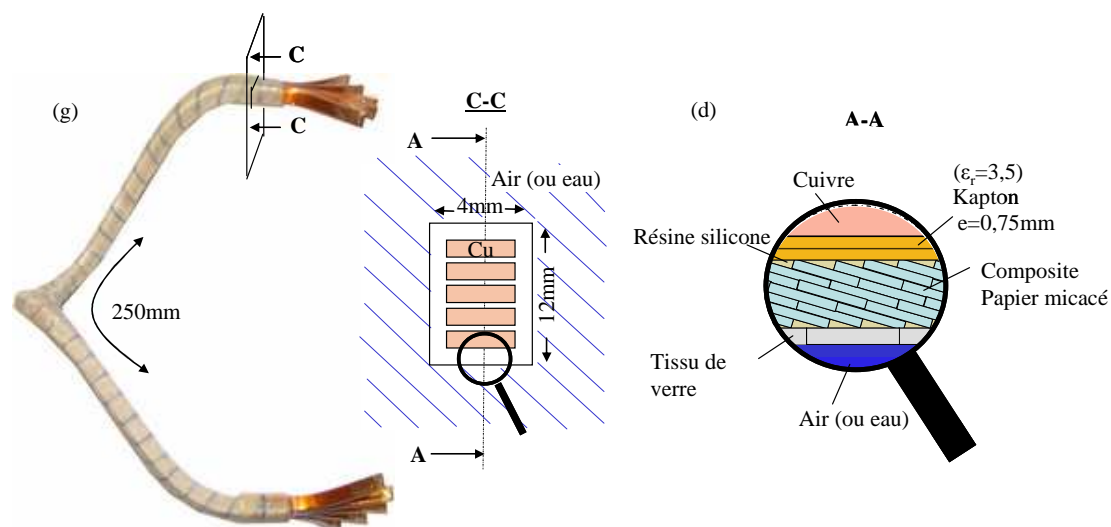
Les sept défauts artificiels sont listés dans la Table 8. Ils sont relatifs à la préparation et à l'enrubannage du ruban micacé (défauts M1a, M1b and M6) ainsi qu'au séchage et au procédé d'imprégnation (défauts M3, M4, M5 et M7). Huit maquettes ont été préparées. Outre celle de référence, chaque maquette est spécifique d'un défaut.

**Table 8 : Liste des défauts artificiels sur motorettes**

Maquette	Défaut introduit
M0	Référence: pas de défaut
M1a	Faible recouvrement des rubans micacés
M1b	Fort recouvrement des rubans micacés
M3	Imprégnation au trempé (pas de vide et pas de phase sous pression)
M4	Pas d'imprégnation
M5	Imprégnation sans déshydratation préalable
M6	Ruban de mica non humidifié au préalable
M7	Transfert direct dans le four chaud

### b. Maquette de développantes et leurs défauts artificiels

Ces maquettes sont une reproduction du bobinage aux deux extrémités du stator comme indiqué Figure 17. Chaque développante est composée de cinq méplats de cuivre recouverts d'un polyimide Kapton®. Des papiers à base de mica sont enrubannés autour des barres. Un tissu de verre les protège. Les modèles sont imprégnés avec une résine de silicone par imprégnation sous vide (VPI).



**Figure 17: Maquette d'une développante d'un bobinage de machine asynchrone (g). Représentation stratigraphique des éléments d'isolation (d)**

Sept défauts susceptibles d'être rencontrés en production ont été artificiellement reproduits sur des maquettes de développantes ; les voici répertoriés dans la Table 9.

**Table 9 : Liste des défauts artificiels sur développantes**

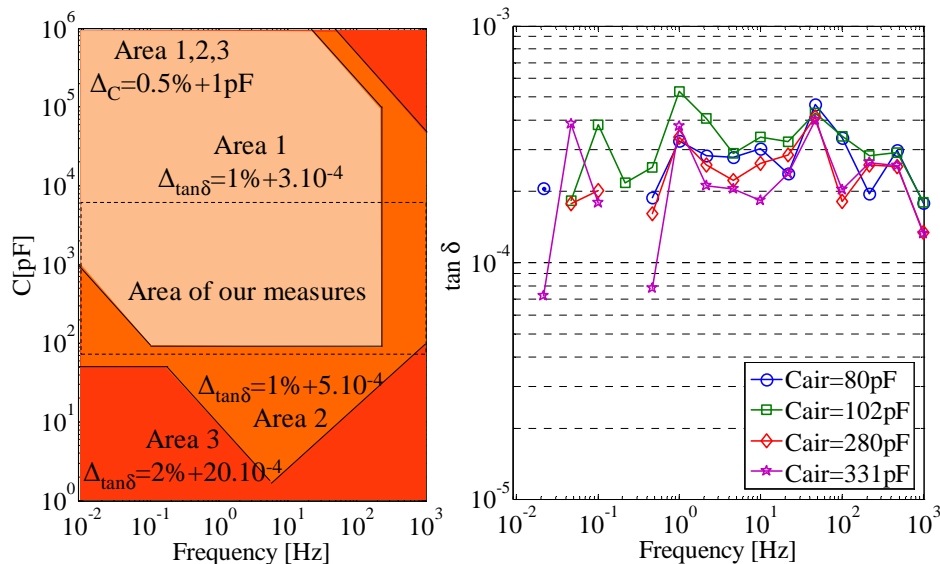
Maquette	Défaut introduit
D0	Référence : pas de défaut introduit
D0b	Transfert direct dans le four chaud
D1a	Faible recouvrement du papier micacé
D1b	Fort recouvrement du papier micacé
D3	Mauvaise imprégnation (pas de VPI)
D4	Pas d'imprégnation
D5	Pas de déshydratation avant imprégnation
D6	Pas d'humidification du papier micacé

### c. Protocole de mesure

Les mesures diélectriques ont été effectuées à l'aide d'un analyseur d'impédance de type Programma® IDA200 de General Electric dont les caractéristiques métrologiques sont données (Figure 18). La gamme de fréquence était  $10^{-3}$ - $10^3$ Hz. L'incertitude de mesure dépend de la capacité et de la fréquence. Pour des capacités de 1 à 2 nF, l'incertitude dans l'essentiel de la gamme de fréquence est de 0.5 % + 1pF pour la capacité et de 1 % + 0.0003 pour le facteur de dissipation (ie. le  $\tan\delta$ ). Au-dessus de 200 Hz et au-dessous de  $10^{-2}$  Hz, l'incertitude est de 2 % + 0.0005 pour le facteur de dissipation ; il reste inchangé pour la capacité.

Dans le cas des motorettes, la tension appliquée était de 200 V<sub>crête</sub>. L'impédance a été mesurée entre les douze barres et le noyau magnétique. Des soudures aux extrémités assurent la connexion électrique des cinq conducteurs de chaque barre ; les douze barres sont connectées. La mesure fournit donc une signature globale des douze barres. Un passage à 120°C pendant 15 heures sous pression atmosphérique assurait le séchage des maquettes. Une stabilisation de 24 heures à 30°C était respectée avant les mesures.

Dans le cas des développantes, chaque mesure durait dix minutes. La tension appliquée était de  $100V_{\text{crête}}$ . L'impédance a été mesurée entre les cinq conducteurs et une contre-électrode aqueuse de conductivité  $\sigma=300\mu\text{S}/\text{cm}$ . Chaque développante testée a été soumise au préalable à une procédure de séchage : trois heures à  $50^\circ\text{C}$  à pression atmosphérique, puis trois heures à  $50^\circ\text{C}$  sous vide et enfin trois heures à  $120^\circ\text{C}$  sous vide, puis placée à  $30^\circ\text{C}$  à pression atmosphérique durant 15 heures. Cette procédure sera également appliquée après les essais dans l'eau pour permettre aux développantes de recouvrer leurs caractéristiques initiales. Les mesures ont été effectuées 1 min après immersion des développantes dans l'eau. Nous proposons (§ II.3.4 a) les justifications d'un tel protocole.



**Figure 18: (g) Erreur absolue (d) et seuils de détection des pertes ( $\tan \delta$ ) de l'analyseur d'impédance**

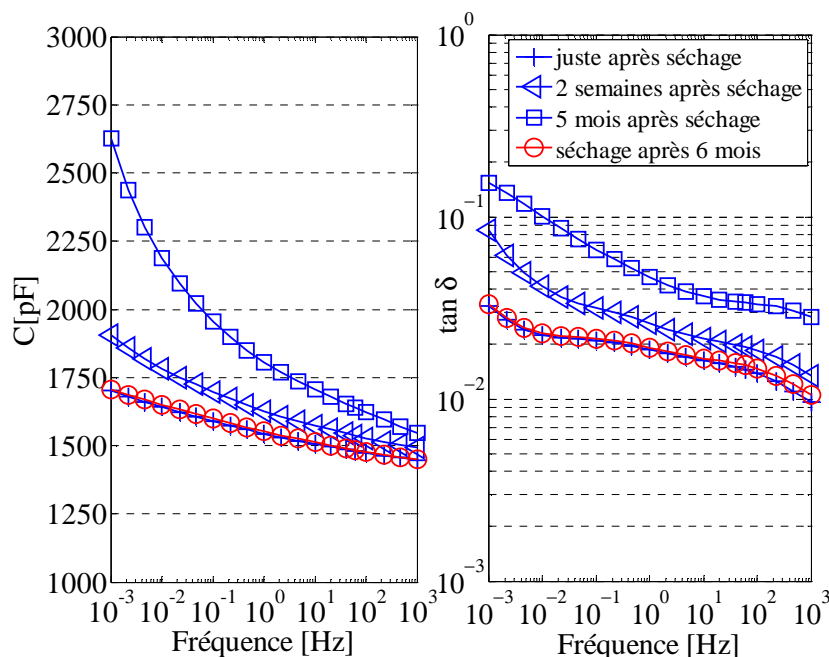
### II.3.3. Résultats expérimentaux et discussion appliqués aux motorettes

#### a. Influence de l'humidité

L'influence de l'humidité a été examinée sur la maquette de référence M0. La Figure 19 montre l'évolution de la capacité et du facteur de pertes de la maquette de référence M0 à quatre étapes différentes : juste après séchage, 2 semaines et 5 mois après séchage à l'atmosphère ambiante ( $20^\circ\text{C}$ , 50 % HR) et après un nouveau séchage, 6 mois après le premier. Le spectre de la capacité après séchage n'est pas constant, mais augmente aux basses fréquences. Après 2 semaines dans les conditions ambiantes, la capacité a augmenté de 3 % à 1 kHz et de 12 % à 1 mHz, les propriétés ne sont donc pas stabilisées. L'augmentation a continué les semaines suivantes en particulier aux basses fréquences (+54 % à 1 mHz par rapport à l'état sec). Après un second séchage, l'isolation a récupéré ses propriétés initiales. Le  $\tan \delta$  augmente vers les basses fréquences et varie de  $10^{-2}$  à  $3 \cdot 10^{-2}$ . Après 5 mois, l'augmentation est d'un facteur de 3 à 5 selon la fréquence. Ces expériences illustrent l'influence considérable de la teneur en eau de l'isolation sur ses propriétés diélectriques.

La polarisation interfaciale est responsable de l'augmentation de la capacité aux basses fréquences. L'effet est moindre après le séchage et plus important après quelques semaines à l'atmosphère ambiante pendant lesquelles les matériaux récupèrent la teneur en eau correspondant à l'équilibre avec les conditions de température et d'humidité environnantes. Puisque l'effet est renforcé par l'humidité, la conduction électrique responsable de cette polarisation interfaciale est due au moins en partie aux ions de l'eau, qui s'accumulent aux

interfaces entre les matériaux de conductivités différentes ou aux électrodes. Cette conduction a lieu dans la masse des matériaux ou superficiellement aux interfaces résine/mica ou résine/verre. L'influence de l'humidité sur la conduction superficielle du mica a été largement étudiée.



**Figure 19 : Influence de l'humidité sur la capacité et le facteur de pertes ( $\tan\delta$ ) de la maquette M0 de référence**

Les maquettes ont été séchées avant imprégnation, mais les films de Kapton et de Nomex reprennent de l'eau quand ils sont exposés à l'humidité. Cela a provoqué une augmentation de leurs permittivités et de leurs facteurs de pertes. Les matériaux à l'équilibre sous une HR de 50 % ont d'après la loi de Henry une teneur en eau atteignant 50 % de leur niveau de saturation. Des écarts à cette théorie peuvent être observés : dans le cas du Kapton, la teneur en eau à 23°C et 50 % HR est de 1.8 % tandis qu'elle est de 2.8 % à saturation. Pour ces deux polymères, les variations de la permittivité à 1kHz entre des atmosphères sèches et saturées d'humidité à la température ambiante sont de l'ordre de 30 %, tandis que les facteurs de perte augmentent d'un facteur deux (100 %). En prenant une variation linéaire entre les conditions sèches et humides, ces données mènent dans les conditions de laboratoire à 50 % HR à des variations respectives de 15 % et 50 % pour la permittivité et le  $\tan\delta$ .

Pour les autres matériaux, l'influence de l'humidité sur les propriétés diélectriques est négligeable. L'eau ne diffuse pas dans le verre, ni dans les paillettes de mica et donc elle ne modifie pas leurs propriétés diélectriques dans le volume. Cependant, dans les deux cas, l'eau peut établir des liaisons hydrogène en surface, qui contribuent à la conduction superficielle.

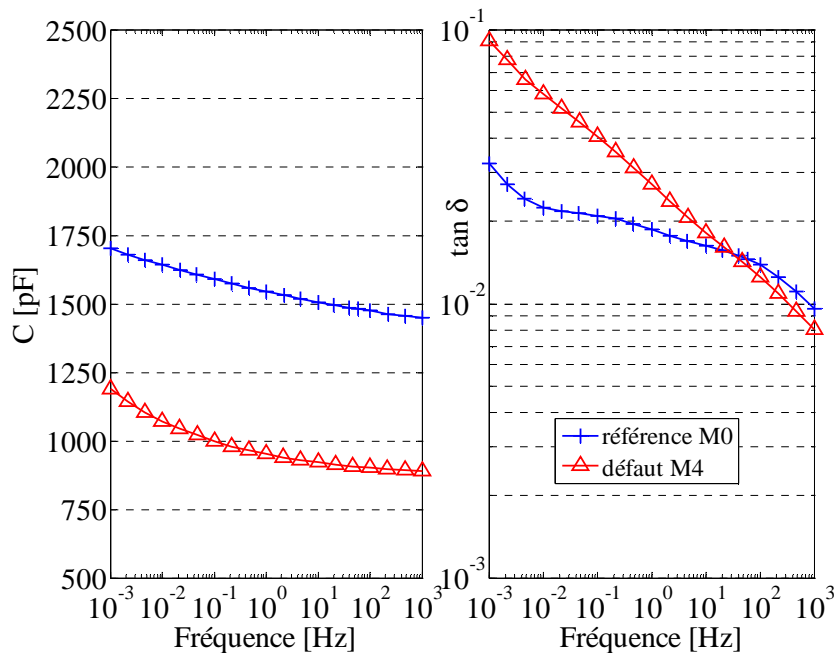
Pour l'isolation composite dans son ensemble, la variation de la permittivité avec l'humidité est donc principalement déterminée par les comportements du Kapton et du Nomex. Elle devrait donc se situer entre 0 et 15 % selon les épaisseurs respectives des différents matériaux. L'augmentation de 7 % de la capacité à 1 kHz pendant les 5 mois qui suivent le séchage se situe dans la plage de variation attendue.

Le facteur de perte a augmenté d'un facteur 3 à 5 entre conditions sèches et ambiantes. Puisque les  $\tan\delta$  du Kapton et du Nomex augmentent d'un facteur 1,5 (+50 %), une partie importante des pertes est due à la conduction superficielle sur le mica et/ou sur le verre.

Puisque les propriétés diélectriques dépendent de la teneur en eau des maquettes, la comparaison entre les maquettes avec défaut et la maquette de référence exige des niveaux de siccité identiques. Les mesures ont donc été faites sur des maquettes à l'état sec.

### b. Défaut M4

La maquette M4 n'a pas été imprégnée. La Figure 20 compare la capacité et le facteur de dissipation du modèle non-imprégné M4 avec les propriétés du modèle de référence M0 après le séchage.



**Figure 20 : Capacité et facteur de pertes tans de la maquette M4 (pas d'imprégnation)**

La capacité de la maquette M4 est nettement inférieure à celle de la maquette de référence. Les variations sont de -39 % à 1 kHz et de -30 % à 1 mHz. Ces variations sont la preuve de l'existence d'un défaut. Le facteur de perte de M4 diffère de celui de M0, avec des valeurs nettement supérieures aux fréquences basses.

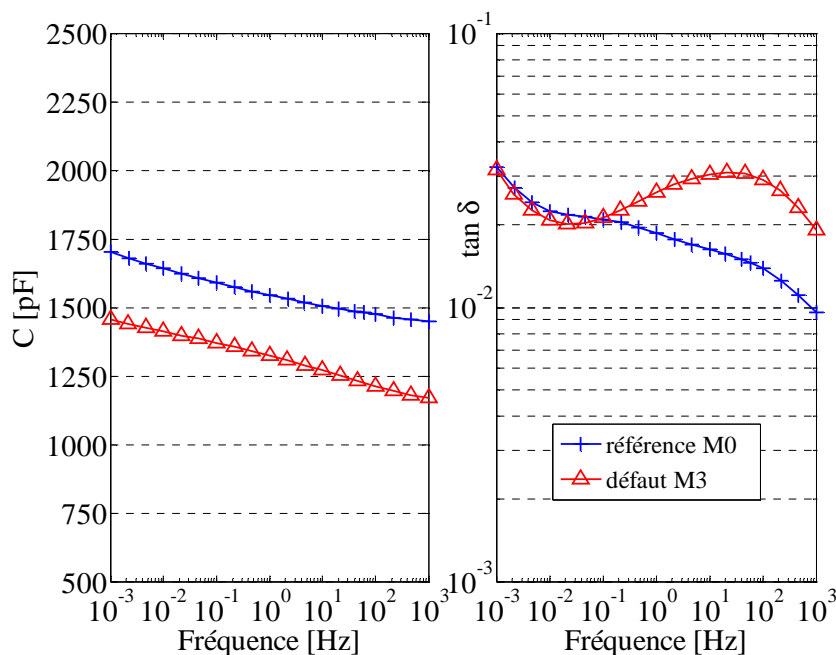
Les volumes normalement remplis de résine silicone sont remplis d'air dans la maquette M4. La permittivité relative dans ces cavités passe d'environ 3 à 1, ce qui provoque cette importante diminution de la capacité. Ces volumes ne consistent pas seulement dans l'espace libre du verre tissé et dans l'espace restant autour des rubans fermement enveloppés. La résine remplit aussi les cavités à l'intérieur du papier de mica dont le volume est de l'ordre de 50 % du volume total. La baisse des valeurs de capacité à 1 kHz peut être en grande partie attribuée à ce changement de constante diélectrique.

Aux basses fréquences, la capacité n'est plus imposée seulement par la permittivité, mais aussi par la polarisation interfaciale. Le volume de mica est très isolant, mais le papier mica, composé de paillettes de mica agglomérées sur un support de tissu de verre, est beaucoup plus conducteur en raison de la conduction de surface autour de ces paillettes et des fibres de verre. En l'absence de la résine silicone hydrophobe, des molécules d'eau sont adsorbées en beaucoup plus grande quantité sur ces surfaces. Elles se dissocient et participent à la conduction. Ceci explique l'augmentation de la capacité aux basses fréquences et celle du facteur de pertes. Dans le cas du défaut M4, la capacité à 1 kHz semble être un indicateur fiable de défaut avec une sensibilité significative.

### c. Défaut M3

Dans la maquette M3, la pression du procédé VPI d'imprégnation à vide et sous pression n'a pas été respectée. La maquette a été immergée dans le bain de résine à la température appropriée, mais le vide n'a pas été appliqué au préalable et la pression n'a pas été appliquée ensuite.

Comme indiqué Figure 21, le spectre de la capacité de M3 est au-dessous de celui de la référence sèche M0. Les variations sont de -19 % à 1 kHz et de -14 % à 1 mHz. Ceci atteste de l'existence d'un défaut. Le facteur de perte présente une relaxation prononcée à environ 30 Hz.



**Figure 21 : Capacité et facteur de pertes tans de la maquette M3 (imprégnation au trempé)**

Puisque la pression n'a pas été appliquée sur le bain de résine, l'isolation est seulement en partie imprégnée. La capacité à 1 kHz est inférieure que celle de la référence M0 parce que beaucoup de vides des papiers de mica sont restés remplis d'air. Cependant, la polarisation interfaciale n'est pas aussi grande que dans le modèle M4. Ceci peut être attribué à une concentration inférieure ou une plus faible mobilité des porteurs de charge. En fait, la résine de faible viscosité devrait dans ce cas recouvrir suffisamment les papiers de mica pour empêcher la conduction superficielle.

Comme pour le défaut M4, la valeur de capacité à 1 kHz apparaît comme un indicateur fiable de ce défaut.

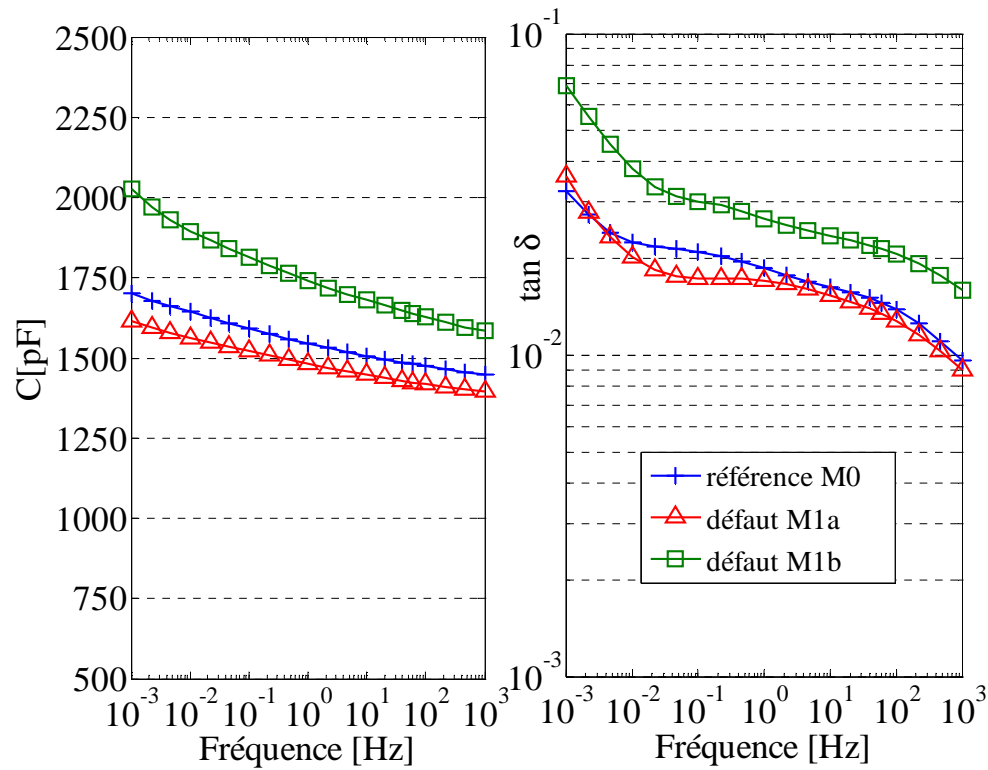
### d. Défaut M1

Dans le modèle M1, on considère le chevauchement de l'enrubannage de la bande de mica. Dans la maquette M1a, le recouvrement du papier mica est plus faible que dans la maquette de référence M0 tandis que dans la maquette M1b il est plus important. L'épaisseur totale de papier mica est donc inférieure dans le premier cas.

Comme il est observé Figure 22, les capacités de M1a et de M1b sont respectivement plus faibles et plus fortes que la valeur de référence, dans toute la gamme de fréquence. Pour



M1a, les variations de capacité par rapport à M0 sont de -4 % à 1 kHz et de -5 % à 1 mHz. Pour M1b, les variations de capacité sont de 9 % à 1 kHz et de 19 % à 1 mHz. Le facteur de dissipation de M1a est proche de celui de la référence. Le facteur de dissipation de M1b est de deux fois environ celui de la référence sur toute la gamme de fréquence.



**Figure 22 : Capacité et facteur de pertes  $\tan \delta$  des maquettes M1 (recouvrement du ruban micacé). M1a : faible recouvrement ; M1b : fort recouvrement**

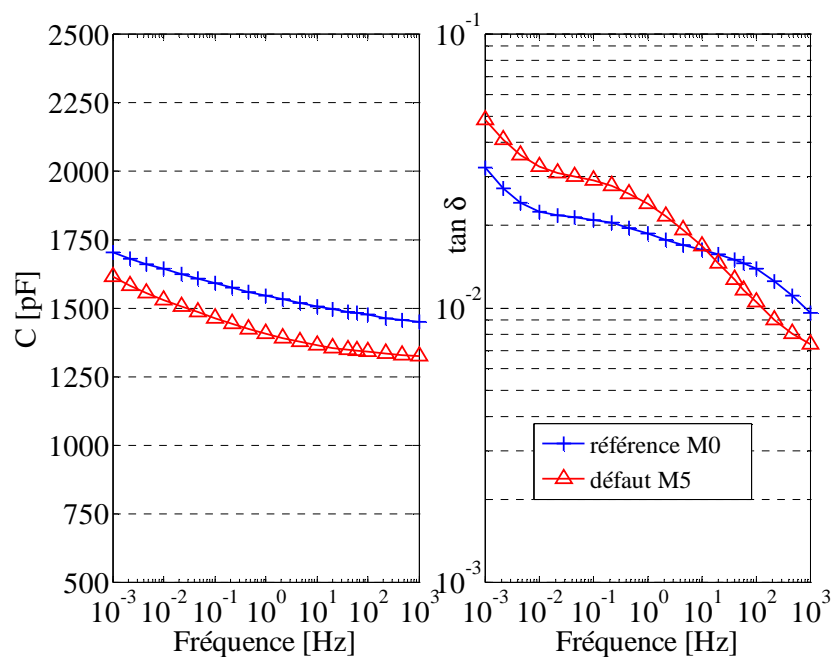
Dans le cas de M1a, l'épaisseur de mica est 20 % plus faible et cette matière est remplie de résine silicone. La permittivité plus faible de la résine silicone, qui est environ moitié de celle du mica (près de 3 au lieu d'environ 6), explique la capacité mesurée plus petite. Inversement, dans la maquette M1b, la couche de mica est 20 % plus importante, ce qui réduit la quantité de résine. La permittivité plus grande du mica rend ici la capacité plus élevée.

Le plus grand facteur de dissipation avec le papier mica en excès, comme observé Figure 22 pour la maquette M1b, peut être attribué à la conduction superficielle sur les flocons de mica, qui excède, même avec des papiers correctement imprégnés, la conductivité de la résine silicone.

#### e. Défaut M5

Une fois que les barres sont correctement montées dans les fentes, le stator doit être séché pour enlever l'humidité avant l'imprégnation. Dans la maquette M5, la procédure de séchage n'a pas été suivie.

La capacité est inférieure à la capacité de référence (voir Figure 23). L'écart est d'environ 5 à 9 % sur toute la gamme de fréquence.

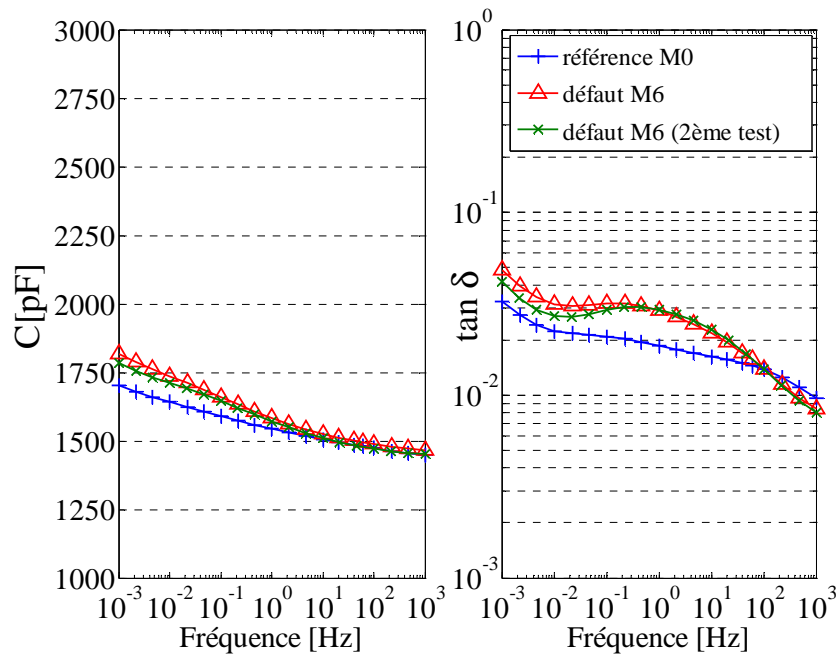


**Figure 23 : Capacité et facteur de pertes tans de la maquette M5 (Imprégnation sans déshydratation préalable)**

L'eau qui n'a pas été enlevée pendant la fabrication empêche une imprégnation appropriée de l'isolation et en particulier du papier mica. En effet, pendant la cuisson à haute température, cette eau est partiellement évaporée, laissant des cavités derrière elle. Ces vides sont responsables de la valeur inférieure de capacité.

#### f. Défaut M6

Une légère humidification de la bande de papier mica permet de maintenir les flocons de mica ensemble et d'éviter une perte de matière pendant l'enrubannage. Dans la maquette M6, cette procédure n'a pas été respectée. La capacité est très semblable à celle de M0 (Figure 24).



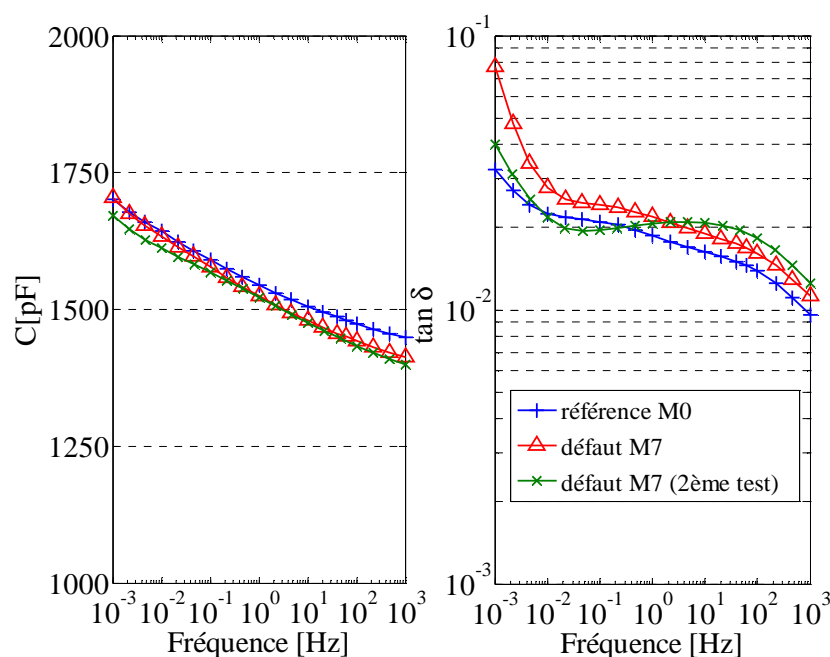
**Figure 24 : Capacité et facteur de pertes tans de la maquette M6 (transfert direct dans le four chaud)**

Les valeurs à 1 kHz sont quasi-identiques tandis que les valeurs à 1 mHz sont légèrement différentes. Puisque les mesures à basse fréquence sont sensibles à la teneur en eau du matériau, on ne peut pas considérer la différence à 1 mHz comme assez fiable pour la détection de défaut. Par ailleurs, le facteur de perte est clairement distinct de celui de la référence dans la gamme de 1 mHz à 100 Hz. Pour vérifier la reproductibilité de cette mesure, un deuxième test a été conduit plus d'une année après le premier, après un nouveau séchage de la maquette. Les deux mesures sont en bon accord, sauf au-dessous de  $10^{-1}$  Hz où un léger écart est observé. La différence avec M0 est nette, en particulier au milieu de la gamme de fréquence entre  $10^{-2}$  Hz et  $10^2$  Hz. La détection du défaut M6 peut ainsi être déduite du facteur de perte.

La capacité à 1 kHz est proche de celle de la référence. Cela montre que la perte occasionnée de flocons de mica a peu d'impact sur la permittivité du composite. L'impact sur les pertes peut être justifié de la façon suivante. Sans humidification appropriée du papier mica, quelques flocons à la surface du papier ont tendance à se plier et se hérissier. Cela empêche la résine de les recouvrir correctement. Sans la couche de résine, qui oppose une résistance en série dans l'isolation, le mica est en contact avec le film de polyimide et la conduction en est facilitée.

#### g. Défaut M7

Le modèle M7 a été transféré dans le four toujours chaud, sans le faire se refroidir après son utilisation précédente. La viscosité de la résine diminue quand la température est plus élevée, mais le temps de gel également.



**Figure 25 : Capacité et facteur de pertes tans de la maquette M7 de référence**

Les spectres de la capacité et du facteur de dissipation sont proches de ceux de la référence M0 (Figure 25). Une légère différence peut cependant être observée. Une nouvelle mesure après plus d'une année conduit à des résultats quasi-identiques aux résultats initiaux aux fréquences supérieures à 1 Hz. À 1 kHz, les mesures donnent une capacité 2 à 3 % plus faible que celle de la référence et un facteur de perte 20 % plus élevé. Étant donné la résolution de l'impédance-mètre, ces différences sont significatives, mais avec un intervalle de confiance très étroit.

Quand la température est augmentée lentement, la viscosité diminue lentement ce qui permet une imprégnation complémentaire du composite avant que la réticulation n'ait lieu. Dans la maquette M7, la réticulation n'est probablement pas homogène. Elle est survenue plus rapidement dans les parties périphériques qu'au fond des encoches. Des vides peuvent alors rester à l'intérieur de l'isolation. Ceci expliquerait la capacité inférieure à 1 kHz.

#### **h. Identification des défauts sur motorettes**

Les résultats montrent que les sept défauts considérés ont été détectés, certes avec des marges de confiance variables. La tâche suivante est d'identifier chacun d'eux.

Tous les spectres sont rassemblés sur le graphe de la Figure 26. Les capacités à 1 kHz résultent sensiblement des constantes diélectriques des matériaux et sont moins sensibles à la teneur en eau qu'à 1 mHz. Ces valeurs à 1 kHz sont rassemblées dans la Table 10 avec leurs variations relatives par rapport aux valeurs de la maquette de référence M0.

Les comparaisons entre valeurs sont à considérer en prenant en compte l'incertitude des mesures. Les spécifications de l'impédance-mètre conduisent à une incertitude sur la capacité inférieure à 1 %. Elle atteint 7 % pour le facteur de perte. La possibilité d'identification des défauts dépend aussi de la reproductibilité de la mesure. Celle-ci a été examinée au préalable par des mesures sur différentes barres de trois maquettes avec défauts. La déviation standard dans les mesures de capacité ne dépasse pas 2% à 1 kHz et 3% à basse fréquence. En ce qui concerne le facteur de dissipation, l'écart-type peut atteindre quelques dizaines de %, mais est généralement d'environ 10% sur toute la gamme de fréquence.

La Table 10 montre que les valeurs de la capacité à 1 kHz permettent l'identification des cinq premiers défauts examinés. Le diagnostic peut être confirmé par les valeurs du facteur de perte à 1 kHz, qui sont aussi reportées dans la Table 10, et par l'observation des spectres :

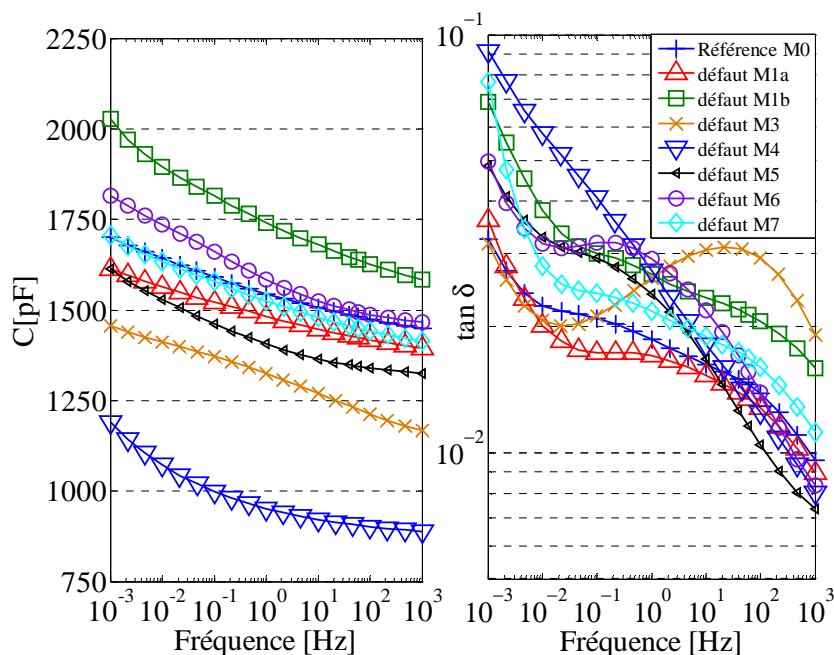
La spécificité des défauts d'imprégnation M4 et M3 est leur capacité très inférieure par rapport à toutes les autres maquettes. En outre, le défaut M3 peut être identifié par son facteur de perte qui présente une relaxation particulière à 10-100 Hz et dont la valeur à 1 kHz est presque deux fois celle de M0. La détection du défaut M4 est aussi supportée par le facteur de perte dont la valeur à 1 mHz est la plus grande parmi les cas examinés.

Le plus grand chevauchement dans l'enrubannage du papier mica dans le défaut M1b est le seul défaut menant à une capacité à 1 kHz plus grande que la valeur de référence. Le plus faible chevauchement de la bande de papier mica dans le défaut M1a conduit à une capacité inférieure à celle de M0 de quelques %. La plus faible valeur du facteur de perte dans la gamme  $10^{-2}$  Hz - 1 Hz est spécifique et renforce l'identification de ce défaut.

La maquette M5 a une capacité inférieure à celle de M0 de 9 % et un facteur de perte environ 20 % plus bas à 1 kHz. C'est le facteur de perte le plus bas parmi tous les défauts.

Le défaut M6 est le seul induisant une capacité et un facteur de perte proches de M0 à 1 kHz et un facteur de perte supérieur de 55 % à 1 Hz.

Comme le défaut M6, le défaut M7 a une capacité proche de M0. Le facteur de perte légèrement supérieur peut rendre la détection possible.



**Figure 26 : Capacité et facteur de pertes tan de toutes les maquettes**

**Table 10 : Capacité et facteur de pertes  $\tan\delta$  à 1 kHz (valeurs absolues et valeurs relatives par comparaison avec la maquette de référence)**

Maquette	C [pF]	$\Delta C/C$ [%]	$\tan\delta 10^{-2}$	$\Delta \tan\delta / \tan\delta$ [val.rel.]
M0	1448	-	0.96	-
M4	889	-39 %	0.80	-0.17
M3	1168	-19 %	1.92	+1.0
M1b	1583	+9 %	1.59	+0.66
M1a	1394	-4 %	0.90	-0.06
M5	1324	-9 %	0.74	-0.23
M6*	1465 (1448)	1 % (0 %)	0.84 (0.80)	-0.13 (-0.17)
M7*	1413 (1400)	-2 % (-3.3 %)	1.12 (1.25)	0.17 (0.25)

\*entre parenthèses, les résultats du 2<sup>nd</sup> test.

### i. Analyse appliquée aux motorettes

Des essais préliminaires ont montré une reproductibilité correcte des mesures sur des barres d'une même maquette. Néanmoins, il est bien évident que les spectres et valeurs spécifiques présentés ci-dessus ne peuvent s'appliquer stricto sensu à tous les défauts d'un type donné. A tout le moins, cela montre que la détection de défauts de même nature que ceux étudiés et d'ampleur au moins équivalente est possible. En ce qui concerne leur identification, il serait nécessaire d'accumuler des spectres de chaque type de défaut plus ou moins accentué afin d'en extraire des signatures spécifiques.

La mise en œuvre de cette méthode requiert un séchage préalable du moteur puis une stabilisation en température. Le séchage peut être effectué en étuve comme pour nos maquettes. Lorsque le moteur sort du four de réticulation à chaud lors de la phase finale de fabrication, ou après un temps de fonctionnement suffisamment long à une température suffisamment élevée, les matériaux sont également séchés. La mesure peut alors être effectuée à température stabilisée avant reprise d'humidité.

Enfin, signalons que cette méthode pourrait être mise en œuvre pour la totalité ou pour n'importe quelle fraction du bobinage à condition de pouvoir l'isoler. Néanmoins, il faut prendre en considération les capacités dans l'air au niveau des développantes qui peuvent décaler les valeurs des capacités de référence.

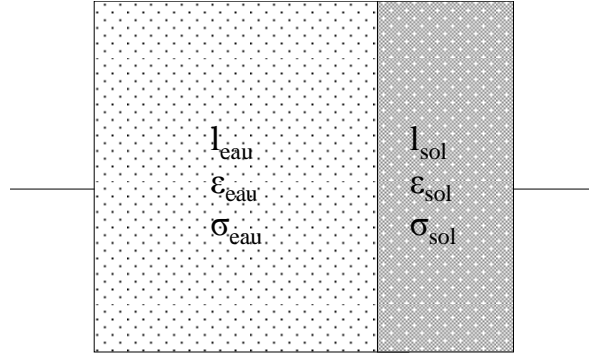
## II.3.4. Résultats expérimentaux et discussions appliqués aux développantes

### a. Validation du principe de mesure par contre-électrode aqueuse

#### i. Prérequis

Nous proposons ci-dessous de justifier que "l'eau des alpes" peut être considérée comme une bonne électrode eu égard aux fréquences ( $f < \text{kHz}$ ) et aux matériaux visés.

Pour ce faire, considérons un condensateur bicouche composé d'une couche d'eau et d'une autre couche de polyéthylène (modèle de Maxwell-Wagner) (Figure 27).



**Figure 27: Condensateur bicouche composé d'une couche d'eau et d'une autre couche de polyéthylène (modèle de Maxwell-Wagner)**

Sur la surface des deux milieux, plaçons une charge libre de densité superficielle  $\sigma_S$ . En appliquant la loi de Gauss, on établit la relation (5):

$$D_{nsol} - D_{neau} = \sigma_S \quad (5)$$

où  $D_{nSol}$  et  $D_{nEau}$  sont les composantes normales de l'induction dans les milieux d'eau et d'isolant.

D'où l'on extrait (6) :

$$\varepsilon_{sol} E_{sol} - \varepsilon_{eau} E_{eau} = \sigma_S \quad (6)$$

où  $E_{sol}$  et  $E_{eau}$  sont les champs électriques sous l'action d'une tension  $V$  appliquée aux bords du condensateur.

En considérant que l'isolant est parfait ( $\sigma_{sol}=0$ ), on déduit (7):

$$\frac{d\sigma_S}{dt} = j_{eau} = \sigma_{eau} \cdot E_{eau} \quad (7)$$

La réunion de (6) et (7) conduit par conséquent à (8) :

$$\varepsilon_{sol} \cdot \frac{dE_{sol}}{dt} - \varepsilon_{eau} \cdot \frac{dE_{eau}}{dt} = \sigma_{eau} \cdot E_{eau} \quad (8)$$

or on sait que (9) :

$$E_{sol} = \frac{V - l_{eau} \cdot E_{eau}}{l_{sol}} \quad (9)$$

Avec  $l_{eau}$  épaisseur de la couche d'eau,  $l_{sol}$  épaisseur de la couche de polyéthylène,  $\varepsilon_{eau}$ ,  $\varepsilon_{sol}$  permittivités absolues de l'eau et du polyéthylène,  $\sigma_{eau}$ ,  $\sigma_{sol}$  conductivités de l'eau et du polyéthylène.

Ce qui nous amène donc à (10) :

$$\left( \frac{l_{eau} \cdot \varepsilon_{sol} + \varepsilon_{eau}}{l_{sol} \cdot \sigma_{eau}} \right) \frac{dE_{eau}}{dt} + E_{eau} = 0 \quad (10)$$

On appelle donc  $\tau$  la constante de temps du système constituée de deux milieux différents (11) :

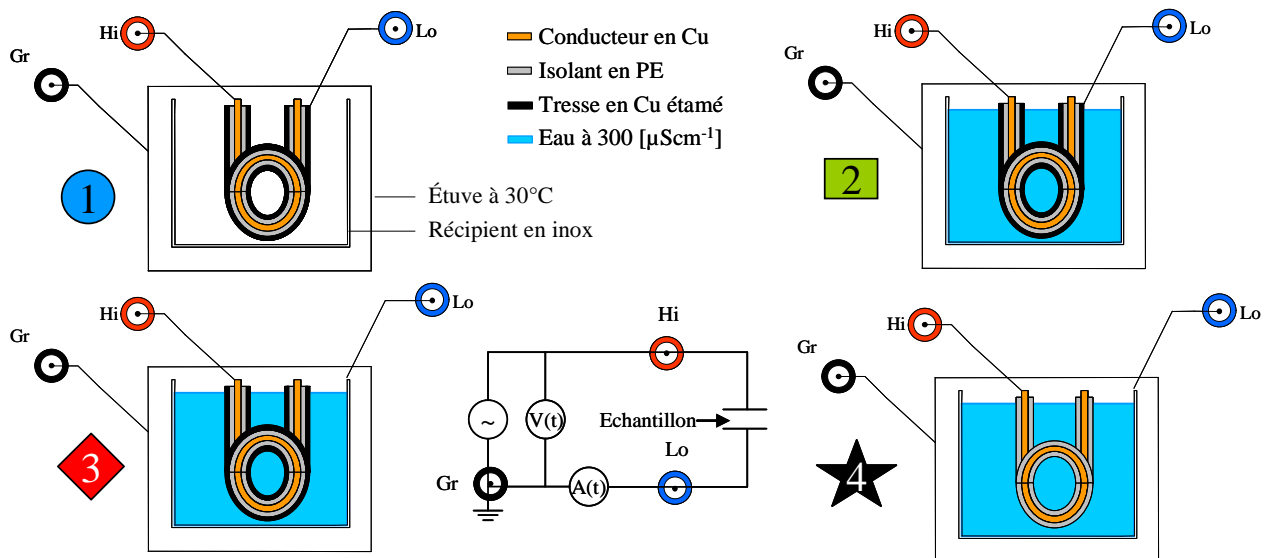
$$\tau = \frac{\frac{l_{eau}}{l_{sol}} \cdot \epsilon_{sol} + \epsilon_{eau}}{\sigma_{eau}} \quad (11)$$

Par application numérique ( $l_{eau}=100\text{mm}$ ,  $\sigma_{eau}=300\mu\text{S/cm}$ ,  $\epsilon_{eau}=80 \cdot \epsilon_0$ ,  $l_{sol}=2\text{mm}$ ,  $\epsilon_{sol}=2 \cdot \epsilon_0$ ) on obtient finalement (12) :

$$\Rightarrow \omega = \frac{1}{\tau} = \frac{1}{5,31 \cdot 10^{-8}} = 18,8 \cdot 10^6 \text{ rad/s} \Rightarrow f = \frac{\omega}{2\pi} = \frac{18832392}{2,314} \approx 3\text{MHz} \gg \text{kHz} \Rightarrow \text{CQFD} \quad (12)$$

## ii. Résultats

Les mesures qui suivent ont pour but de valider expérimentalement le principe de mesure par contre-électrode aqueuse. Comme le résume la Figure 28, une caractérisation diélectrique d'un câble de polyéthylène de type RG58 CU50 d'un mètre de longueur a été effectuée suivant quatre configurations : le câble est hors d'eau et la contre-électrode est constituée d'une tresse en cuivre étamé ; le câble est plongé dans l'eau et la contre-électrode est toujours constituée d'une tresse en cuivre étamé ; le câble est toujours plongé dans l'eau et la contre-électrode est réalisée par le récipient en inox (via la tresse et l'eau) ; le câble est toujours plongé dans l'eau et la contre-électrode est toujours réalisée par le récipient en inox mais la tresse a été retirée. Le résultat de ces expériences préliminaires est synthétisé Figure 29.



**Figure 28: Représentation des quatre essais préliminaires de validation du principe de mesure par contre-électrode aqueuse. L'échantillon utilisé est un câble isolé au polyéthylène (PE) d'une longueur de 1 m**

A 1 kHz, la capacité mesurée dans les configurations 2, 3 et 4 (immergées) est très proche de la capacité attendue pour un tel câble (i.e.  $C_l=106\text{pF/m}$ ). Le calcul montre que la fréquence de relaxation des charges d'espace dans cette configuration est en effet largement supérieure au kHz (cf. démonstration §II.3.4 a). Le champ électrique initialement appliqué sur l'eau se retrouve donc appliqué aux bornes du solide dans un temps de l'ordre de  $3\tau=170\text{ns}$ .

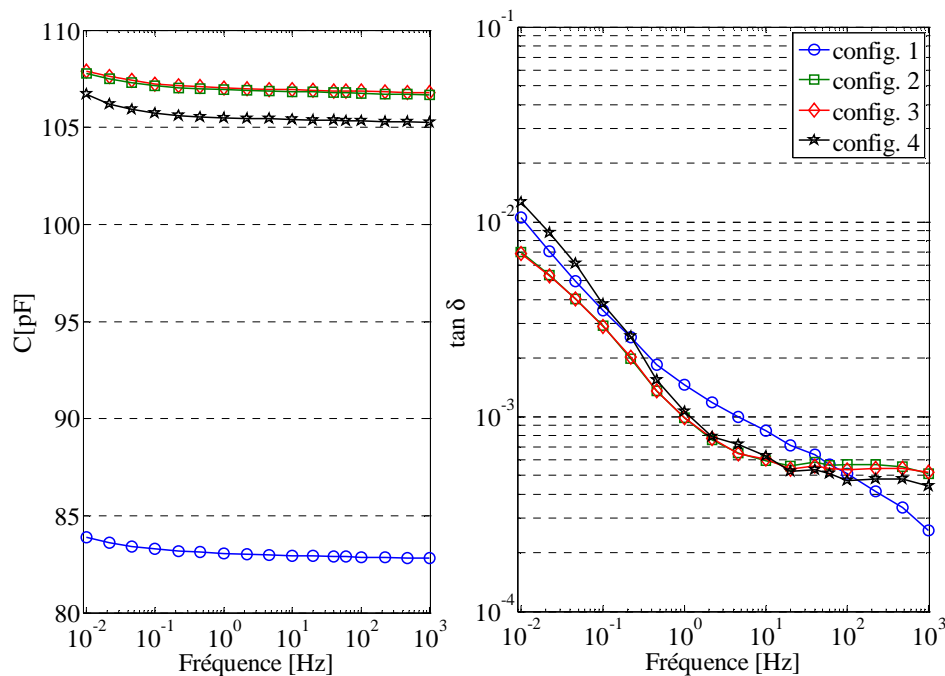


La faible capacité mesurée dans la configuration 1 (sec) s'explique par la présence d'une couche d'air entre la tresse de cuivre étamée et le polyéthylène qui ajoute une capacité série.

A 1 kHz, le facteur de perte (ie.  $\tan\delta$ ) mesuré dans les configurations 2, 3 et 4 (immergées) est très proche du facteur attendu pour un polyéthylène haute densité (i.e.  $\tan\delta=5.10^{-4}$ ). Dans ces configurations, la contribution de l'eau au facteur de perte reste donc négligeable.

Mais rappelons que la fréquence de relaxation des charges d'espace dans notre configuration (électrode-isolant-eau-électrode) est largement supérieure au kHz. Le champ électrique dans la couche d'eau est par conséquent négligeable ainsi que l'empreinte de cette couche d'eau sur les facteurs de perte totale.

A 10mHz, la remontée des pertes et de la capacité enregistrée dans les 4 configurations, pourraient être imputable à une conductivité superficielle en bout de câble. Les charges ainsi drainées auraient pour effet de prolonger la surface d'électrode et par conséquent la capacité apparente. L'autre scénario envisageable serait celui d'une polarisation à l'interface de l'isolant.

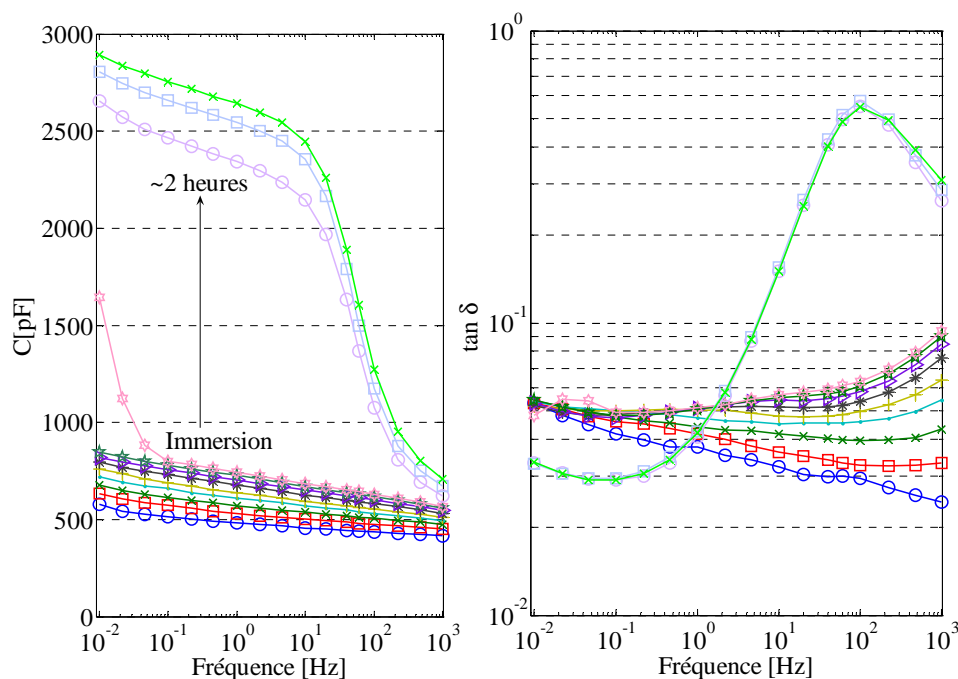


**Figure 29: Capacité et  $\tan \delta$  obtenus à partir des quatre configurations ayant pour but de valider la mesure par contre-électrode aqueuse ; le détail des configurations est donné Figure 28**

En conclusion, la configuration 4 semble être valable à la condition que le domaine d'étude reste inférieur à la fréquence caractéristique de relaxation des charges dans le système électrode-isolant-eau-électrode.

### **b. Validation du protocole de mesure appliqué aux développantes**

Les propriétés diélectriques ont été suivies durant les trois premières heures d'immersion de la développante dans l'eau. On observe (Figure 30) dans un premier temps une augmentation régulière de la capacité et du  $\tan\delta$  en fonction du temps.



**Figure 30: Capacité et  $\tan \delta$  obtenus durant les trois premières heures d'immersion de la développante D0**

Cette tendance peut s'expliquer par l'infiltration de l'eau dans la développante. Après 2 heures d'immersion, la capacité présente une forte augmentation à basse fréquence ( $10^{-2}$ - $10^2$ Hz) et le  $\tan \delta$  présente un pic autour de la fréquence de transition de 100Hz. Cette signature est caractéristique d'un mécanisme de polarisation interfaciale (ie. polarisation de charge d'espace). La capacité mesurée de 2,5-3nF à  $10^{-2}$ Hz est cohérente avec celle d'un condensateur constitué du seul film de Kapton. Cela suggère que l'eau s'est infiltrée à travers ou à l'interface de la résine silicone et du papier mica jusqu'au film de Kapton. Ces observations montrent que l'utilisation d'une contre-électrode d'eau impose une durée de mesure suffisamment courte.

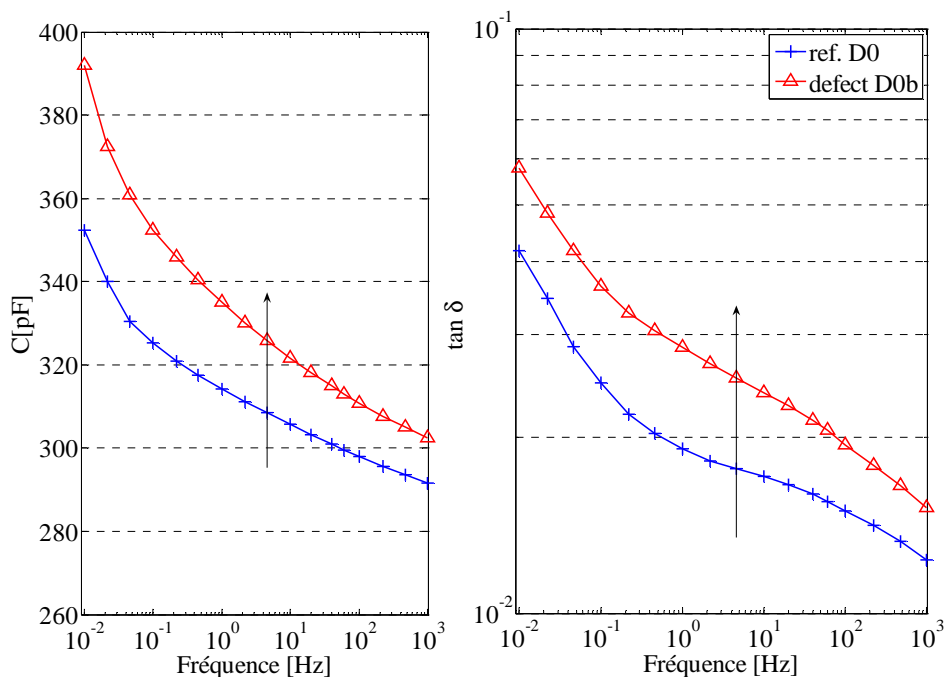
### c. Défaut D0b

La maquette D0b a été transférée dans le four à sa température nominale de cuisson, sans passer par une phase intermédiaire de montée en température. Or cette phase intermédiaire fluidifie la résine, ce qui facilite sa diffusion et son adhésion aux interstices.

Les spectres de capacité et facteur de dissipation sont représentés dans la Figure 31. On observe une augmentation de la capacité par rapport à la référence de l'ordre de 3% à 1kHz puis 11% à 10mHz. Parallèlement, nous enregistrons une augmentation du facteur de dissipation de 25% à 1kHz et 50% à 10mHz par rapport à cette même référence.

A haute fréquence, l'augmentation de la capacité conjuguée à l'augmentation du facteur de dissipation serait liée à une pénétration plus rapide de l'électrode aqueuse dans les interstices laissés vacants par la résine. A l'instar de ce qui a été observé (Figure 30), cette pénétration reviendrait ainsi à réduire l'espace inter électrode et donc à augmenter la capacité.

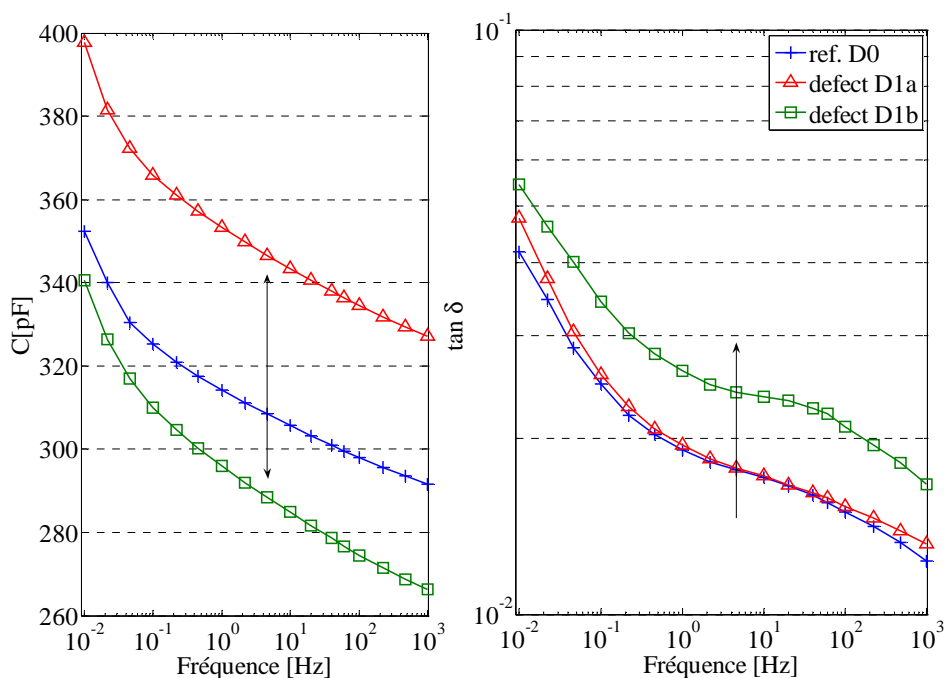
Le défaut D0b semble détectable en se basant sur la capacité et le facteur de dissipation à 10mHz et à 1kHz.



**Figure 31 : Capacité et  $\tan \delta$  de la développante D0b**

#### d. Défaut D1a et b

Dans ces maquettes, un défaut de recouvrement a été introduit. Ainsi, sur les maquettes D1a et D1b, le recouvrement de ruban micacé a été respectivement inférieur à la normale et supérieur à la normale.



**Figure 32: Capacité et  $\tan \delta$  de la développante D1 a et b**

Comme cela est visible sur la Figure 32, les capacités de D1a et D1b sont respectivement plus grande et plus basse que les valeurs de référence dans toute la gamme de fréquence. Pour D1a, les variations de capacité sont de 12% à 1kHz et 14% à 10mHz. Pour

D1b, les variations de capacité sont de -9% à 1kHz et -2% à 10mHz. Le facteur de dissipation de D1a dépasse la référence de 8% à 1kHz et 14% à 10mHz. Le facteur de dissipation de D1b présente quant à lui 42% de pertes supplémentaires à 1kHz et 30% à 10mHz.

Les capacités respectives des maquettes D1a et D1b varient en sens inverse de l'épaisseur d'isolation, comme cela est clairement constaté Figure 32. Du côté du facteur de dissipation la différence de comportement est moins évidente à interpréter.

La détection des défauts D1a et b semble possible en prenant comme principal critère la capacité à 1kHz.

### e. Défaut D3

La maquette D3 a été imprégnée au trempé pendant une demi-heure dans la résine à 65°C, puis polymérisée en statique entre 200 et 220°C pendant 24 heures (Figure 33). La phase d'imprégnation sous vide (VPI) n'a donc pas eu lieu. Cette imprégnation au trempé est donc susceptible de laisser des cavités d'air à l'intérieur du système d'isolation.

La capacité à 1kHz est inférieure à la référence de 4%. A cette fréquence la capacité mesurée dépend essentiellement de la permittivité, la présence de cavité d'air induit est donc probablement à l'origine de cette chute de capacité. A plus basse fréquence, la capacité apparente est plus forte, car une polarisation interfaciale vient s'ajouter à la polarisation volumique. Le facteur de dissipation connaît quant à lui une augmentation de 142% à 1kHz et 37% à 10mHz. Cette augmentation globale peut être imputée à l'imprégnation insuffisante du papier micacé qui a facilité la diffusion d'eau à travers le matériau.

Les capacités à 1kHz et à 10mHz et le facteur de dissipation permettent ainsi de détecter le défaut D3.

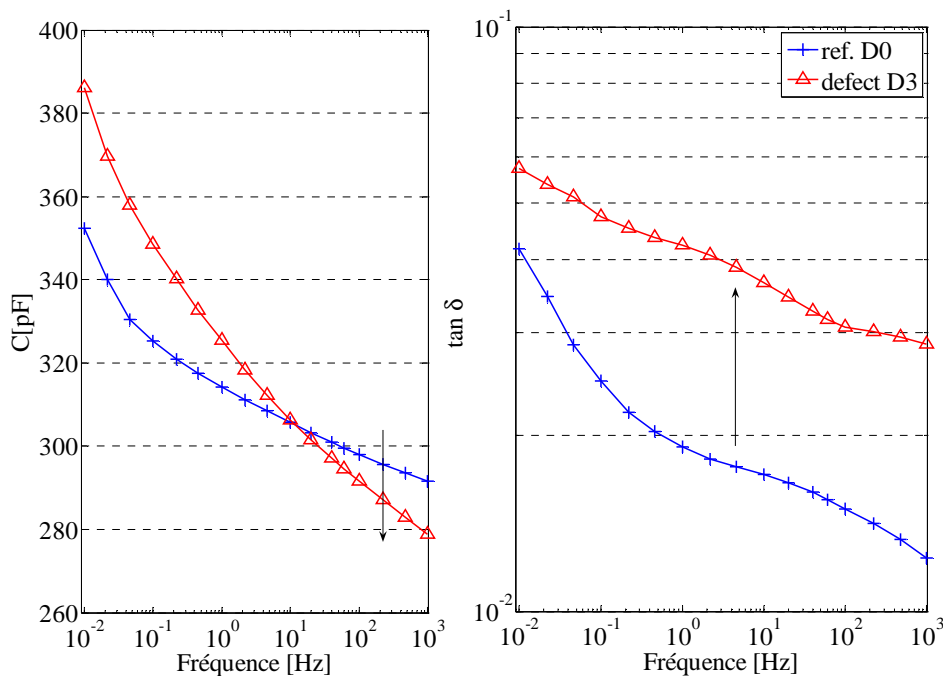


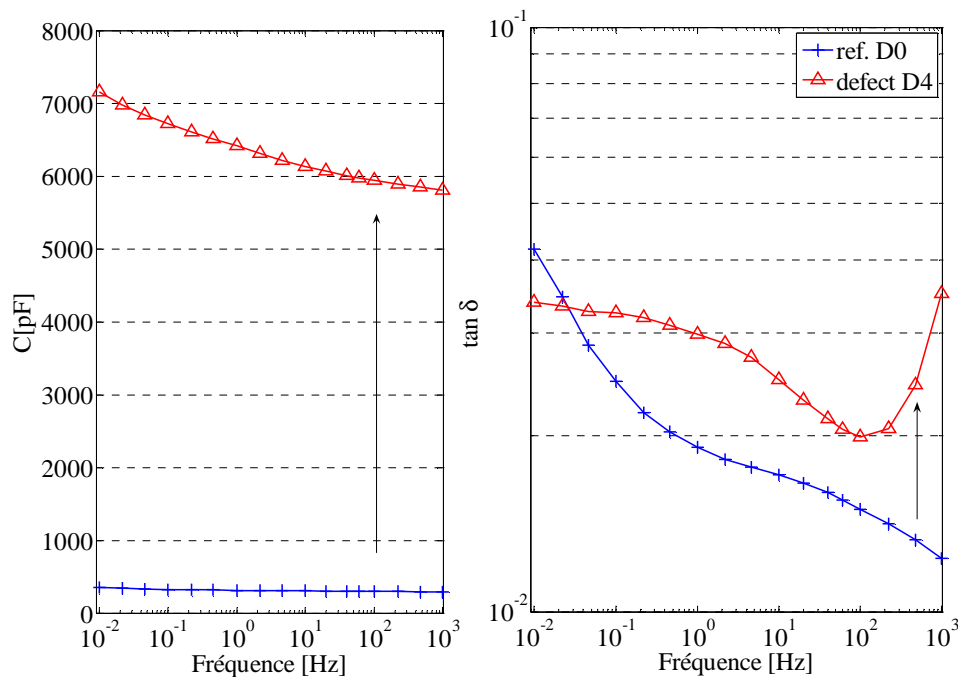
Figure 33 : Capacité et tan δ de la développante D3

### f. Défaut D4

La capacité et le  $\tan\delta$  de la développante D4 qui n'a pas été imprégnée sont comparés avec la développante de référence D0 (Figure 34). La capacité de la développante D4 est nettement supérieure à celle de la référence D0 (de l'ordre d'un facteur 19 à 1 kHz). Le  $\tan\delta$  de D4 est également distinct de celui de D0, avec un accroissement particulièrement marqué à l'approche du kHz.

Les volumes normalement remplis de résine silicone sont remplis d'eau dans la développante D4. La conductivité dans ces volumes permet donc d'acheminer les charges jusqu'aux interfaces bloquantes provoquant cette augmentation de la capacité. L'augmentation du facteur de dissipation enregistré vers le kHz laisse poindre un pic de relaxation à plus haute fréquence, probablement analogue à celui observé Figure 30 sur la maquette de référence. Il pourrait s'agir d'un mécanisme de polarisation des charges d'espaces aux interfaces du Kapton® constituant une sorte de barrière bloquante.

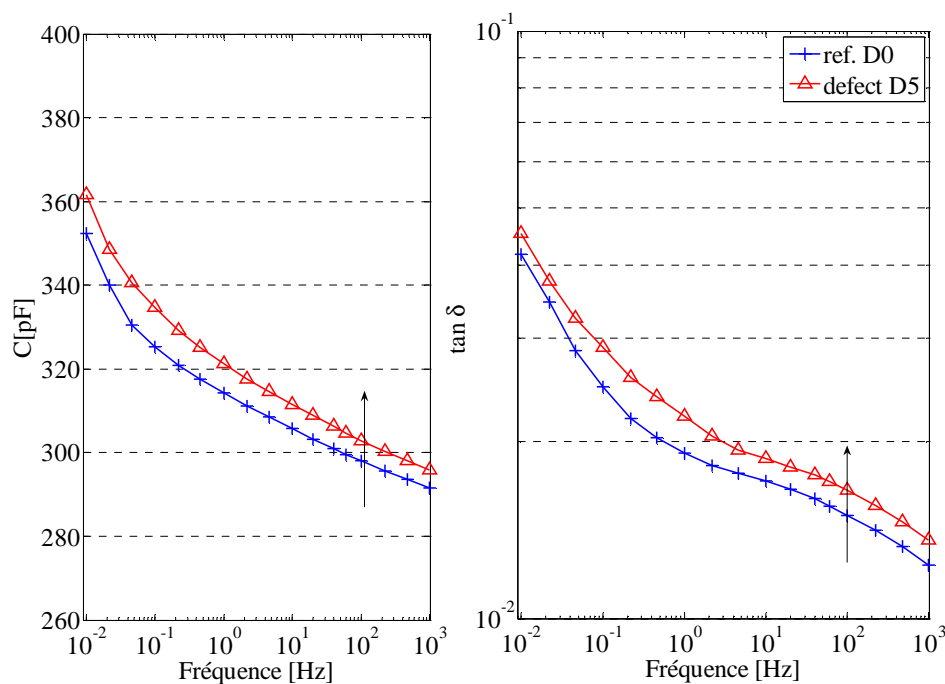
Dans le cas du défaut D4, la très forte capacité sur toute la gamme de fréquence et la stabilisation du  $\tan\delta$  aux basses fréquences semblent être des indicateurs fiables.



**Figure 34 : Capacité et  $\tan \delta$  de la développante D4**

### g. Défaut D5

En temps normal le bobinage doit être séché pour enlever l'humidité dont sont imprégnés les matériaux avant l'imprégnation. Dans le cas de la maquette D5, la procédure de séchage n'a pas été effectuée. Ainsi, l'eau qui n'a pas été retirée lors de la fabrication empêche une bonne imprégnation de l'isolant et en particulier du papier micacé. Lors de la cuisson à "haute" température, cette eau restante est partiellement évaporée, créant par conséquent des vides.



**Figure 35 : Capacité et  $\tan \delta$  de la développante D5**

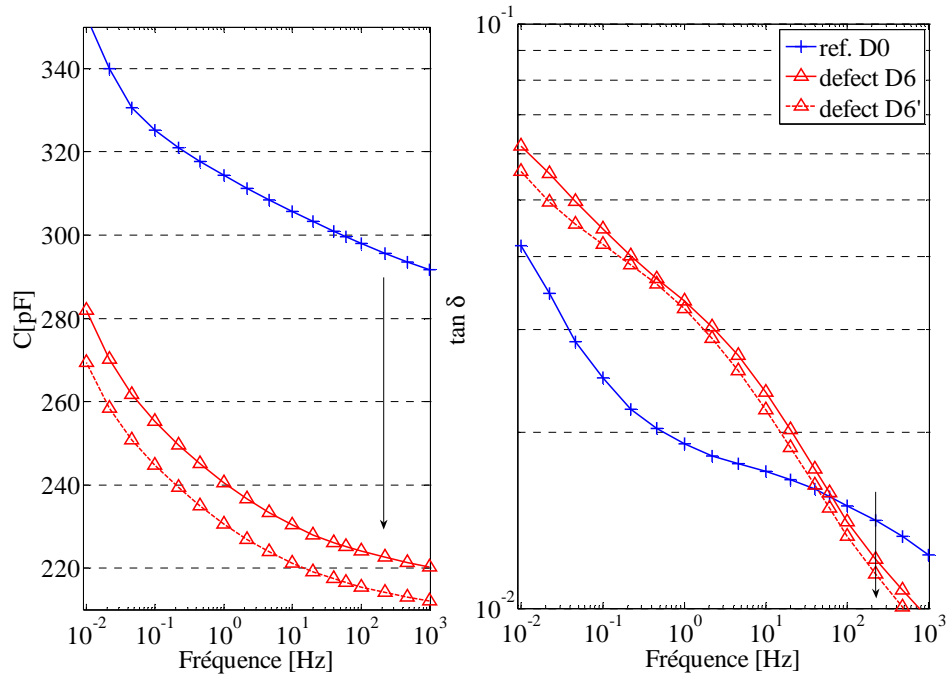
Les légères augmentations de capacité et de facteur de dissipation observées (Figure 35) ne semblent cependant pas significatives. Le défaut D5 n'est donc pas détectable.

#### **h. Défaut D6**

L'enrubannage avec le ruban micacé non humidifié entraîne une mauvaise adhésion du matériau sur les bobines. Les paillettes de mica suivent alors moins bien les courbures du cuivre et ont tendance à se hérissier et parfois à se détacher du ruban. Ceci conduit à l'augmentation de l'épaisseur d'isolation et à une perte de mica. Ce défaut a été reproduit sur la maquette D6. On observe sur la Figure 36 une capacité plus faible que celle de la référence, de l'ordre de -25% à 1kHz et -20% à 10mHz. En effet, l'augmentation de l'épaisseur de l'isolation et les pertes des feuilles de mica, dont la permittivité est supérieure à celle du silicone (6 pour 4), contribuent conjointement à diminuer la capacité globale. Le facteur de dissipation présente la particularité d'être inférieur à la référence à 1kHz (-17%) et supérieur à 10mHz (66%).

Notons par ailleurs que cette expérience a été renouvelée après un nouveau séchage. Le spectre correspondant est noté D6'. On peut ainsi constater que les spectres de D6 et D6' se superposent assez bien, ce qui permet de juger de la reproductibilité des mesures en milieu aqueux.

En définitive, le défaut D6 semble nettement détectable eu égard à la capacité et au facteur de dissipation à 1kHz.



**Figure 36 : Capacité et  $\tan \delta$  de la développante D6**

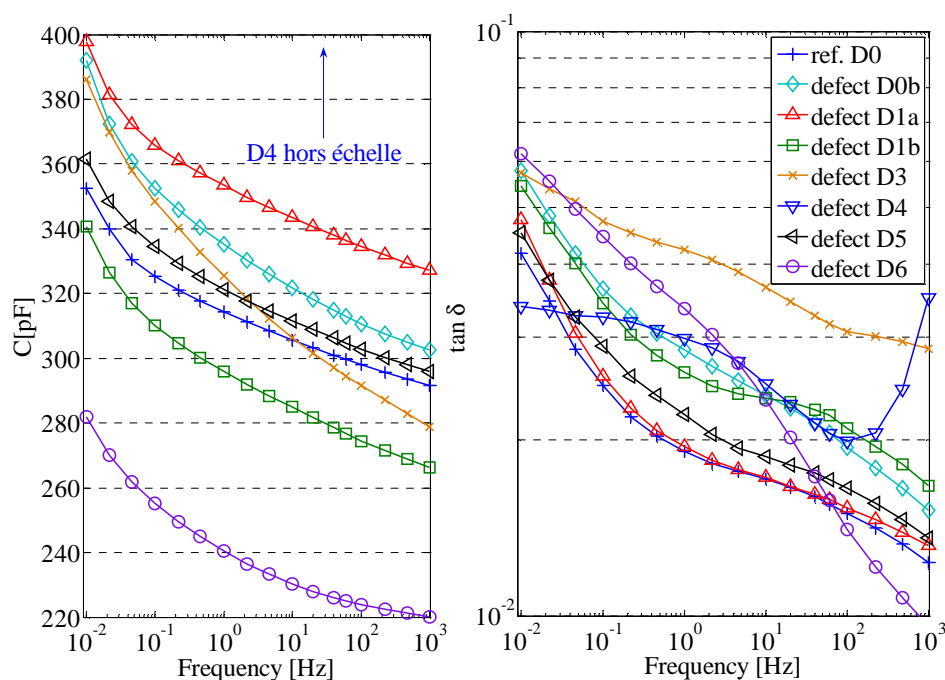
### i. Identification des défauts sur développantes

Les résultats précédents montrent que six des sept défauts considérés ont été détectés, avec des marges de confiance variables. La tâche suivante est d'identifier chacun d'eux. Les capacités et les facteurs de pertes à 1kHz sont rassemblés dans la Table 11 avec leurs variations relatives par rapport aux valeurs de la développante de référence D0. Les comparaisons entre valeurs sont à considérer en prenant en compte l'incertitude des mesures. Les spécifications de l'impédance-mètre conduisent à une incertitude sur la capacité inférieure à 1%. Elle atteint 7% pour le facteur de perte.

La Table 11 montre que les valeurs de la capacité à 1 kHz permettent une identification de six des sept défauts examinés. Le diagnostic peut être confirmé par les valeurs du facteur de dissipation à 1 kHz, qui sont aussi reportées dans La Table 11, et par l'observation des spectres. La spécificité du défaut d'imprégnation D4 est sa capacité très supérieure par rapport à toutes les autres développantes. Le défaut D3 peut être identifié par son facteur de dissipation particulièrement fort et une capacité légèrement inférieure à la référence. Le plus grand chevauchement dans l'enrubannage du papier mica dans le défaut D1b suit la même tendance mais moins prononcée en ce qui concerne les dissipations. Le plus faible chevauchement de la bande de papier mica dans le défaut D1a conduit à une capacité supérieure à celle de D0 d'une dizaine de % et tout à la fois à une faible variation de la valeur du facteur de dissipation, ce qui lui est spécifique et renforce l'identification de ce défaut. Concédons cependant que les écarts sont faibles. La développante D5 a une capacité presque identique à celle de D0 et un facteur de perte environ 17% plus haut. C'est une des variations de facteur de perte les plus basses parmi tous les défauts. De plus, l'allure générale du spectre est très proche de celle de la référence. Ceci met donc en échec cette identification. Comme le défaut D5, le défaut D0b (D7) a une capacité proche de D0 et un facteur de perte sensiblement plus haut (25%). On peut donc considérer le défaut d'avantage identifiable. Enfin, le défaut D6 est le seul induisant une capacité et un facteur de perte plus faible que D0, il se trouve par conséquent identifiable.

**Table 11 : Capacité et  $\tan\delta$  à 1 kHz (valeurs absolues et valeurs relatives par comparaison avec la développante de référence)**

Maquette	C [pF]	$\Delta C/C$	$\tan\delta$ ( $\times 10^{-2}$ )	$\Delta \tan\delta/\tan\delta$
D0	292 $\pm$ 3	-	1,2 $\pm$ 0,07	-
D0b	303 $\pm$ 3	3%	1,5 $\pm$ 0,08	25%
D1a	327 $\pm$ 3	12%	1,3 $\pm$ 0,08	8%
D1b	266 $\pm$ 2	-9%	1,7 $\pm$ 0,08	42%
D3	279 $\pm$ 3	-4%	2,9 $\pm$ 0,1	142%
D4	5803 $\pm$ 30	1890%	3,5 $\pm$ 0,1	192%
D5	296 $\pm$ 3	1%	1,4 $\pm$ 0,07	17%
D6	220 $\pm$ 2	-25%	0.96 $\pm$ 0,07	-17%



**Figure 37 : Capacité et  $\tan\delta$  de l'ensemble des développantes (D0 à D6)**

### II.3.5. Conclusions

Sept défauts artificiels ont été introduits lors de la fabrication dans l'isolation de maquettes de stators et dans l'isolation des développantes de moteurs de moyenne tension. Les maquettes ont été caractérisées par spectroscopie diélectrique dans la gamme 1 mHz-1 kHz.

Dans le cas des maquettes de stator, un effet important de l'humidité sur les propriétés diélectriques a été observé, en particulier à basse fréquence. C'est pourquoi les mesures ont été menées sur des maquettes à l'état sec. Dans le cas des développantes, l'absence de contre électrode (système) nous a conduit à mettre au point une méthode de mesure par immersion dans un milieu aqueux.

Cette méthode s'est révélée appropriée pour détecter et identifier la plupart des défauts examinés. Ces détections et identifications ont été principalement permises par la comparaison des valeurs de capacité à 1 kHz. Les spectres du facteur de perte et sa valeur à 1 kHz permettent de compléter le diagnostic.



### **II.3.6. Contributions et devenir des masters**

Ce travail a été conduit grâce à deux stages de master successifs co-encadrés à 50% par P. Rain. Le premier stagiaire était E. Obame avec pour sujet le “ Développement de méthodes d’évaluation de la qualité des isolations électriques neuves et vieilles des moteurs de traction ferroviaire”. Le second stagiaire était T. Tran avec pour sujet la “ Détection et identification de défauts situés dans les développantes des moteurs de traction ferroviaire ”. E. Obame a été associé à 100% des publications ayant traités à son sujet de master : [18], [31]. Il en a été de même pour T. Tran : [17], [32]. Ces travaux ont été menés avec la collaboration et le financement de la société Alstom Transport (Ornans). E. Obame a poursuivi en thèse au G2Elab et il est à présent Maître de Conférences au Gabon. T. Tran a poursuivi ses études au LAPLACE en tant que doctorant (Toulouse).

## II.4. Calorimétrie des pertes par infrarouge : Développement d'un procédé de mesure et application [5], [7], [9], [25], [27], [55], [40]

### II.4.1. Introduction

L'évaluation du rendement des systèmes et des composants de puissance est un critère essentiel de conception. Les récentes exigences en matière de sobriété énergétique n'ont fait qu'accentuer cet enjeu.

Les mesures des pertes par les méthodes électriques présentent des bonnes performances en continu et en alternatif basse fréquence. Cependant, ces méthodes atteignent leurs limites métrologiques lorsque les rendements tendent vers 1 et/ou lorsque les fréquences dépassent 100 kHz. (eg. dans le cas du wattmètre PPA5530 l'erreur de mesure à  $f=100$  kHz atteint  $\varepsilon'=19\%$  à 100 W et  $\eta=90\%$  de rendement selon (13).

$$\varepsilon' = \frac{\Delta P}{P} = \frac{\Delta P_e + \Delta P_s}{P_e - P_s} = \varepsilon \cdot \frac{1 + \eta}{1 - \eta} \quad (13)$$

où  $\left\{ \begin{array}{l} \eta \text{ est le rendement du composant testé} \\ \varepsilon \text{ est l'erreur relative du wattmètre} \\ \Delta P \text{ est l'erreur absolue entrée + sortie} \\ P \text{ est la puissance absolue entrée - sortie} \end{array} \right.$

Une alternative consiste à s'affranchir de ces aspects, en mesurant les pertes sous forme thermique: il s'agit de l'approche calorimétrique. Plusieurs méthodes sont d'ores et déjà utilisées et affichent des précisions remarquables. Ces dispositifs présentent cependant un certain nombre de limites tant sur leur gamme de puissance, de fréquence, de tension ou de température d'utilisation que sur la géométrie du composant à tester.

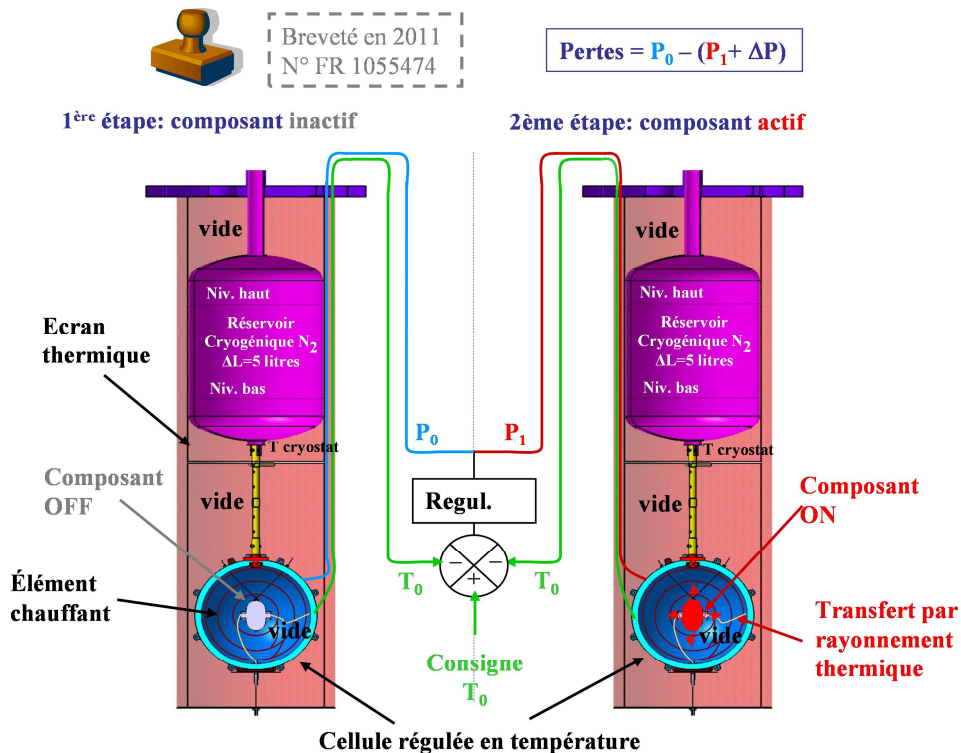
Afin de pallier à ces limites, nous avons conçu et breveté un nouveau dispositif calorimétrique à rayonnement thermique permettant de repousser les insuffisances rencontrées dans les calorimètres actuels.

Nous avons appliqué cette nouvelle méthode calorimétrique à la mesure des pertes produites par : une résistance, un convertisseur « fly-back », une inductance et un condensateur. L'objectif étant d'illustrer par ces cas d'école, la versatilité et la précision de ce dispositif.

### II.4.2. Dispositif calorimétrique

Ce nouveau dispositif calorimétrique est destiné à caractériser les pertes de puissance de matériaux et matériels sous contraintes électriques (Figure 38). Dans ce calorimètre, l'échange de chaleur entre le composant et la cellule de mesure s'effectue par rayonnement thermique. Ce dispositif permet de s'affranchir de la forme géométrique du composant. Le calorimètre fonctionne dans une gamme de température allant de  $-50$  à  $+150^\circ\text{C}$ . Il permet ainsi de remonter aux pertes en fonction d'un environnement isotherme contrôlé. Le composant électrique peut être alimenté par une tension arbitraire inférieure à 3 kV efficace et des fréquences pouvant atteindre le MHz. La dimension des objets testés ne doit pas dépasser celle d'une sphère de 18 cm de diamètre. La précision du dispositif peut atteindre les 2% pour des dissipations supérieures à 100 mW. La puissance maximale mesurable est de l'ordre de 10 W pour une température de cellule régulée à  $100^\circ\text{C}$  (Table 12). Enfin le temps de la mesure est de l'ordre de 3 heures.

Les pertes de l'objet d'étude sont déduites par la méthode différentielle. On mesure donc la puissance  $P_0$  de régulation lorsque l'objet d'étude est hors tension puis on mesure la puissance  $P_1$  de régulation lorsque l'objet d'étude est sous tension. Les pertes  $P$  sont ainsi déduites à  $\Delta P$  près, telle que l'illustre l'équation suivante :  $P = P_0 - P_1 + \Delta P$ .  $\Delta P$  représente l'erreur de mesure physique due à une variation des puissances échangées entre la cellule de mesure et le reste du dispositif (thermostat cryogénique, écran thermique et enceinte à vide) entre les deux instants de mesure  $P_0$  et  $P_1$ . Enfin il est à noter que la température du composant est nécessairement supérieure à celle de la cellule et qu'elle n'est pas directement mesurable. Ce  $\Delta T$  peut aisément atteindre plusieurs dizaines de degrés, selon l'émissivité et le facteur de forme du composant testé.

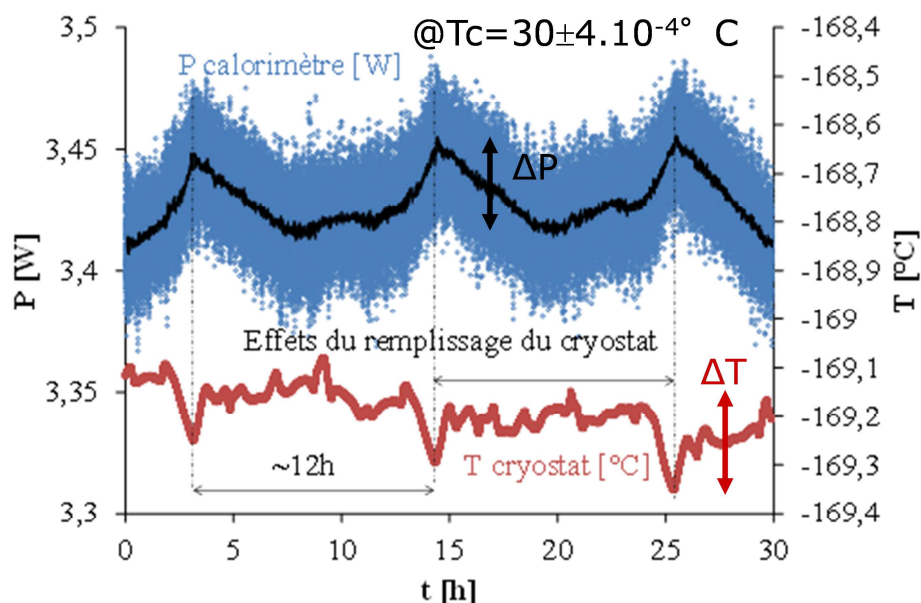


**Figure 38 : Vue d'ensemble du dispositif calorimétrique à rayonnement thermique et représentation de son principe de fonctionnement (méthode différentielle). Ce calorimètre est doté d'un réservoir d'azote liquide évaporant près de 0,4 l/h (=18 W) lorsque la cellule est réglée à 30°C et pour une température ambiante de 21°C. La puissance nécessaire au maintien de la cellule à 30°C est de l'ordre de 3 W. Les mesures sont réalisées sous un vide secondaire de 10<sup>-6</sup> mbar. La mise sous vide secondaire nécessite près de 12 h, et la stabilisation en température du système près 48 h (à 30°C)**

**Table 12 : Caractéristiques métrologiques du dispositif calorimétrique I.R.**

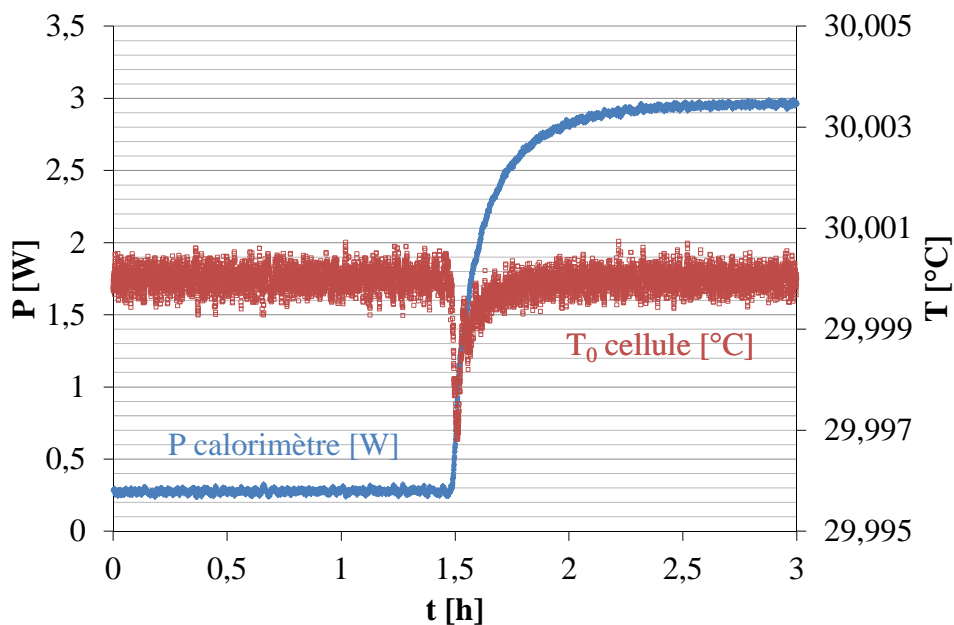
Étendue de mesure	Erreur absolue	Plage de température	Tension/fréquence seuil
de 1 mW à 10 W	2 mW / 100 mW dissipée	de -50 à 150°C	3 kV / 1 MHz

La Figure 39 illustre la stabilité de la puissance de régulation en fonction du temps et de la température du cryostat. On y observe que le remplissage du réservoir cryogénique entraîne une réaction de la puissance de régulation d'environ 30 mW et une variation de la température du cryostat d'environ 0,15°C. On notera enfin que ce cycle de perturbation se répète périodiquement toutes les 12 h. Pour une précision de mesure accrue il est donc préférable de cadencer les mesures avec les cycles de remplissage.



**Figure 39 : Evolution de la puissance de régulation  $P_0$  de la cellule de mesure fixée à  $30^\circ\text{C}$  et de la température du cryostat en fonction du temps et des cycles de remplissage cryogénique**

La Figure 40 donne l'évolution de la puissance de régulation et de la température de la cellule en fonction du temps en partant de l'état actif d'un composant à un état passif. Ce relevé permet d'apprécier la précision de la réaction de régulation et son temps de réponse. On note ainsi qu'un intervalle de 3 heures entre l'état on et l'état off du composant suffit pour en extraire le niveau de perte et que la température de la cellule est régulée à  $\pm 4.10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}$ .



**Figure 40 : Réponse temporelle de la puissance de régulation de la cellule de mesure consignée à  $30^\circ\text{C}$  et de la température effective de la cellule de mesure en fonction du temps en portant de l'état on à off**

### II.4.3. Objets testés

#### II.4.4. Résistance

La charge résistive caractérisée est réalisée par 7 résistances bobinées de  $500 \Omega$  (+/- 1%) connectées en parallèle. La mesure à l'Ohmmètre de cette résistance donne  $71,6 \Omega$ . Cette mesure a été réalisée à  $T_{amb}=23^{\circ}\text{C}$ . Cette résistance a une dérive thermique de  $600/7 \text{ ppm}/^{\circ}\text{C}$ , soit une variation de  $4 \text{ m}\Omega$  pour un  $\Delta T$  de  $40^{\circ}\text{C}$ .

#### II.4.5. Convertisseur fly-back

Le dispositif dont nous avons estimé les pertes est un convertisseur statique basé sur une topologie fly-back (SW02112 commercialisé par SWITCHY) (Figure 41). Ce type de convertisseur est utilisé dans des environnements très fortement contraints en température. Ce convertisseur nécessite une tension alternative d'entrée allant de  $65$  à  $265 \text{ V}$  (RMS) et une fréquence comprise entre  $47$  et  $440 \text{ Hz}$ . La tension continue de sortie est de  $12 \text{ V}$  et le courant nominal de sortie est de  $167 \text{ mA}$  lorsque la résistance de charge est de  $71,6 \Omega$ .

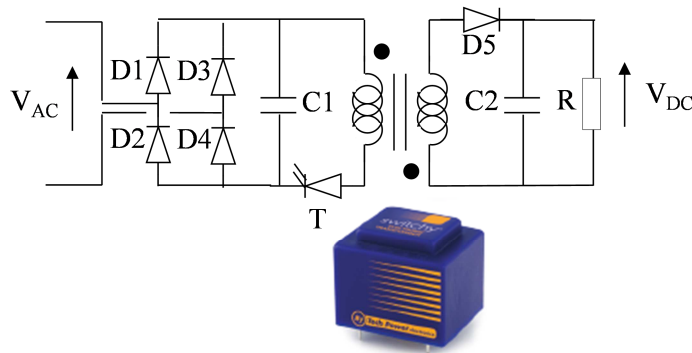


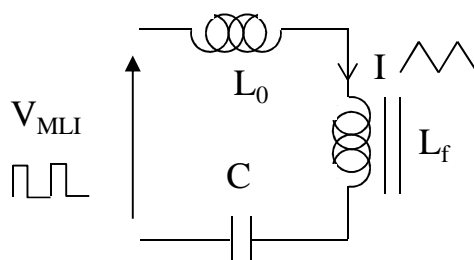
Figure 41 : Schéma de principe (hors système de régulation) et photographie du SW02112 encapsulée dans une résine

#### II.4.6. Inductance et condensateur

Ont été caractérisés distinctement et successivement deux types d'inductances et un condensateur, tous trois montés en série selon le schéma de la Figure 42. L'alimentation est réalisée par un convertisseur à demi-pont délivrant une tension rectangulaire de  $150 \text{ V}$  d'amplitude à fréquence variable. Le rapport cyclique est ajusté afin de maintenir un signal de courant triangulaire le plus proche possible de l'ampère efficace ( $I_{RMS}=1 \text{ A}$ ).

Les inductances comportent 21 spires de fil de litz (50 brins de  $0,355 \text{ mm}$  de diamètre) de  $4,95 \text{ mm}^2$  de section équivalente. Les spires sont enroulées autour d'un noyau : en fer doux (Magnetics High Flux,  $125\mu$ , C058906A2) ( $L_f=78 \mu\text{H}$ ) ou en bois ( $L_0=0,5 \mu\text{H}$ ), torique de  $221 \text{ mm}^2$  de section, de  $79 \text{ mm}$  de diamètre extérieur, de  $48 \text{ mm}$  de diamètre intérieur et de  $17 \text{ mm}$  de hauteur. L'inductance à noyau de bois ne présente donc que des pertes cuivre.

Le condensateur (CDE UNL4W30K-F) est de technologie bobinée sèche ( $C=30 \mu\text{F}$ ), à base de polypropylène (PP) métallisé faible perte ( $\text{ESR}=6 \text{ m}\Omega @ 100 \text{ kHz}/25^{\circ}\text{C}$ ).

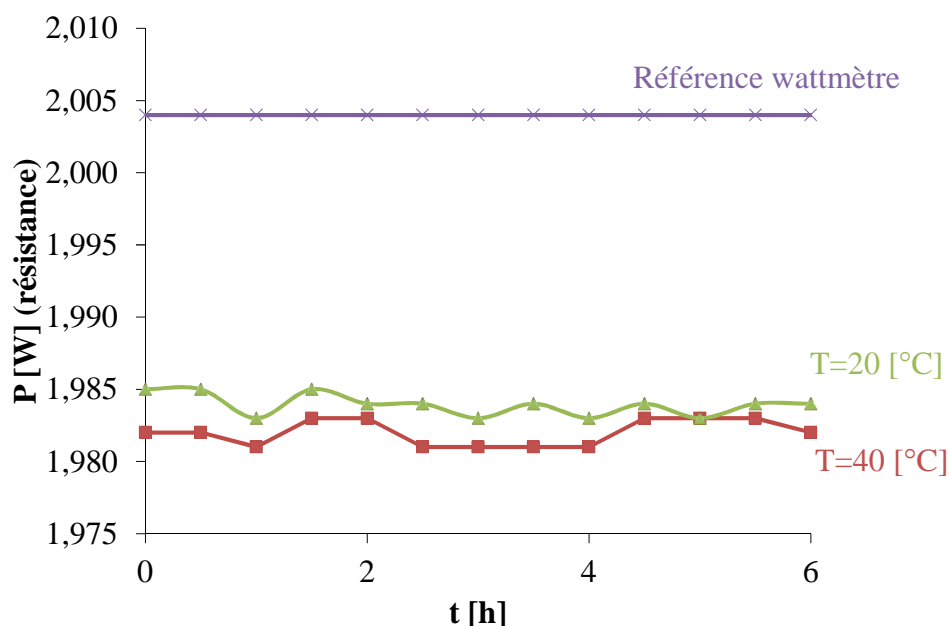


**Figure 42 : Schéma de câblage employé pour étudier la réponse thermique d'une inductance torique à noyau fer doux. La mesure de perte à l'aide du calorimètre porte sur chacun des trois composants.  $L_f=78 \mu\text{H}$ ,  $L_0=0,5 \mu\text{H}$ ,  $C=30 \mu\text{F}$ ,  $V_{\text{MLI}} \text{ cc}=150 \text{ V}$ ,  $I_{\text{RMS}}=1 \text{ A}$**

#### II.4.7. Résultats et discussion

##### j. Stabilité et précision de la mesure en fonction du temps et de la température

La Figure 43, représente la mesure différentielle des puissances ( $P_0-P_1$ ) en fonction du temps aux deux températures : 20 et 40°C. Le composant caractérisé est une charge résistive de 71,6  $\Omega$ , dont la dérive thermique entre 20 et 40°C est négligeable.

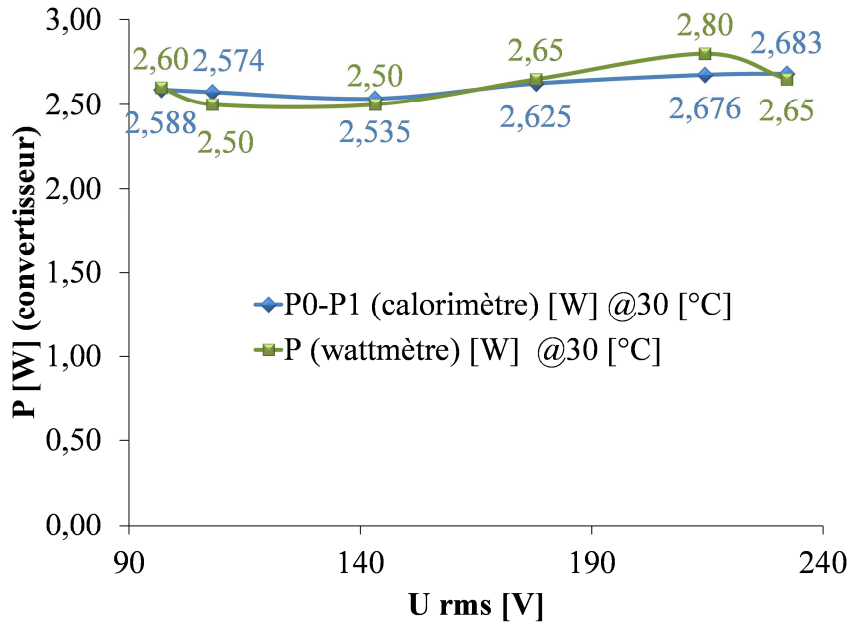


**Figure 43 : Evolution des pertes ( $P_0-P_1$ ) d'une résistance équivalente de 71,6  $\Omega$  aux deux températures 20 et 40°C**

On observe que les pertes estimées par calorimétrie sont égales à 1,982 W lorsque la cellule est réglée à  $T=40^\circ\text{C}$ , soit 1,45% de moins que la puissance attendue. Ce résultat est conforme aux performances métrologiques de ce calorimètre : l'erreur typique étant de l'ordre 2%. On observe une stabilité des pertes en fonction de la température à 0,25% près. Ces résultats permettent d'estimer les pertes produites par la charge résistive avec une précision de l'ordre de 1,6%.

### k. Mesure des pertes du convertisseur en charge en fonction de la tension

La Figure 44 illustre l'évolution des pertes ( $P_0-P_1$ ) du convertisseur chargé en fonction de la tension d'alimentation lorsque la cellule est régulée à 30°C, en comparaison avec la puissance active mesurée à l'aide d'un wattmètre.



**Figure 44 : Evolution des pertes ( $P_0-P_1$ ) du convertisseur à vide et du convertisseur chargé en fonction de la tension d'alimentation à  $f=50$  Hz lorsque la cellule est régulée à 30°C, en comparaison avec la puissance active mesurée à l'aide d'un wattmètre (IES ISW8300)**

Sous 230 V, les pertes sont de 2,683 mW contre 2,65 mW vues par le wattmètre. On observe que les pertes mesurées au calorimètre sont proches de celles vues par le wattmètre, la différence de mesure ne dépassant jamais les 10%.

### l. Mesure des pertes d'une inductance à noyau de bois en fonction de la fréquence

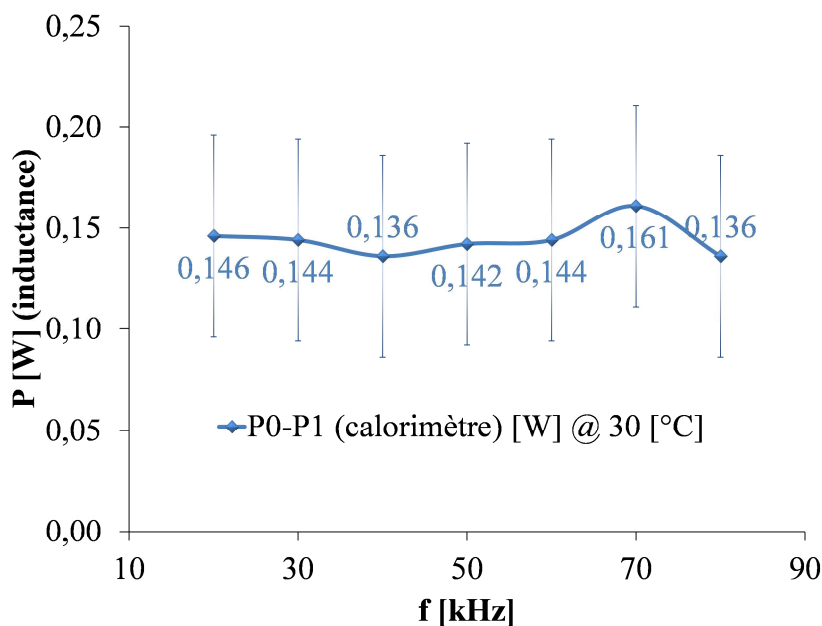
La Figure 45 illustre l'évolution des pertes ( $P_0-P_1$ ) de l'inductance dotée d'un noyau en bois torique en fonction de la fréquence d'alimentation lorsque la cellule est régulée à 30°C. Cette inductance n'ayant pas de noyaux magnétiques, on retrouve ici uniquement les pertes cuivre.

On observe une stabilité des pertes cuivre de 20 kHz à 80 kHz, ne laissant paraître aucun effet de peau majeur sur les pertes mesurées. Ces pertes sont comprises entre 161 mW et 142 mW.

Le rayon du conducteur utilisé dans cette inductance (0,178 mm) étant inférieur à l'épaisseur de peau (0,233 mm à 80 kHz dans du cuivre à 25°C), l'effet de peau ne peut se faire ressentir. Les pertes par effet de proximité sont également fortement limitées par le faible nombre de spires toutes réparties sur une seule couche.

La valeur théorique de la résistance DC de cette inductance est égale à 10 mΩ. La valeur des pertes attendues lors de cet essai devrait donc être de l'ordre de 10 mW ( $I_{eff}=1$  A). La valeur plus élevée mesurée met en exergue l'importance de la connectique et des amenées

de courant au sein même du calorimètre. En effet, dans sa version actuelle, les connectiques introduisent une résistance série non négligeable.



**Figure 45 : Mesure des pertes (P0-P1) de l'inductance à noyau de bois sec ( $L_0=0,5 \mu\text{H}$ ) en fonction de la fréquence d'alimentation de 20 kHz à 80 kHz lorsque la cellule est réglée à 30°C (ie. T inductance  $\approx 41^\circ\text{C}$ )**

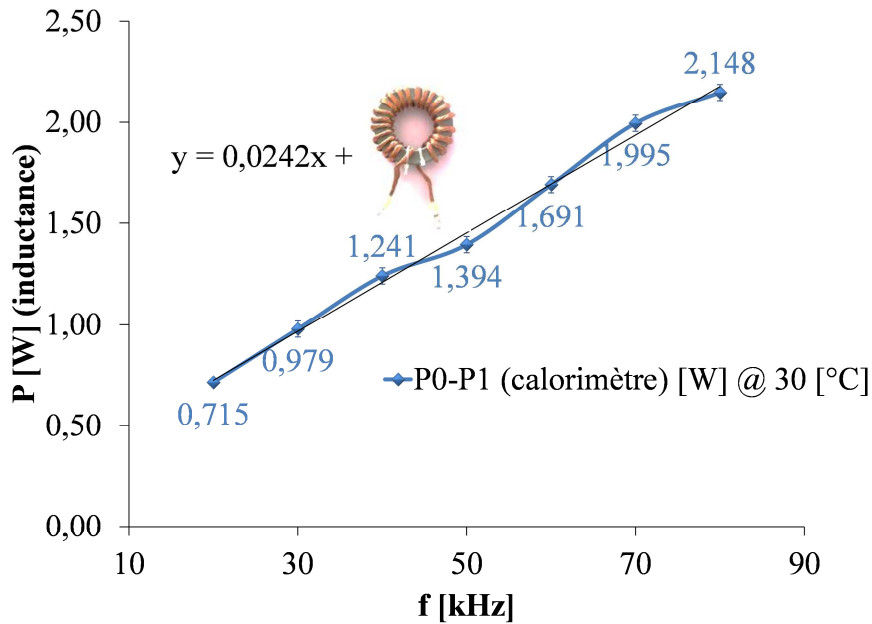
#### m. Mesure des pertes d'une inductance à noyau de fer doux en fonction de la fréquence

La Figure 46 illustre l'évolution des pertes ( $P_0-P_1$ ) de l'inductance dotée d'un noyau de fer doux en fonction de la fréquence d'alimentation lorsque la cellule est réglée à 30°C.

On observe une augmentation régulière des pertes avec la fréquence sur une étendue  $\Delta f$  de 60 kHz. On note ainsi que les pertes cuivre et fer ont triplé de 20 kHz à 80 kHz. Ces pertes sont comprises entre 715 mW et 2148 mW.

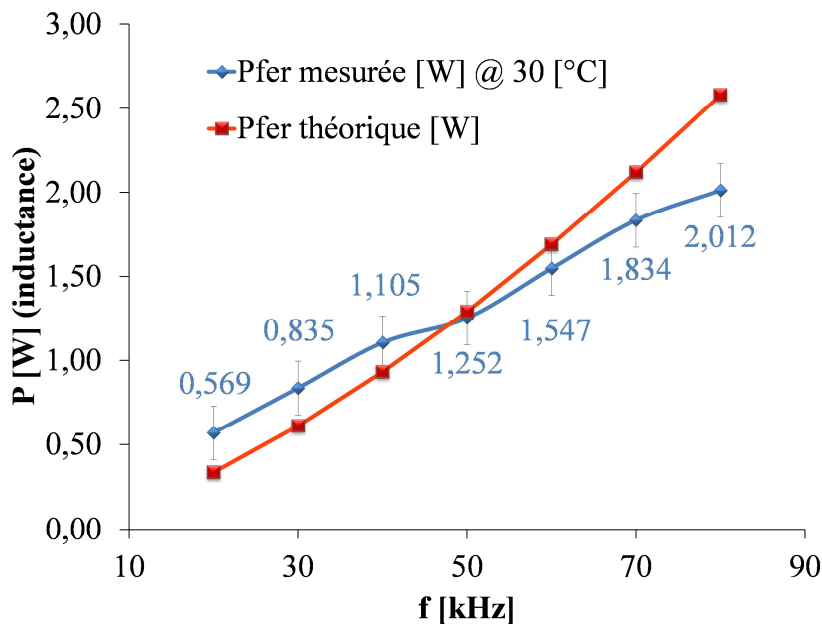
Ces mesures englobent les pertes fer, les pertes cuivre propre à l'inductance et les pertes cuivre dues aux amenés de courant. Nous proposons donc Figure 47 une estimation des pertes fer par soustraction des pertes cuivre de la Figure 45 aux pertes totales de la Figure 46.





**Figure 46 : Mesure des pertes (P0-P1) de l'inductance à noyau de fer doux ( $L_f=78 \mu\text{H}$ ) en fonction de la fréquence d'alimentation de 20 kHz à 80 kHz lorsque la cellule est réglée à 30°C (ie.  $T_{\text{inductance}} \approx 50^\circ\text{C}$ )**

Ces résultats sont comparés aux pertes fer rendues prévisibles par le modèle de Steinmetz. Ce modèle donne une bonne représentation du niveau de pertes et de son évolution. Notons que ce modèle est moins réaliste lorsque les signaux s'éloignent du sinus, ce qui est le cas ici, puisque le courant est triangulaire et fortement non-symétrique. Nous ne pouvons donc pas comparer strictement les résultats expérimentaux avec les résultats théoriques mais nous pouvons voir que le niveau et l'évolution des pertes dans les deux cas sont cohérents.



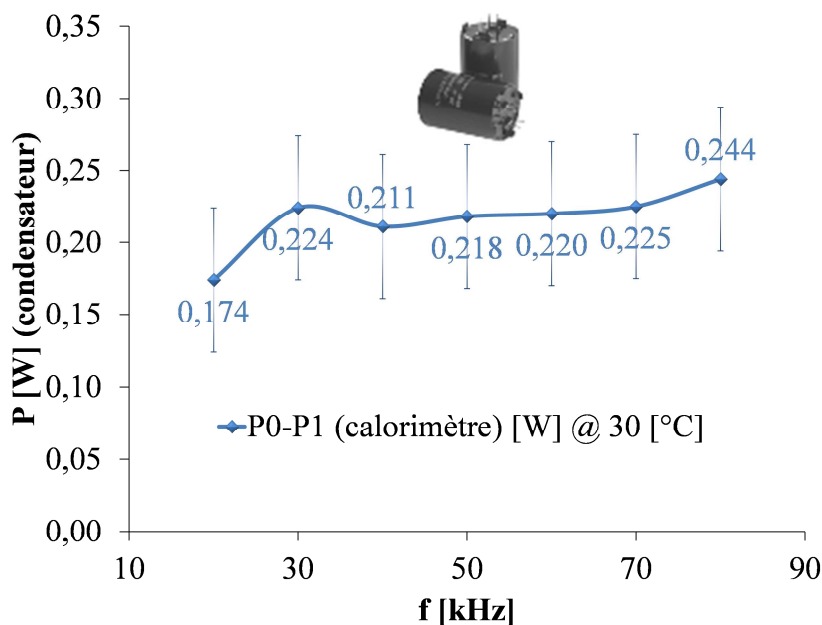
**Figure 47 : Estimation des pertes fer de l'inductance à noyau de fer doux en fonction de la fréquence d'alimentation de 20 kHz à 80 kHz lorsque la cellule est réglée à 30°C (par soustraction des pertes cuivre de la Figure 45 aux pertes totales de la Figure 46). Comparaison avec les pertes prévisibles par le modèle de Steinmetz**

### n. Mesure des pertes d'un condensateur bobiné en fonction de la fréquence

La Figure 48 illustre l'évolution des pertes ( $P_0-P_1$ ) du condensateur bobiné en fonction de la fréquence d'alimentation lorsque la cellule est réglée à 30°C.

On peut observer que les pertes mesurées augmentent de près de 40% de 20 kHz à 80 kHz. Ces pertes sont comprises entre 174 mW et 244 mW.

Les pertes produites par de tels condensateurs sont réputées décroissantes puis croissantes avec la fréquence (pertes en V). Selon la valeur de la capacité, le niveau des pertes diélectriques (caractérisées par le facteur de dissipation :  $\tan \delta$ ) et les pertes métalliques (caractérisées par la résistance carrée des électrodes :  $R_{\square}$ ) ; le minimum est typiquement compris entre 10 kHz et 1000 kHz. Dans le cas des condensateurs à base de PP, la décroissance des pertes se fait en  $1/f$  car le  $\tan \delta$  et la permittivité sont réputés quasi constants vs la fréquence. La remontée des pertes qui s'en suit est due à l'effet de peau dont l'épaisseur évolue en  $f^{-x}$  ( $x=1/2$ ) induisant une remontée des pertes en  $f^y$  ( $y>1/2$ ). Enfin, dans le cas des capacités à base de PP métallisé faible perte, le minimum peut avoir l'allure d'un pallier constant sur près d'une décade. Concédonns que la plage de fréquence choisie dans cette étude est trop étroite pour révéler ici ces deux grandes tendances que sont les pertes diélectriques et les pertes métalliques. Nous sommes très probablement situés aux alentours supérieurs de la fréquence caractéristique de ce changement de tendance, puisqu'une légère croissance de perte avec la fréquence est observable.



**Figure 48 : Mesure des pertes (P0-P1) du condensateur bobiné ( $C=30 \mu\text{F}$ ) en fonction de la fréquence d'alimentation de 20 kHz à 80 kHz lorsque la cellule est réglée à 30°C (ie. T condensateur  $\approx 42^\circ\text{C}$ )**

Notons enfin que les pertes mesurées par calorimétrie sont des pertes brutes qui intègrent non seulement les pertes du composant (pertes nettes) mais aussi les pertes de contact ohmique dues aux interconnexions sèches et les pertes dues aux amenées de courant. Il est par conséquent souhaitable de modéliser ou de procéder à une mesure de ces pertes à blanc afin d'extraire les contributions extrinsèques aux composants et d'accéder ainsi à la résistance équivalente série (ESR) propre.

Nous avons donc procédé à ces mesures et avons obtenu des pertes de contact et d'amenées allant de 134 à 142 mW entre 20 kHz et 80 kHz. Si l'on retranche ses pertes extrinsèques aux pertes enregistrées dans le cas du condensateur, on obtient ainsi des pertes nettes allant de 40 mW à 102 mW. Le courant efficace étant réglé autour de l'ampère, l'ESR du condensateur vue par le calorimètre serait comprise entre 40 et 102 mΩ, ce qui est nettement supérieur à l'ESR annoncée par le constructeur (ie. 6 mΩ à l'ambiante et  $f=100$  kHz).

L'ESR du condensateur ne représenterait donc que 4,3% de l'ESR totale qui inclue les amenées et contacts ohmiques secs (sous vide). Ce faible ratio rend vraisemblablement difficile la juste estimation de l'ESR propre du composant. Ce dernier résultat met en perspective deux expériences subsidiaires: (1) évaluer la répétabilité de cette mesure eu égard à la variabilité des contacts ohmiques; (2) effectuer la mesure in-situ (composant et calorimètre) de l'ESR totale à l'aide d'un pont d'impédance.

#### **II.4.8. Conclusions**

Ce nouveau dispositif calorimétrique à rayonnement thermique conçu au G2Elab et breveté en 2012 a permis de mesurer les pertes d'une résistance (à 2% près), d'un convertisseur de type fly-back, d'une inductance et d'un condensateur.

Ce calorimètre présente une large gamme de température de fonctionnement (-50 à 150°C), un temps de mise en service relativement long (48 h) et un temps de mesure relativement court (1 h), une gamme de puissance étendue (1 mW à 10 W) et une très grande précision (2 mW).

Ces mesures ont également montré l'importance de la calibration et de la qualité des contacts secs pour obtenir une précision importante sur de très faibles valeurs de pertes à mesurer.

Ces performances métrologiques en font un dispositif idéal pour mesurer les pertes et/ou rendement des composants et systèmes de puissance dans un environnement isotherme tant à des fins de recherche que de développement.

#### **II.4.9. Contributions et devenir du doctorant**

Ce travail repose sur un dispositif de calorimétrie par rayonnement thermique développé par Elysée Obame dans le cadre de sa thèse puis valorisé grâce à une collaboration avec la start-up (SIREPE). J'ai écrit ce premier sujet de thèse après ma nomination en tant que Maître de Conférences de l'Université de Grenoble. Cette thèse a été financée par le ministère français de la recherche. Cette thèse a été co-encadrée à 50% avec F. Aitken. Cet instrument a également enrichi les travaux de thèse de Hakim Dhahbi (dirigés par A. Kedous-Lebouc et O. Geoffroy) menés en collaboration avec Schneider Electric. En tant que doctorant au G2Elab, puis post doctorant à l'Université de Chalmers (Suède) et enfin Maître de Conférences à l'Université de Masuku (Gabon), Elysée Obame a participé à 87% des publications en lien avec ce sujet de recherche : [5], [7], [9], [27], [40], [55].

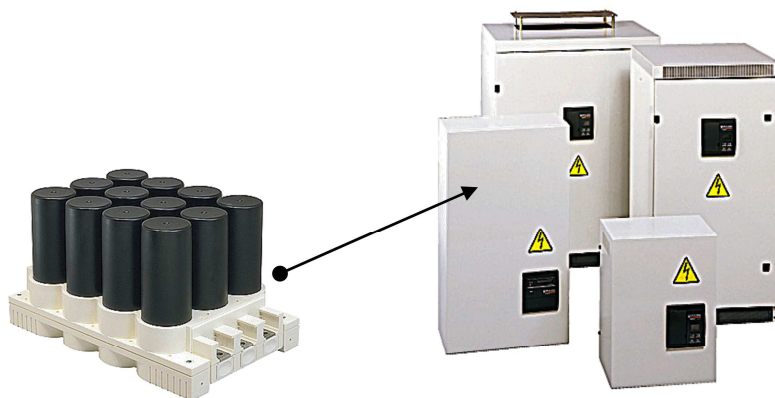
## II.5. Condensateur de puissance : étude diélectrique du polypropylène et du phénomène de dé-métallisation [13], [11], [50], [48], [54]

### II.5.1. Etude des relations structure vs propriété électrique du polypropylène par spectroscopie diélectrique et diffraction des rayons X: application aux condensateurs de puissance sec [11], [50]

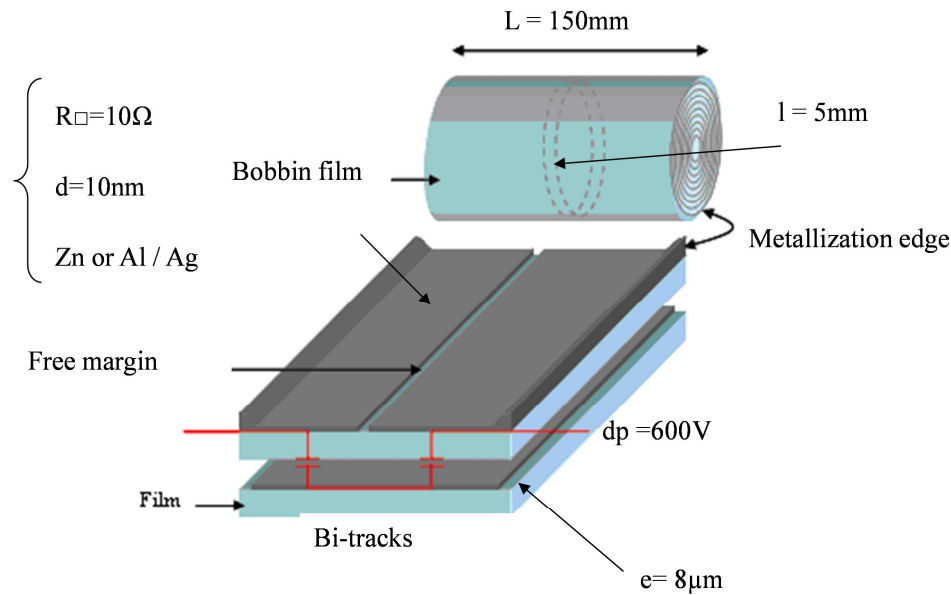
#### a. Introduction

Les condensateurs de puissance dont il est question dans cette étude servent à améliorer l'efficacité énergétique des réseaux électriques en minimisant le déphasage  $\varphi(V/I)$ . (Figure 49).

Ces condensateurs sont construits à partir de films diélectriques bobinés (Figure 50); dans le cas de la technologie des condensateurs secs, ces films minces sont métallisés. En cas de claquage local, la couche mince de métallisation est alors pulvérisée par effet thermique, ce qui a pour conséquence d'isoler électriquement le défaut, on parle alors d'auto-cicatrisation. En contrepartie, l'épaisseur de la métallisation doit être suffisamment faible pour permettre ce phénomène ( $\sim 10$  nm), ce qui induit un accroissement de la résistance série (résistances des électrodes) et par conséquent des pertes plus importantes. Ainsi, les meilleurs films sont ceux dont la capacité et la tenue diélectriques sont stables dans le temps, tout en minimisant la résistance de la couche de métallisation et le facteur de dissipation ( $\tan \delta$ ).



**Figure 49:** Les condensateurs de puissance dont il est question dans cette étude servent à améliorer l'efficacité énergétique des réseaux électriques en minimisant le déphasage  $\varphi(V/I)$ . L'angle  $\delta$  impliqué dans le facteur de dissipation ( $\tan \delta$ ) est égal à  $(\pi/2)+\varphi$  (avec  $\varphi < 0$  dans le cas d'un comportement capacitif)



**Figure 50: Architecture typique des condensateurs de puissance de technologie sèche à base de films métallisés minces. Selon les applications, les spécifications principales sont:  $\Delta C(t_f)/C(t_0) < 10\%$ , minimiser le  $\tan\delta < 10^{-4}$ , et minimiser la résistance série  $\Omega_{\square}$  ( $t_f$  et  $t_0$  représentent respectivement le temps d'utilisation final et initial)**

Parmi tous les types de polypropylène existants, le polypropylène isotactique orienté bi-axialement (BOiPP) est meilleur que le PP non orienté, en raison de ses excellentes propriétés électriques et mécaniques. Le PP orienté peut résister à trois fois la tension d'un film non orienté, et a également un module de Young plus élevé. Ces films sont généralement très isotactiques et cristallins, en raison de la régularité stérique des groupes  $\text{CH}_3$ .

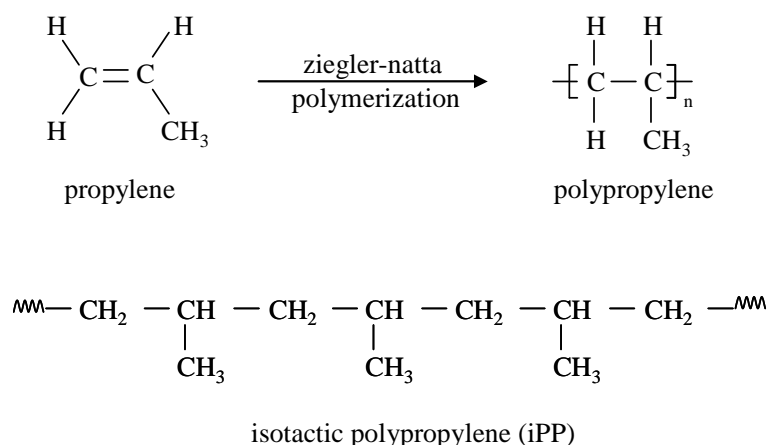
Dans cette étude, nous avons étudié la morphologie des films de trois épaisseurs différentes, ainsi que leurs propriétés diélectriques sur une large gamme de température et de fréquence. Les morphologies des films ont été analysées par diffraction des rayons X grand angle (WAXD) et par microscopie optique polarisée (POM). Les propriétés diélectriques ont quant à elles été acquises par spectroscopie diélectrique (DS). Le but de cette étude était d'analyser les relations entre ces propriétés diélectriques et morphologiques.

## b. Matériaux et méthodes

### i. Propriétés des échantillons

Le PP étudié est d'abord étiré dans la direction de la machine (MD) puis dans la direction transversale (TD) conformément à un processus dit de "Stenter".

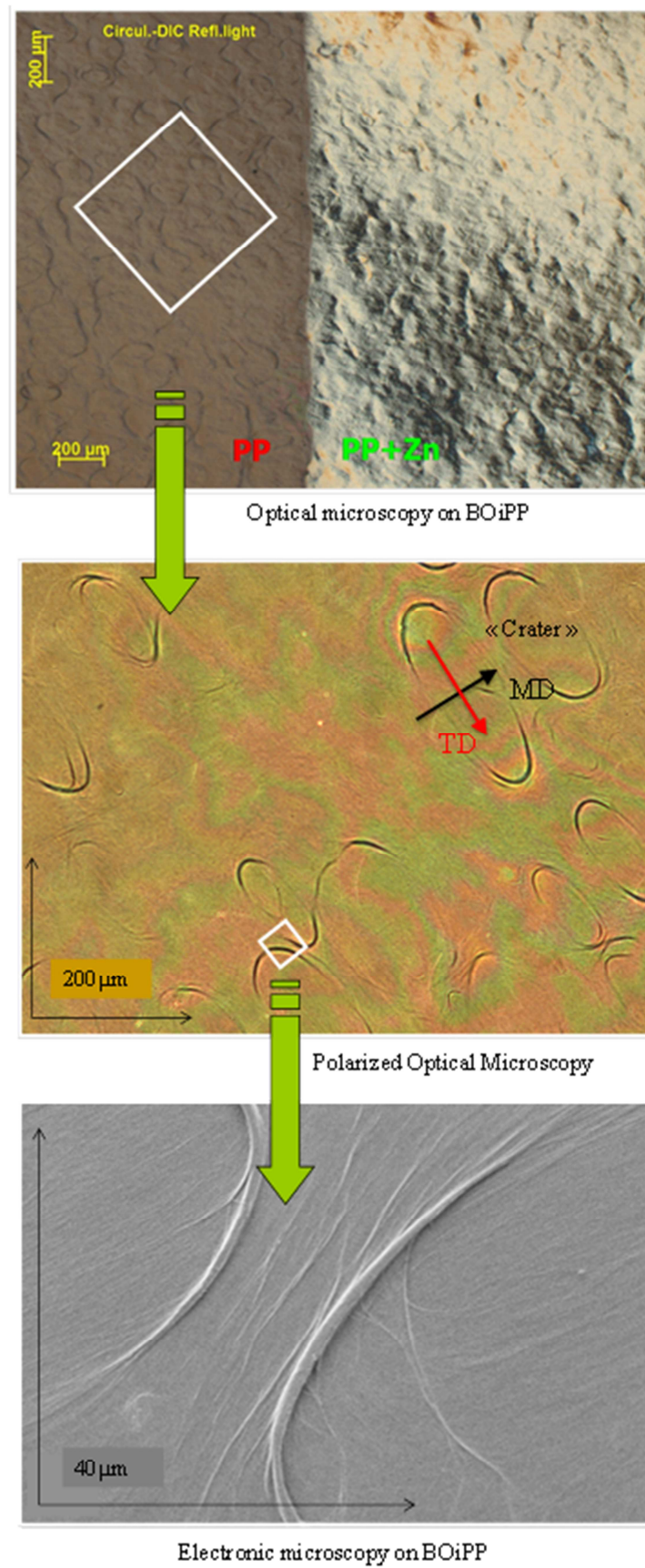
La métallisation industrielle initiale est réalisée avec une couche d'aluminium évaporé (d'épaisseur  $\sim 10$  nm). La surface métallisée est plus lisse que l'autre côté (les rugosités sont respectivement de  $0,08 \mu\text{m}$  et  $0,14 \mu\text{m}$ ). La structure chimique du PP isotactique (iPP) est illustrée Figure 51.



**Figure 51: Structures chimiques du propylène, du polypropylène et du polypropylène isotactique (iPP)**

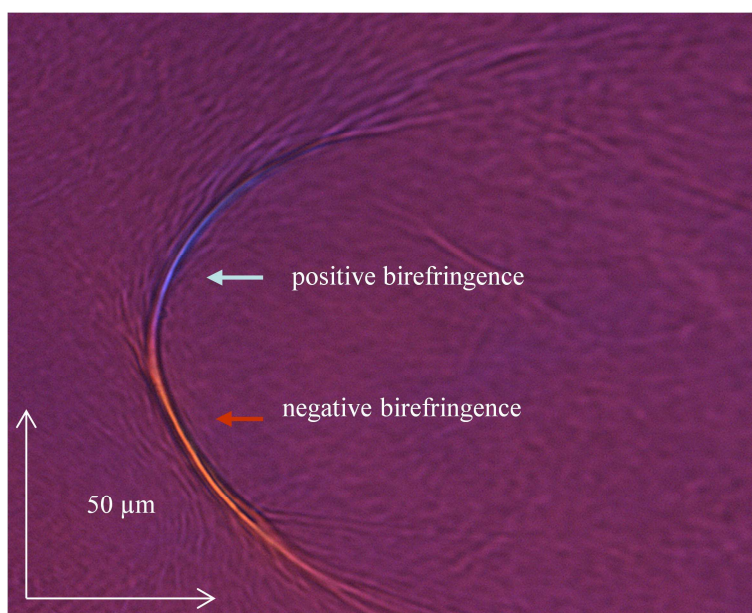
Trois épaisseurs de films différentes ont été examinées: 3,8  $\mu\text{m}$ , 7,8  $\mu\text{m}$  et 11,8  $\mu\text{m}$ . Ces épaisseurs ont été obtenues en agissant sur les paramètres d'étirement pendant le processus Stenter. Plusieurs propriétés de film mesurées sont résumées ci-après. Point de fusion: 167  $^{\circ}\text{C}$  (DSC), poids moléculaire de l'unité répétée: 42,08 g/mol, taux de cristallinité:  $X_C=46\%$  (DSC et WAXD), résistance diélectrique DC: 620 V/ $\mu\text{m}$  à température ambiante (pour une épaisseur de 11,8  $\mu\text{m}$ ).

La Figure 52 est une micrographie d'un film d'une épaisseur de 11,8  $\mu\text{m}$ . On observe un motif répétitif à la surface de l'échantillon, correspondant à la micro-morphologie de la phase cristalline. Ces clichés révèlent un motif de type "Cratère" répété avec une distribution aléatoire et avec une taille moyenne variant de 100 à 250  $\mu\text{m}$ . Le "Cratère" est la morphologie principale associée à la forme cristalline des échantillons de BOiPP (cristallisation de forme  $\beta$  : hexagonal). Cette morphologie présente un caractère biréfringent, en témoigne la présence de deux couleurs apparentées (bleu et jaune) pour chaque motif cristallin (Figure 53).



**Figure 52: Micrographie d'un film de BOiPP de 11.8  $\mu\text{m}$  d'épaisseur**

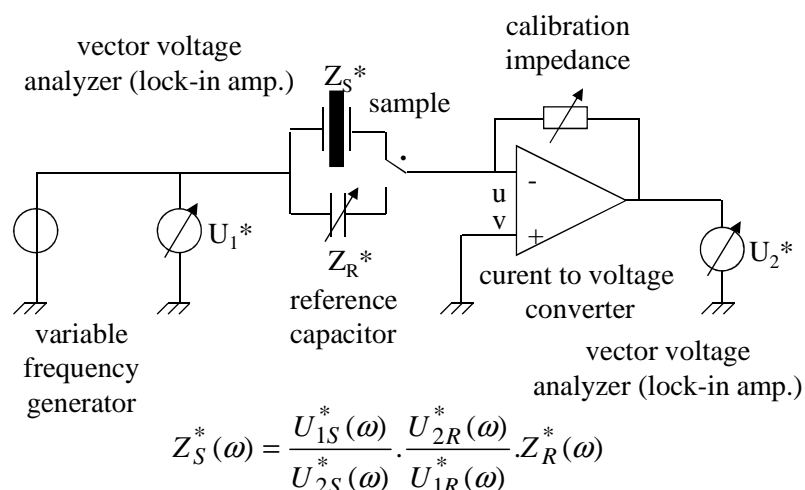




**Figure 53: Phénomène de Biréfringence au sein d'une structure de type "Cratère". Film de  $\beta$ -BOiPP d'épaisseur 11.8  $\mu\text{m}$**

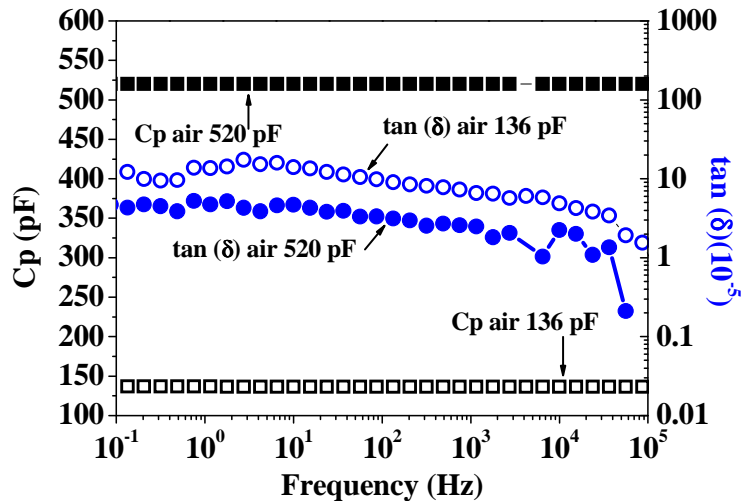
## ii. Dispositif d'analyse diélectrique

Les mesures diélectriques ont été effectuées avec un Novocontrol "alpha A" haute résolution (Figure 54). Il permet de mesurer l'impédance complexe ( $Z^*$ ) à partir de laquelle les propriétés diélectriques telles que la permittivité relative ( $\epsilon'$ ) et le facteur de dissipation ( $\tan \delta$ ) peuvent être déduits. Cet appareil est nécessaire pour réaliser des mesures sur des matériaux à faible perte tels que le PP. L'erreur théorique absolue sur le  $\tan \delta$  est de 0,01% de la mesure  $+3,5 \cdot 10^{-5}$ , à condition que C soit compris entre 80 pF et 8 nF. La Figure 55 donne la limite expérimentale de mesure du  $\tan \delta$ ; réalisée à l'aide d'une capacité à air gardée.



**Figure 54: Schéma électrique et principe de mesure de l'analyseur diélectrique: Novocontrol "alpha A" haute résolution**

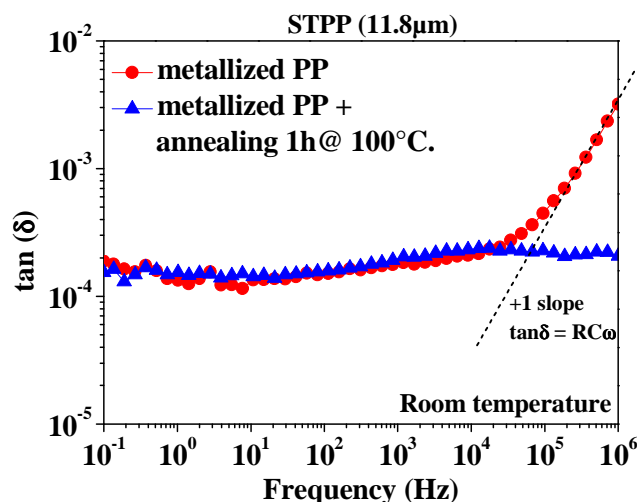




**Figure 55: Facteurs de dissipation vs fréquence d'un condensateur à air réglable (de 520 et 136 pF), illustrant la limite expérimentale de mesure du  $\tan \delta$**

### iii. Préparation des films de PP

Les échantillons ont été métallisés des deux côtés par évaporation d'une couche d'argent, d'une épaisseur de 30 nm. Cela a également été fait sur le côté déjà métallisé avec de l'aluminium, afin de réduire la résistance de la surface de métallisation et favoriser la connexion avec le système de mesure (il était difficile d'obtenir un contact approprié dans le cas de l'aluminium, en raison de la présence d'une couche d'oxydation: Alumine). L'évaporation a été réalisée par effet Joule sous un vide de  $6,10^{-5}$  mbar. Une attention particulière a été accordée pour limiter le chauffage par IR de l'échantillon pendant ce processus. Les échantillons ont ensuite été placés entre des électrodes plates massives et recuits à 100 °C pendant 1 heure sous azote dans des conditions de court-circuit. Ensuite, ils ont été lentement refroidis à température ambiante. Ce protocole a permis d'effacer d'éventuelles disparités dans "l'histoire" de l'échantillon (contraintes mécaniques, charges piégées, etc.) et d'augmenter la surface de contact entre les électrodes solides et la surface métallisée du film; il assure ainsi une bonne reproductibilité des mesures. Avant ce traitement, l'effet de la résistance en série due à un mauvais contact est observable à haute fréquence par la pente +1 (ie.  $\tan \delta = RC\omega$ ) (Figure 56).



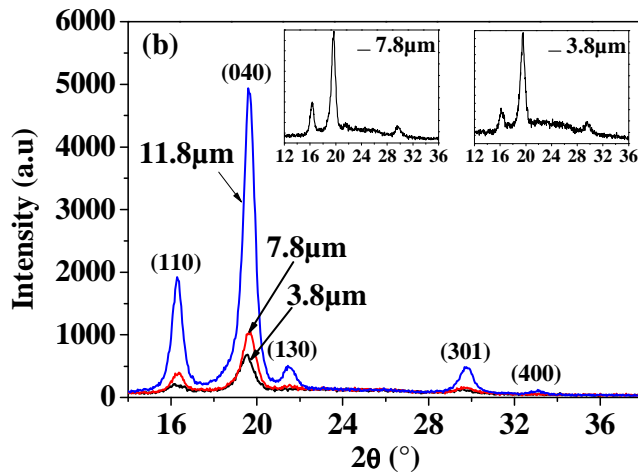
**Figure 56: Facteur de dissipation vs fréquence d'un film de PP métallisé avant et après le traitement par recuit. Ce traitement, consistait à chauffer le film à 100 ° C pendant 1 heure sous azote dans des conditions de court-circuit. Avant ce traitement, l'effet de la résistance en série due à un mauvais contact est observable à haute fréquence par la pente +1 ( $\tan \delta = RC\omega$ )**

### c. Résultats et discussions

#### i. Analyse de la cristallinité

La configuration et les états conformationnels des chaînes de polypropylène influencent la cristallisation et la forme des cristaux dans le matériau. Le polypropylène isotactique peut cristalliser sous trois formes cristallines différentes en fonction de la température, de la pression et des souches mécaniques: on recense ainsi les formes monocliniques  $\alpha$ -, hexagonales  $\beta$ - et orthorhombiques  $\gamma$ -. La forme  $\alpha$ - est la structure la plus commune. Les formes  $\beta$ - se trouvent dans des systèmes cristallisés sous cisaillement. Les cristaux  $\gamma$ - ne se forment que sous haute pression avec un polypropylène de masse molaire élevée.

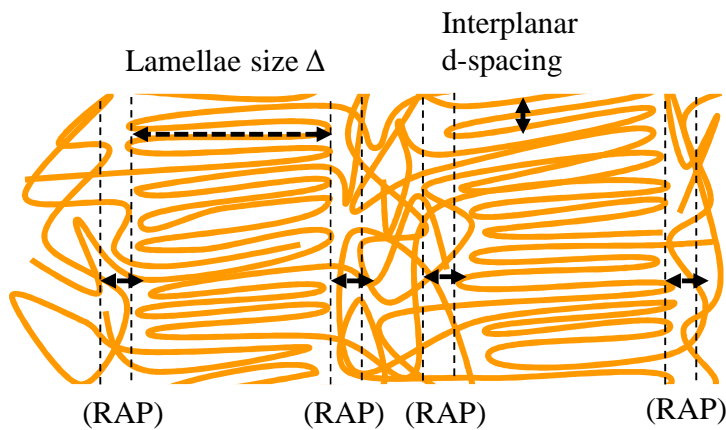
La Figure 57 contient les spectres obtenus par WAXD pour les épaisseurs de film de BOiPP de 3.8, 7.8 et 11.8  $\mu\text{m}$ . Jusqu'à cinq pics de réflexions sont enregistrés dans les orientations: (110), (301), (040), (130) et (400). Le fit fait ressortir une phase cristalline correspondant à la forme hexagonale:  $\beta$  ( $a=14,61$ ,  $b=14,61$ ,  $c=11,55$  et  $\alpha=\beta= 90^\circ$ ,  $\gamma=120^\circ$ ). Les paramètres de structure de forme  $\beta$  sont quantifiés et reportés Table 13 et une illustration de la structure semi-cristalline est proposée Figure 58. Ce film de BOiPP se compose de trois phases. Une phase cristalline dans laquelle les contraintes sont les plus élevées, une phase amorphe mobile dans laquelle le volume libre est plus grand et les contraintes moins importantes et une phase amorphe rigide assurant la transition entre la phase cristalline hautement ordonnée et la phase amorphe mobile très désordonnée. Dans cette phase, le niveau de contrainte et d'ordre est légèrement inférieur. Étant donné que l'épaisseur typique des régions cristallines et amorphes dans les polymères semi-cristallins est d'environ 10 nm, on constate que l'interphase (1 nm de taille) constitue une partie appréciable du volume du système et, par conséquent, contribuera de manière significative aux propriétés macroscopiques. Notons enfin, que ces trois phases pourraient se relaxer de manière différenciée.



**Figure 57:** Spectres XRD obtenus sur trois épaisseurs de film de BOiPP. La profondeur de pénétration de l'échantillon maximale est d'environ 20 nm

**Table 13:** Données structurales calculées à partir des modèles WAXD (cas d'un échantillon de BOiPP d'épaisseur 11,8 μm)

Reflexion peaks	$2\theta$ (°)	Interplanar d-spacing (Å)	Lamellae size $\Delta$ (nm)
(110)	16.31	6.31	17.1
(040)	19.64	5.24	15.2
(130)	21.50	4.79	15.6
(301)	29.77	3.48	14
(400)	33.08	3.14	24.2



**Figure 58:** Représentation d'une structure semicristalline avec localisation des zones lamellaires, interplanaires et des phases amorphes rigides (RAP)

Pour le film le plus épais (11,8 μm), cinq réflexions avec différentes orientations sont observées, tandis que pour les films de 7,8 μm et de 3,8 μm, les pics d'orientation (400) et (130) sont absents ou indétectables (voir les inserts de la Figure 57). Par conséquent, le nombre de pics de réflexion dépend de l'épaisseur du film.

Lorsque l'épaisseur du film augmente, l'augmentation de la taille des lamelles est attestée par la diminution de la largeur totale à mi-hauteur du maximum (FWHM) du pic de

réflexion (040). La taille des lamelles  $\Delta$  est calculée en utilisant l'équation de Debye-Scherrer (14):

$$\Delta = \frac{K\lambda}{FWHM \cos(\theta)} \quad (14)$$

où  $K$  est une constante de proportionnalité  $\sim 0,9$ ,  $FWHM$  la largeur à mi-hauteur,  $\theta$  l'angle de diffraction et  $\lambda$  la longueur d'onde de la source de cobalt ( $\lambda=1,79 \text{ \AA}$ ). Pour ce pic de diffraction (040), les calculs ont montré que la taille des lamelles  $\Delta$  augmente avec l'épaisseur du film:  $\Delta = 11,9 \text{ nm}$ ,  $12,9 \text{ nm}$  et  $15,2 \text{ nm}$  respectivement pour  $3,8 \text{ }\mu\text{m}$ ,  $7,8 \text{ }\mu\text{m}$  et  $11,8 \text{ }\mu\text{m}$  d'épaisseur. D'autre part, puisque la position de diffraction est similaire pour  $7,8$  et  $11,8 \text{ }\mu\text{m}$ , l'espacement, "d" reste constant selon l'équation de Bragg (15):

$$2d \sin(\theta) = n\lambda \quad (15)$$

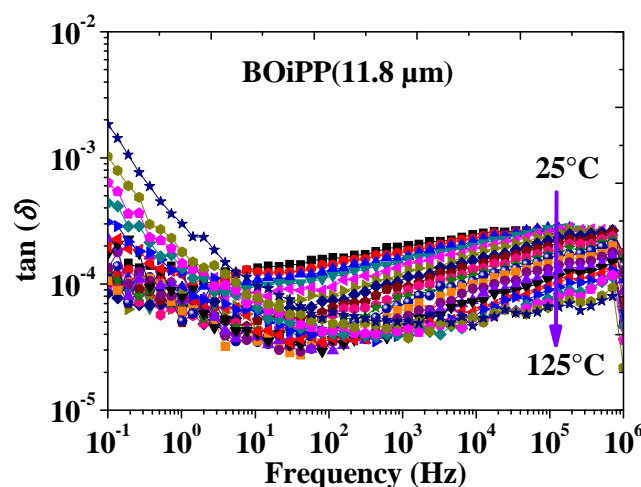
où "n" est le nombre de plans de diffraction ayant la même réflexion (040).

Enfin, les pics de diffraction plus intenses révèlent que le taux de cristallinité augmente avec l'épaisseur.

## ii. Spectroscopie diélectrique

La réponse diélectrique est généralement décrite par la permittivité complexe  $\epsilon^* = \epsilon' - i\epsilon''$ , où les composantes réelles ( $\epsilon'$ ) et imaginaires ( $\epsilon''$ ) représentent respectivement le stockage et la perte d'énergie.

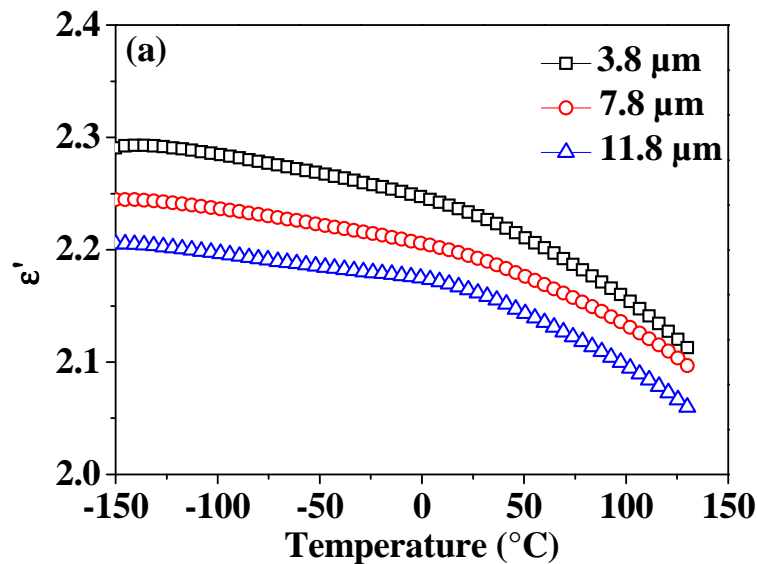
La Figure 59 montre le comportement global du facteur de dissipation  $\tan \delta = \epsilon''/\epsilon'$  en fonction de la fréquence, pour des températures allant de  $20$  à  $125^\circ\text{C}$ . Le facteur de dissipation présente des valeurs faibles, entre  $10^{-4}$  et  $2 \cdot 10^{-4}$  à la température ambiante sur toute la gamme de fréquences étudiées ( $10^{-1}$ - $10^6 \text{ Hz}$ ) et jusqu'à  $3 \cdot 10^{-5}$  à des températures plus élevées. Étant donné que ces valeurs sont assez proches des limites intrinsèques du système de mesure, une attention particulière a été accordée à l'optimisation des conditions de mesure et à la vérification de la validité des mesures.



**Figure 59:** Facteur de dissipation en fonction de la fréquence pour des températures allant de  $25$  à  $125^\circ\text{C}$  (courbes isothermes). Epaisseur du film:  $11,8\mu\text{m}$

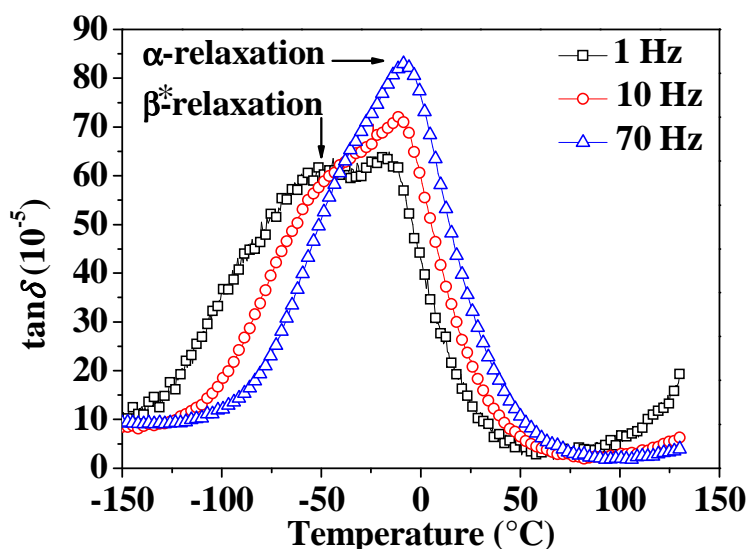
Pour des fréquences supérieures à quelques Hz, une diminution de  $\tan \delta$  est observée lorsque la température augmente jusqu'à environ  $90^\circ\text{C}$ . Cela confirme que le BOiPP est un très bon matériau pour construire des condensateurs. En effet, la diminution des pertes par rapport à la température contribue grandement à la stabilité de la température des condensateurs, à condition que la température reste inférieure à  $90^\circ\text{C}$  (ce qui est généralement le cas). Une tendance inverse (augmentation du  $\tan \delta$  avec la température) est observée à des températures plus élevées ( $>95^\circ\text{C}$ ), et à des fréquences généralement inférieures à 100 Hz. Plus la fréquence est faible, plus le  $\tan \delta$  augmente. À 50 Hz, le  $\tan \delta$  à  $125^\circ\text{C}$  reste inférieur à la valeur mesurée à  $20^\circ\text{C}$ , alors qu'à  $10^{-1}$  Hz, il augmente d'une décade. Cette forte augmentation peut être attribuée à l'influence de la conduction ionique à haute température.

En dehors de cette gamme de haute température, la distribution du  $\tan \delta$  est relativement plate, c'est-à-dire que si phénomènes de relaxation il y a, ils sont faibles ou largement distribués. Dans la gamme de fréquences étudiées,  $\epsilon'$  est parfaitement stable en fonction de la fréquence. Il diminue légèrement avec la température: pour une épaisseur de  $11,8 \mu\text{m}$ , la permittivité diminue de 2,2 à  $25^\circ\text{C}$  jusqu'à 2,05 à  $125^\circ\text{C}$  (ie.  $-7\%/100^\circ\text{C}$ ) (Figure 60). Notons enfin que ces valeurs diminuent légèrement avec l'augmentation de l'épaisseur du film, bien qu'une partie mineure soit due à une expansion thermique d'environ  $1\%/100^\circ\text{C}$ .



**Figure 60: Constante diélectrique du BOiPP à 70 Hz versus température pour différentes épaisseurs de films (extraits des spectres isothermes). L'épaisseur est donnée avec une tolérance de 0.52%**

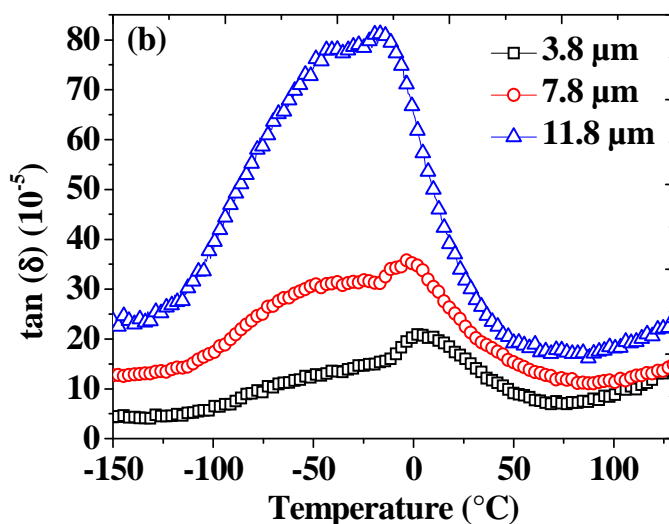
La Figure 61 montre le facteur de dissipation versus la température pour différentes fréquences. On peut voir la présence de deux processus de relaxation. Ils sont déplacés vers des températures plus élevées lorsque la fréquence augmente. Le premier processus de relaxation apparaît dans la plage de température ( $-75$  à  $-20^\circ\text{C}$ ), comme un pic large en  $\tan \delta$ . Ce pic peut être attribué à la relation  $\beta^*$ , comme on l'a observé dans des films étirés biaxialement tel que le poly(éthylène 2,6-naphtalène) semi-cristallin ( $25 \mu\text{m}$  d'épaisseur).



**Figure 61: Facteur de dissipation versus température à différentes fréquences; épaisseur du film: 11.8  $\mu\text{m}$ ;  $C_p=520$  pF (extraites des spectres isothermes)**

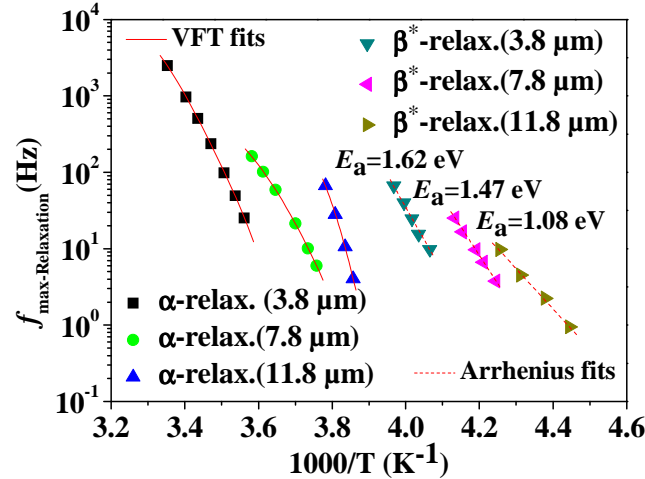
À mesure que la température augmente, on peut voir l'apparition d'un deuxième pic de relaxation (-20 à 0°C). Ce pic  $\alpha$  est associé à la transition vitreuse du matériau, se produisant dans la phase amorphe mobile. La température de transition vitreuse  $T_g$  du film de 11,8  $\mu\text{m}$ , estimée à partir du pic  $\alpha$  de  $\tan \delta$  à 1 Hz, est d'environ -12°C, ce qui est proche de la valeur mesurée par calorimétrie à balayage différentiel (-6 °C).

La Figure 62 montre le facteur de dissipation d'un autre grade de BOiPP à 70 Hz en fonction de la température pour différentes épaisseurs de film. On peut observer que le facteur de dissipation augmente fortement avec l'épaisseur. En outre, la grandeur relative de la relaxation  $\alpha$  semble diminuer par rapport au pic  $\beta^*$ . Concédonns que la différence quantitative observée aux trois épaisseurs n'est significative qu'au voisinage de la température de transition vitreuse. Car il faut garder à l'esprit que ce faible niveau de pertes (jusqu'à  $5 \cdot 10^{-5}$ ) est facilement affecté par un changement de capacité.



**Figure 62: Facteur de dissipation du BOiPP à 70 Hz versus température pour différentes épaisseurs de films;  $C_p=520$  pF (extraits de spectres isothermes)**

La Figure 63 montre la variation de la fréquence caractéristique  $f_{\max}$  des processus de relaxation versus l'inverse de la température pour différentes épaisseurs de film. La fréquence caractéristique de la relaxation obéit à l'équation empirique de Vogel-Fulcher-Tammann (VFT) (16), où  $A$  est une constante,  $T_0$  est la température à laquelle la mobilité moléculaire est gelée (également associée à la température dite de VFT) et  $E_a$  est l'énergie d'activation du processus de relaxation. Cette similitude avec le modèle de VFT confirme que ce processus de relaxation  $\alpha$  est lié à la transition vitreuse de cette classe de BOiPP.



**Figure 63:** Le processus de relaxation  $\alpha$  semble correspondre au modèle de VFT tandis que le processus  $\beta$  semble suivre une loi d'Arrhenius. Films de BOiPP;  $C_p=520\text{pF}$

$$f(T) = A \exp\left(-\frac{E_a}{T - T_0}\right) \quad (16)$$

La fréquence caractéristique de la relaxation  $\beta^*$  obéit à une loi d'Arrhenius. Il semble que l'augmentation de l'épaisseur du film provoque une diminution de l'énergie d'activation apparente  $E_a$ . Les valeurs de  $E_a$  ( $>1\text{eV}$ ) pour les trois épaisseurs de film suggèrent que la relaxation observée à basse température n'est pas régie par le mouvement local, mais plutôt par des mouvements partiellement coopératifs. Notons qu'il est connu que l'énergie d'activation pour le processus  $\beta^*$  est supérieure à la valeur obtenue pour la relaxation  $\beta$  (associée au mouvement local).

L'épaisseur est essentiellement un aspect technique pour produire un film consistant à agir sur les paramètres de température et d'étirement. Ce paramètre de réalisation semble produire plusieurs effets, y compris les effets sur la microstructure. On observe également que la taille des lamelles et le rapport de cristallinité augmentent avec l'épaisseur (Figure 57 et Table 13). La phase amorphe rigide augmente donc par rapport à la phase amorphe mobile (Figure 58). Mais comment expliquer sur cette unique base l'augmentation du facteur de dissipation et la réduction de la permittivité relative ? Pour répondre à cette question, nous proposons ici de faire une analogie avec le comportement du polyéthylène avec une densité plus ou moins élevée (ie. avec un taux variable de cristallinité). Dans le cas du polyéthylène haute densité, le pic de dissipation, qui est dû au mouvement local (pic  $\alpha$  dans leur cas) (pic  $\beta$  dans notre cas), est principalement dû à la phase relativement contrainte telle que la phase cristalline et la phase amorphe rigide. En même temps, la part du polymère amorphe mobile ayant diminué (moins de mouvement libre), la permittivité relative diminue en conséquence. Dans cette situation, ces mouvements pourraient provenir du groupe CH. Mais ce scénario est

probablement trop simple pour tenir compte de toute la complexité des mécanismes impliqués dans la signature spectrale du PP. Rappelons par exemple que l'augmentation de l'épaisseur diminue le rapport de l'oxydation par rapport au volume du film. Or, ces matériaux non polaires sont, du point de vue de la spectroscopie diélectrique, considérés comme très sensibles à l'apparition de groupe carbonyle (oxydation). Selon Schönhals et al., l'interdépendance qui existe entre les régions amorphes mobiles, amorphe et rigide cristallin, interdit d'exclure totalement chaque phase dans la signature finale du spectre diélectrique.

#### d. Synthèse

La diffraction des rayons X grand angle (WAXD) révèle que le polypropylène isotactique orienté biaxialement (BOiPP) présente une cristallisation de type  $\beta$  (hexagonale) et que le taux de cristallinité augmente avec l'épaisseur du film. Une morphologie de type "Cratère" ayant une taille moyenne comprise entre 100 et 250  $\mu\text{m}$  a été observée par microscopie optique polarisée (POM).

Les propriétés diélectriques des films de BOiPP ont été caractérisées dans la gamme de fréquence de 0,1 Hz à 1 MHz sur une large plage de température (de  $-150$  à  $130^\circ\text{C}$ ). Grâce à la spectroscopie diélectrique, deux pics de relaxation principaux ont été identifiés:  $\beta^*$  (environ  $-60^\circ\text{C}$ ) et  $\alpha$  (environ  $-7^\circ\text{C}$ ). La relaxation  $\beta^*$  est en partie attribuée à l'orientation du groupe CH. La fréquence caractéristique de ce pic obéit à une loi d'Arrhenius, avec une énergie d'activation augmentant de 1,08 eV à 1,62 eV lorsque la cristallinité et la taille des lamelles diminuent avec l'épaisseur du film (de 11,8  $\mu\text{m}$  à 3,8  $\mu\text{m}$ ). La relaxation  $\alpha$  est associée à la transition vitreuse ( $T_g$ ) du matériau, se produisant dans la phase amorphe mobile.

Les films de BOiPP présentent des pertes très faibles avec un minimum autour de  $90^\circ\text{C}$  à 70 Hz favorable aux condensateurs de puissance. Les propriétés diélectriques des films de PP dépendent de la structure semi-cristalline qui est impactée par l'épaisseur des films. Le processus de production adopté pour former des films plus épais (ie. moins de contrainte d'étirement) engendre un taux de cristallinité plus important. Le film le plus fin semble satisfaire parfaitement l'application demandée, à savoir : un facteur de dissipation le plus bas et une permittivité la plus grande.

### II.5.2. Caractéristique diélectrique de deux grades de polypropylène iso-tactique bi-orienté (BOiPP) [13], [48]

#### a. Introduction

Le polypropylène iso-tactique bi-orienté (BOiPP) impliqué dans les condensateurs de puissance est l'un des diélectriques les plus étudiés. Divers mécanismes ont été proposés pour expliquer son comportement dans les conditions AC et DC. La structure du matériau, tel que son degré de cristallinité, constitue un paramètre qui peut avoir une influence sur les propriétés diélectriques. L'étude du §II.5.1 a été menée dans le but de révéler l'existence d'une possible relation entre la structure du film et ses propriétés diélectriques. Deux principaux mécanismes de relaxation ont été mis en évidence, ainsi que l'augmentation de la cristallinité avec l'épaisseur du film, corrélée à une augmentation des pertes diélectriques.

L'objectif du travail qui suit, est de comparer les propriétés de deux catégories de films de polypropylène: un film standard (grade STPP) identique à celui étudié au §II.5.1, et un film de cristallinité plus élevée (grade HCPP). Cette comparaison est basée sur différents phénomènes et paramètres: les différences structurelles entre STPP et HCPP ont d'abord été



mises en évidence par diffraction de rayons X; la tenue diélectrique a été mesurée sous tension continue; des mécanismes de relaxation ont été mis en évidence par la spectroscopie diélectrique (DS) et par les courants de dépolarisation stimulés thermiquement (TSDC); enfin les conductivités DC ont été déterminées ainsi que leurs mécanismes associés.

## b. Matériaux et dispositifs expérimentaux

### i. Propriété des échantillons de PP

Le polypropylène étudié est orienté biaxialement (BOiPP), avec une épaisseur de 11,8  $\mu\text{m}$ . Le processus de production fournit des échantillons de film étirés successivement dans deux directions: la direction de la machine (MD), puis la direction transversale (TD). Un procédé "Tenter" a été utilisé pour produire ces films, passant par une première phase à 160°C sur 12 m et une seconde à 175°C sur 9 m. Deux grades de BOiPP avec deux taux de cristallinité ont été sélectionnés: un polypropylène standard (STPP) avec un taux de cristallinité d'environ 46% et un polypropylène à haute cristallinité (HCPP) avec un taux de cristallinité d'environ 53%. Ce dernier est d'avantage dopé en catalyseur et possède un deuxième type d'antioxydant supplémentaire. Les taux de cristallinité ont été déterminés par DSC. Leur température de transition vitreuse  $T_g$  est d'environ 0°C. Les propriétés générales de ces échantillons sont résumées dans la Table 14.

**Table 14: Propriétés générales du film de BOiPP (11.8  $\mu\text{m}$ )**

Characteristic	STPP	HCPP
Density ( $\text{g}\cdot\text{cm}^3$ ) <i>ASTM D792</i>	0.905	0.905
Crystallinity (%) <i>DSC</i>	46	53
Melting points ( $^{\circ}\text{C}$ ) <i>DSC</i>	167 to 169	169 to 171
Tensile Strength (Mpa) <i>ASTM D882</i>	130(MD);280(TD)	130(MD);280(TD)
Glass Transition ( $^{\circ}\text{C}$ ) <i>DS@70Hz</i>	-2	18

### ii. Préparation des échantillons de PP

Les échantillons sont métallisés à l'aluminium sur une face au cours du processus de production industrielle ( $\sim 10$  nm). Pour la spectroscopie diélectrique, les mesures de conduction TSDC et DC, les échantillons ont été métallisés sur les deux côtés par évaporation d'une couche d'argent, de 30 nm d'épaisseur, comme pour l'étude §II.5.1. Cela a également été effectué, afin de réduire la résistance de contact et favoriser la connexion avec le système de mesure. Comme pour l'étude §II.5.1, les échantillons ont ensuite été placés entre des électrodes plates massives et recuits à  $T_a = 120^{\circ}\text{C}$  pendant 2 heures sous azote dans des conditions de court-circuit, afin notamment d'effacer "l'histoire mécanique et électrostatique" de l'échantillon. Ensuite, ils ont été lentement refroidis à température ambiante. Ce protocole a permis une bonne reproductibilité des mesures. Quant aux essais de claquage, ils ont été effectués sur des films industriels (ie. sans métallisation supplémentaire).

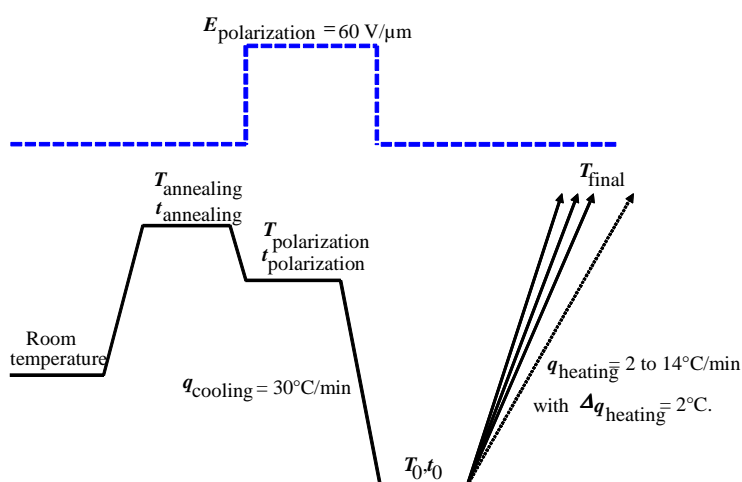
### iii. Mesure du courant DC

Les mesures de courant en fonction du temps (I-t) et en fonction de la tension (I-V) ont été effectuées à l'aide d'un électromètre (de type Keithley 6517 A). La plage de température était de 60 à 120°C et le champ électrique de 0 à 85 V/ $\mu\text{m}$ . Toutes ces mesures ont été effectuées sous gaz inerte ( $\text{N}_2$ ). Dans les premières expériences, un anneau de garde a été mis en place afin d'éviter l'influence de tout courant de surface (distance de l'anneau d'électrode : 2 mm ; surface de mesure gardée  $S = 3,14$   $\text{cm}^2$ ). Vu le rapport épaisseur de film sur surface de

mesure favorable, l'utilisation d'anneaux de garde a par la suite été supprimée, car des résultats identiques ont été obtenus en leur absence.

#### iv. Courants de dépolarisation thermo-stimulés

Le protocole thermo-électrique utilisé pour identifier les pics de relaxation est donné dans la Figure 64. Après un recuit préliminaire à  $T_a$ , les échantillons ont d'abord été amenés à la température de polarisation  $T_p=100^\circ\text{C}$ . Ensuite, un champ de polarisation  $E_p=60\text{ V}/\mu\text{m}$  a été appliqué pour un temps  $t_p=10$  minutes. Ensuite, tout en maintenant le champ de polarisation, l'échantillon a été refroidi à basse température ( $T_0$ ), pour permettre à la polarisation et à la charge d'espace de "se figer". Dans l'étape suivante, l'échantillon est court-circuité et maintenu à  $T_0$  pour un temps supplémentaire  $t_0=3$  minutes. Dans l'étape finale, l'échantillon est chauffé avec une vitesse constante  $H_r$  ( $^\circ\text{C}/\text{s}$ ), tout en mesurant le courant de dépolarisation dit "thermo-stimulé".



**Figure 64: Protocole thermo-électrique adopté pour les mesures des courants thermo-stimulés (TSDC)**

#### v. Mesure de la tenue diélectrique DC (tension de claquage)

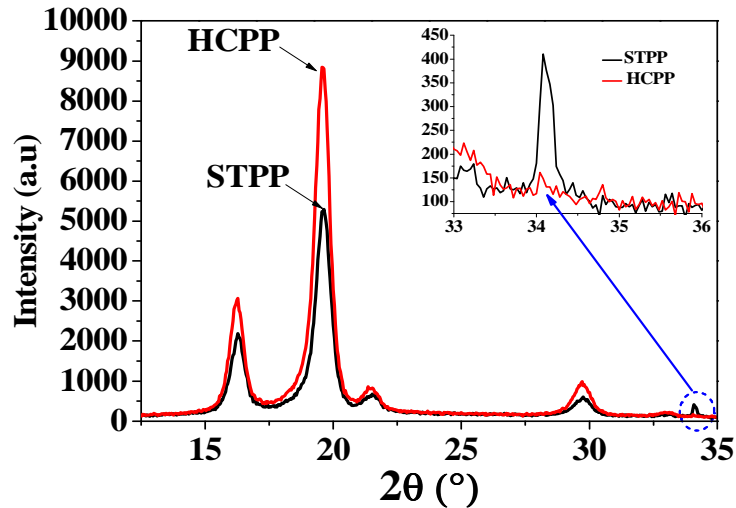
Des échantillons de film ont été placés entre deux électrodes planes polies miroir à bords arrondis. Le côté métallisé du film a été placé sur l'électrode mise à la terre (40 mm de diamètre). L'électrode haute tension (20 mm de diamètre) a été placée de l'autre côté. Afin d'obtenir des mesures reproductibles, il fallait éviter la présence de poussière. Pour ce faire les assemblages ont été réalisés sous hôte à flux laminaire en surpression. Par ailleurs un polissage des électrodes a été effectué entre chaque essai. La tension continue a été augmentée suivant une vitesse constante (100 V/s) jusqu'à ce que le claquage ait été détecté.

### c. Résultats et discussions

#### i. Analyses de la cristallinité

La Figure 65 contient les spectres de diffraction des rayons X du STPP et du HCPP obtenus à température ambiante. Les pics de diffraction du HCPP ont des intensités plus fortes que ceux du STPP, ce qui prouve que le HCPP contient plus de cristallites que le STPP. Ce résultat est en accord avec d'autres résultats obtenus par la calorimétrie différentielle à balayage (DSC). On constate également qu'aucun déplacement de pics de diffraction ne se produit avec le HCPP, ce qui suggère que la structure cristalline est la même que celle du

STPP à l'exception du pic à  $2\theta = 34,1^\circ$ , non observé dans le cas du HCPP. Notons qu'une mesure en mode transmission pourrait clarifier cette particularité. Les profils de rayons X du STPP et du HCPP coïncident avec des diagrammes de diffraction typiques de la cristallite de forme  $\beta$  ( $\beta$ -hexagonale), et ce malgré les effets du déplacement sur le pic d'émission que l'on impute techniquement à la différence des sources X.

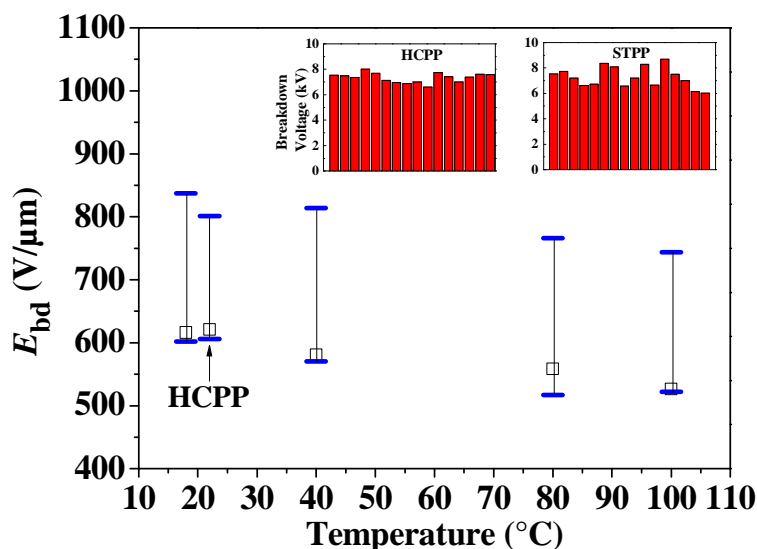


**Figure 65:** Spectres de diffraction X du STPP et du HCPP (films de 11.8  $\mu\text{m}$ ) obtenus avec une source de radiation  $\text{CoK}\alpha$  (5000D Siemens)

## ii. Analyse de la tenue diélectrique

Les mesures de tenue diélectrique du STPP en fonction de la température sont reportées Figure 66. À chaque température, 16 échantillons ont été testés.

Les données tracées sur la Figure 66 correspondent à la moyenne de 16 mesures, et les barres d'erreur indiquent les valeurs minimales et maximales enregistrées. Une légère diminution du champ claquage moyen (environ 10%) est observée lorsque la température augmente jusqu'à  $100^\circ\text{C}$ . Le champ de claquage mesuré à  $20^\circ\text{C}$  sur le HCPP est quasi identique à celui du STPP, bien que la dispersion des mesures soit légèrement réduite pour le HCPP.



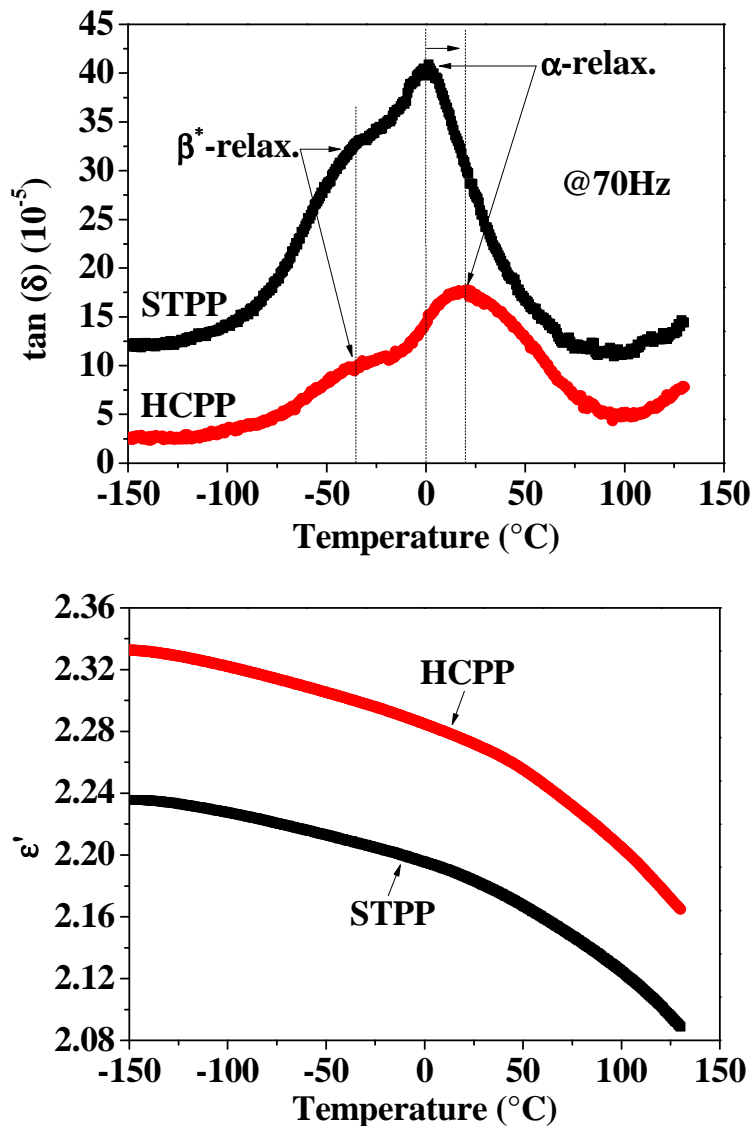
**Figure 66: Tenue diélectrique vs. température d'un film de STPP (11.8  $\mu\text{m}$ ), tenue diélectrique à 20°C d'un film de HCPP (11.8  $\mu\text{m}$ ), et dispersion typique de la tenue diélectrique à 20°C quasi identique pour les deux matériaux**

### iii. Spectroscopie diélectrique

La Figure 67(haut) représente le facteur de dissipation  $\tan(\delta)=\epsilon''/\epsilon'$  en fonction de la température à 70 Hz pour le STPP et le HCPP. Il est clairement observé que le HCPP à haute cristallinité présente le plus faible  $\tan(\delta)$ . On peut également distinguer la présence de deux processus de relaxation déjà décrits dans le cas du STPP (§II.5.1):

i – une relaxation  $\beta^*$  dans la plage de température (-75 à -20°C), produisant un pic de  $\tan(\delta)$  relativement dispersé. Ce pic peut être attribué à l'orientation des groupes CH, se produisant en phase amorphe;

ii - un deuxième pic de relaxation  $\alpha$  dans la plage de 0 à 20 ° C, associé à la transition vitreuse du matériau, se produisant dans la phase amorphe mobile.



**Figure 67: Variation du  $\tan \delta$  (haut) et du  $\epsilon'$  (bas) versus température à 70 Hz pour le STPP et le HCPP (11.8  $\mu\text{m}$ )**

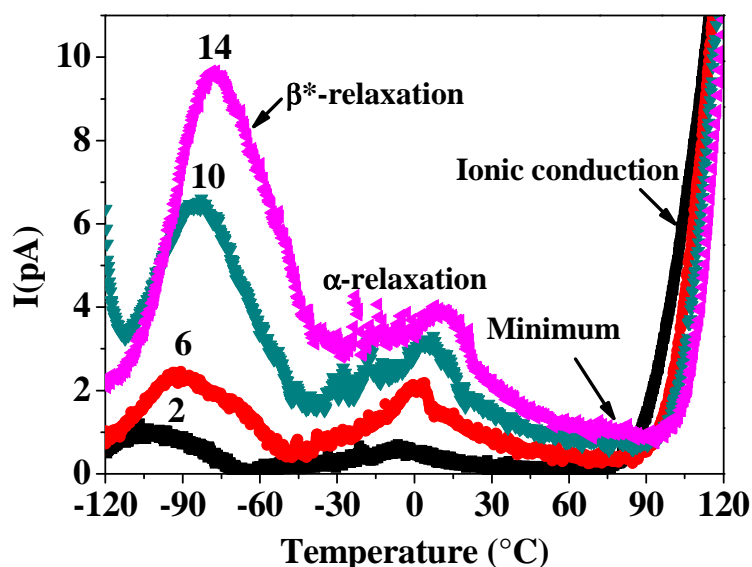
La Figure 67 montre que dans HCPP, la relaxation  $\alpha$  est déplacée vers une température plus élevée, ce qui suggère une interaction inter-chaîne plus grande dans le matériau. La relaxation  $\beta^*$  associée à un mouvement local reste inchangée. Par conséquent, l'augmentation de la cristallinité affecte le mouvement coopératif ( $\alpha$ -relaxation) alors que le mouvement local (relaxation  $\beta^*$ ) reste pratiquement inchangé. De la même manière, le HCPP présente une permittivité réelle plus élevée par rapport au STPP, comme l'indique la Figure 67(bas). La perméabilité diminue à mesure que la température augmente contrairement à ce qui est habituellement observé dans les élastomères. Notons que dans l'eau, cette tendance est connue et expliquée par le mouvement micro-brownien (Langevin-Debye).

En ce qui concerne les propriétés diélectriques, les principales différences entre les matériaux peuvent être résumées comme suit: le HCPP à haute cristallinité présente des pertes diélectriques nettement inférieures à celles du STPP et une constante diélectrique légèrement supérieure. Cependant, ces variations ne peuvent pas être attribuées uniquement à l'influence de la cristallinité. Les variations observées ici (diminution des pertes diélectriques dans le HCPP) sont même contradictoires avec celles précédemment observées (§II.5.1), lorsque le rapport de cristallinité d'un seul matériau varie sous l'influence du processus de production (ie.

les films plus épais présentent un taux de cristallinité et des pertes diélectriques plus élevés). Cela nous amène à considérer que les différences observées entre le HCPP et le STPP sont probablement également dues aux différentes formulations chimiques utilisées pour produire ces matériaux. Rappelons à ce titre que le HCPP a d'avantage de catalyseur et un deuxième type d'antioxydant supplémentaire.

#### iv. Courants thermo-stimulés dans le HCPP

Les résultats de TSDC sur HCPP sont rapportés dans les thermo-grammes de la Figure 68 (TSDC vs température à différents taux de chauffage Hr).



**Figure 68: Courants thermo-stimulés (TSDC) du HCPP à différents taux de chauffage Hr de 2 à 14°C/min., précédés d'un champ électrique de polarisation de 60 kV/mm (11,8 μm)**

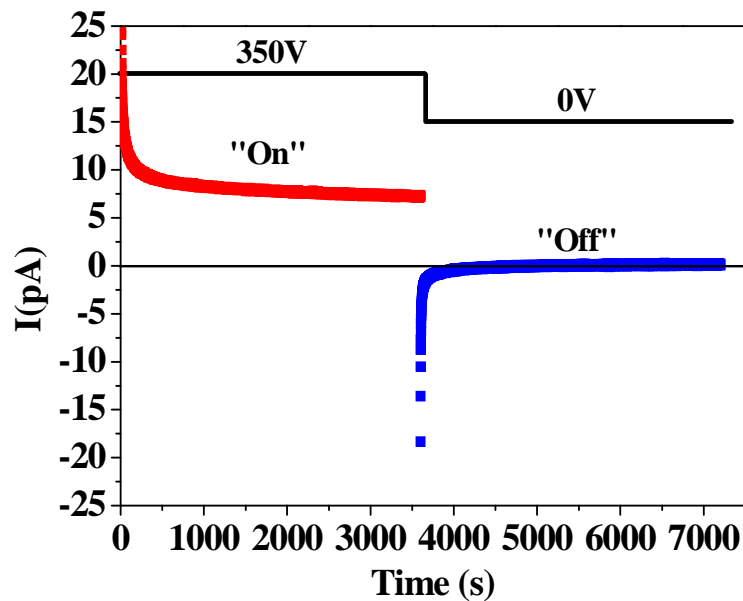
Chaque courbe montre deux processus de relaxation, et un minimum de spectre TSDC. Le premier pic observé vers -100 °C est associé à la relation  $\beta^*$ . Le deuxième pic qui apparaît vers 0°C est attribué à la température de transition vitreuse. Ces résultats sont en accord avec les résultats obtenus par spectroscopie diélectrique (Figure 67) et par analyse mécanique dynamique. L'intensité des pics  $I(T_M)$  des relations  $\alpha$  et  $\beta^*$  augmente lorsque la vitesse de chauffage Hr est augmentée, et les pics  $T_m$  se déplacent vers des températures plus élevées. Ces résultats montrent au passage que les processus de relaxation impliqués sont bien activés thermiquement. En outre, ces variations sont liées l'une à l'autre de telle sorte que  $\ln(I_M)$  présente une dépendance linéaire en  $1/T_M$ , avec une pente égale à  $-E_a/R$ , voir l'équation (17).

$$\ln I_M = -\frac{E_a}{R} \cdot \frac{1}{T_M} + a \quad (17)$$

En ajustant l'équation (17) aux données expérimentales de TSDC, on obtient une énergie d'activation du processus de relaxation locale à l'état vitreux du HCPP égale à 0,34 eV. Notons que les mêmes  $E_a$  (liées au processus de relaxation locale) ont été obtenues sur le STPP.

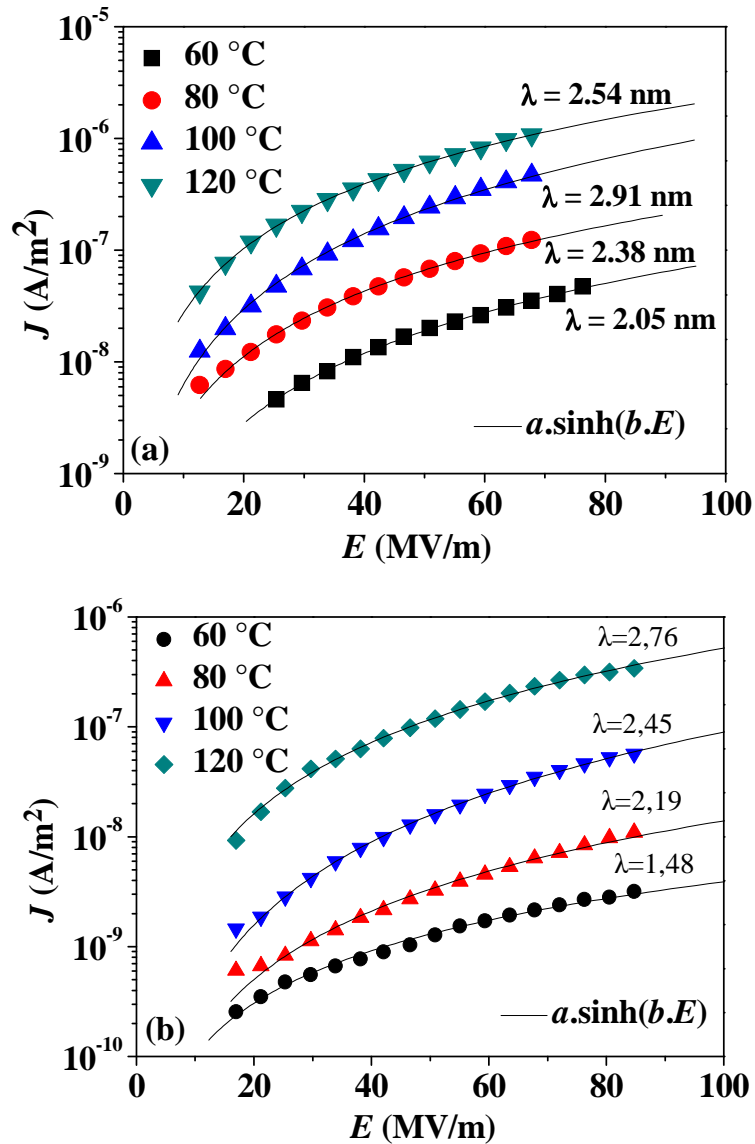
### v. Courants de conduction

Les courants de conduction peuvent être directement mesurés en appliquant un champ continu et en attendant la stabilisation de ce courant (dit de conduction). Cela se produit lorsque la composante de courant décroissante (associée aux phénomènes de polarisation) devient beaucoup plus faible que la composante du courant de conduction. Or, dans des matériaux très isolants comme le BOiPP, cela peut prendre plusieurs jours. Une méthode plus rapide a été utilisée ici; consistant à enregistrer les courants transitoires (Figure 69) au court d'une polarisation "on" d'1h puis d'un court-circuit "off" d'1h également. Ainsi, la somme des courants "on" et "off" peut être considérée comme le "courant de conduction", à condition que les composantes du courant associés à la polarisation soient exactement symétriques au cours des phases "on" et "off" (modèle de Curie et Von Schweidler).



**Figure 69: Courant de polarisation  $I_p$  et de dépolarisation  $I_{dep}$  du STPP ( $11.8 \mu\text{m}$ ) versus temps à 350 V et  $80^\circ\text{C}$**

Les mesures (Figure 70(haut) pour le STPP et (bas) pour le HCPP) montrent de grandes différences, avec un courant de conduction d'environ 1 décade de moins pour le HCPP dans des conditions identiques. Sur la base de ces mesures, nous avons examiné les différents mécanismes de conduction possibles en ajustant les données expérimentales aux lois correspondantes.



**Figure 70: Densité de courant  $J$  versus  $\log E$  pour (haut) STPP (11.8 μm) et (bas) HCPP (11.8 μm) à différentes températures (60, 80, 100 et 120 °C)**

Le mécanisme de conduction par saut semble bien s'ajuster avec les courants mesurés (18).

$$J(T, E) = 2.S.n.q.\lambda.v.\exp\left(-\frac{Ea}{k_B.T}\right)\sinh\left(\frac{q.\lambda.E}{2.k_B.T}\right) \quad (18)$$

où  $J$  est la densité du courant de conduction,  $S$  est la surface d'électrode,  $q$  est la charge transportée,  $\lambda$  est la distance de sauts moyen du transporteur;  $n$  est la densité du transporteur dans la bande de conduction;  $v$  est la fréquence de tentative du transporteur (électron/ion) pour échapper au piège;  $E$  est le champ électrique appliqué,  $k_B$  est la constante de Boltzmann,  $T$  est la température absolue, et  $Ea$  est l'énergie de dépiégeage.

Les mécanismes suivants ont été rejetés: SCLC, Pool-Frenkel, Richardson-Schottky. Dans le STPP, les énergies d'activation nécessaires pour ajuster le modèle aux données (de 0,57 eV à 0,47 eV, au fur et à mesure que le champ augmente) suggèrent que la conduction est régie par un mécanisme de type "saut" (hopping). La distance de saut  $\lambda$  estimée, suggère que cette conduction électronique se produit dans la phase amorphe.



Dans le HCPP, deux régimes de conduction peuvent être distingués:

i - à basse température  $\leq 80$  ° C: mécanisme de "saut" par multiple niveaux de piégeage et dépiégeage d'électrons, avec des énergies d'activation d'environ 0,2-0,52 eV provenant de pièges peu profonds présents dans la phase amorphe et à l'interface amorphe / cristal;

ii - à haute température  $\geq 80$  ° C: conduction ionique avec une énergie d'activation d'environ 1,05 eV provenant des pièges profonds présents dans la phase cristalline.

Les différents comportements des matériaux semblent résulter principalement des propriétés de conduction, caractérisées par une grande différence de courants continus mesurés (une décade) et par différentes énergies d'activation obtenues en ajustant le modèle de conduction par sauts (notre hypothèse) aux données expérimentales.

#### d. Synthèse

Les deux grades de résines étudiées - HCPP et STPP - ont en commun de présenter:

- des tenues diélectriques similaires,
- un mécanisme de conduction par saut (aux températures explorées  $T = 60-120$ °C),
- un mécanisme de relaxation diélectrique de type bêta,
- un mécanisme de relaxation diélectrique de type alpha avec une légère augmentation de la Tg avec la cristallinité.

Quantitativement, il convient néanmoins de noter certaines différences:

- le HCPP a des pertes ac et dc moindres et inversement, une permittivité supérieure.
- à haute température  $\geq 80$  ° C; la conduction ionique semble apparaître dans le HCPP au lieu d'une conduction électronique conventionnelle.

Derrière ces différences de comportement, il semblerait qu'il y est une superposition d'effets parmi: le degré de cristallinité, la quantité initiale de catalyseur, la différence de qualité et de quantité d'antioxydant.

Enfin, sur le plan pratique, les mesures effectuées ici suggèrent que le HCPP est d'avantage adapté à une application de type condensateur de puissance en raison de ses pertes diélectriques réduites.

### II.5.3. Etude des facteurs et des mécanismes responsables de la dé-métallisation des films de polypropylène utilisés dans les condensateurs de puissance secs [54]

#### a. Introduction

Les condensateurs de puissance construits pour la correction du facteur de puissance à basse tension sont souvent composés de films de polypropylène métallisés. En service, ces capacités tendent à diminuer très lentement. Le diagnostic des condensateurs vieilliss montre que cette diminution résulte de la lente dégradation des couches métalliques.

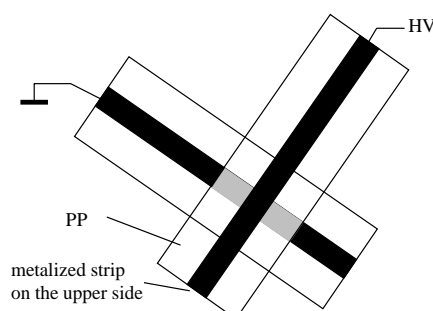
Dans des condensateurs réels, les paramètres tels que la température et la pression mécanique sur les films ne sont pas uniformes, et la dégradation des métaux montre également de grandes variations en fonction de leur position dans l'enroulement.

L'objectif de cette étude expérimentale est d'obtenir des données quantitatives capables de caractériser la dégradation des électrodes. Un modèle de condensateur de laboratoire miniature a été construit, afin d'étudier la dégradation de la métallisation dans des conditions de température bien contrôlées, la pression mécanique appliquée aux films, la pression et la nature du gaz. Ce modèle permet la visualisation directe de la dégradation pendant l'application de la tension, l'enregistrement précis de la capacité de l'échantillon par rapport au temps et des mesures de décharge partielle à haute sensibilité.

## b. Dispositifs expérimentaux

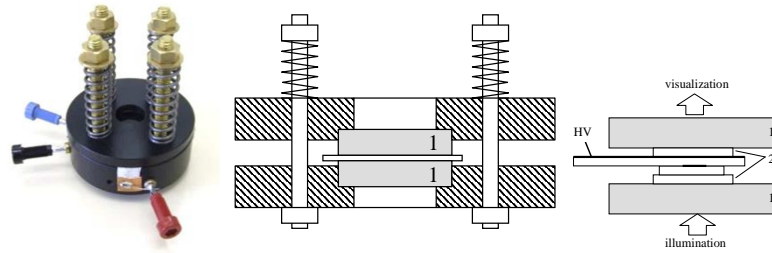
### i. Modèle réduit d'un condensateur

Le dispositif expérimental utilisé pour modéliser un condensateur de petite taille avec des matériaux identiques à ceux effectivement utilisés dans les condensateurs est illustré Figure 71. Les films utilisés ont été fabriqués avec les mêmes matériaux et techniques que ceux utilisés pour les films de condensateurs commerciaux. Le film de PP a une épaisseur de  $8\ \mu\text{m}$  et des bandes métalliques de 5 mm de large déposées par évaporation sous vide. La couche métallique est en zinc (Zn), de résistance carrée  $21\ \Omega$ , ce qui correspond à une épaisseur de métal d'environ 50 nm. Le croisement des deux bandes à angle droit constitue une surface d'électrode en influence totale de  $5 \times 5\ \text{mm}^2$ , soit une capacité d'environ 60pF.



**Figure 71: Dispositif expérimental permettant de modéliser un condensateur à échelle réduite. La bande de métallisation fait 5 mm de largeur**

Les films métallisés ont été pressés entre des vitres en verre de qualité optique (25 mm de diamètre, 6 mm d'épaisseur, Figure 72), offrant des surfaces très plates de haute qualité (rugosité de 20 Angstrom RMS). Des feuilles de PP supplémentaires non métallisées ont été placées entre les vitres et les films de PP métallisés pour reproduire l'agencement existant dans des condensateurs réels (c'est-à-dire une métallisation en contact avec une face non métallisé du PP). La force mécanique appliquée aux vitres (10 à 1000 N) a été contrôlée avec des ressorts calibrés. Étant donné que la surface des feuilles de PP supplémentaires (Figure 72) est d'environ  $1\ \text{cm}^2$ , 1000 N correspondent à 107 Pa, soit  $\sim 100$  bar appliqués au condensateur.



**Figure 72: dispositif utilisé pour le maintien des films de polypropylène métallisés. 1: vitres de verre de qualité optique, 2: feuilles de PP supplémentaires**

## ii. Mesures électriques

Le système de mesure électrique est constitué d'une alimentation sinusoïdale à faible distorsion (10 Hz - 1 kHz, 3 kV). Sept échantillons ont été étudiés simultanément. La tension alternative  $V$  et le courant  $I$  sur chaque échantillon ont été relevés grâce à un enregistreur numérique de haute précision (12 bits). La capacité  $C$  de chaque échantillon a été calculée à partir de  $V$  et de  $I$ . Pendant les mesures, les échantillons ont été placés dans une enceinte étanche, ce qui a permis d'étudier l'influence de la température et de la nature des gaz. Les mesures de décharge partielle (PD) ont été effectuées grâce à un analyseur à résolution de phase (PRPDA), avec un très faible bruit de fond (environ 0,2 pC).

## c. Résultats expérimentaux

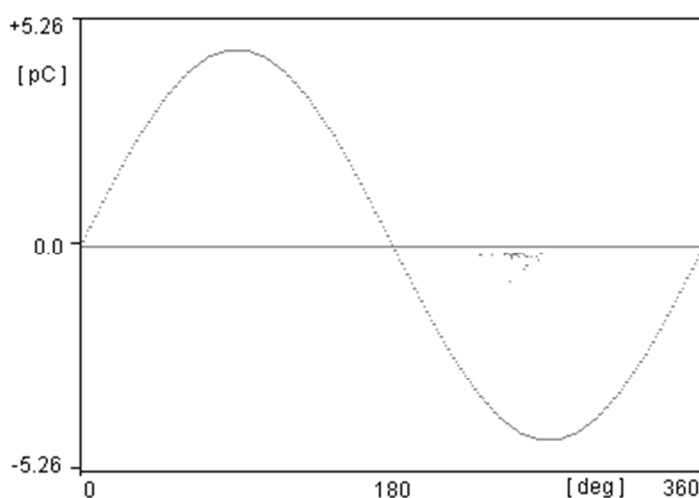
Les expériences réalisées montrent que de petites variations de capacité (jusqu'à moins de 1%) peuvent être dues à divers mécanismes physiques. L'interprétation des mesures de capacité peut devenir complexe lorsque les variations enregistrées sont faibles. Les variations de capacitance peuvent être dues non seulement à la démétallisation (c'est-à-dire à la réduction de la surface des électrodes), mais aussi à plusieurs autres mécanismes:

- auto-échauffement (SHT) d'échantillons pendant les expériences, en raison des pertes diélectriques dans les PP, ainsi que des pertes Joules dans la métallisation. Le même phénomène se produit dans les condensateurs réels. Bien que l'élévation de température estimée soit faible ( $<10^{\circ}\text{C}$ ), elle induit une réduction sensible de la capacité ( $<0,35\%$ ) puisque la permittivité des PP diminue avec la température;
- les films PP n'ont pas une surface parfaitement plane et une rugosité de surface existe (estimée de 20 à 90 nm). Par conséquent, une couche de gaz est présente à plusieurs endroits entre le polypropylène et les électrodes. La présence de poussière peut également contribuer à augmenter cette couche de gaz. Plusieurs phénomènes peuvent induire une modification de cette couche de gaz et donc produire une variation sensible de la capacité. Une grande pression mécanique et/ou électrostatique contribue à réduire la couche de gaz (par compactage de la pile de feuilles de PP) et cet effet augmente à haute température et sous vide.

Nous rapporter ici quelques-unes des expériences réalisées avec le modèle de condensateur, afin d'illustrer ces effets.

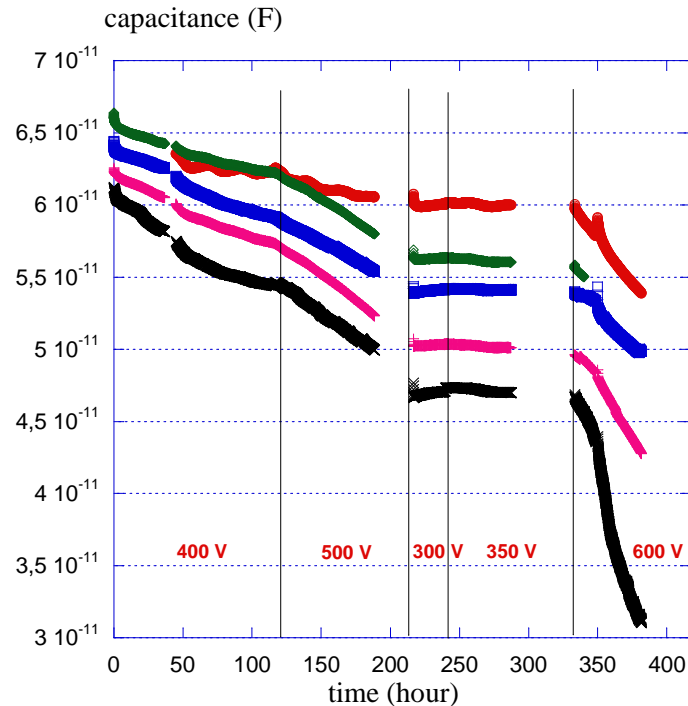
### i. Résultats typiques sous condition "basiques"

Jusqu'à 4 processus de dé-métallisation différents ont été observés. Le premier processus observé au début de toutes les expériences avec de nouveaux échantillons, est le "nettoyage" initial (IC) des bords de métallisation, associé à la mesure des décharges partielles (PD). La Figure 73 montre un enregistrement typique des PD au début d'une mesure de vieillissement. De très petites PD négatives sont observées ( $<1\text{pC}$ ). L'amplitude et le nombre de PD diminuent rapidement avec le temps et, après 30 minutes, les amplitudes de PD descendent en dessous du seuil de détection ( $0,2\text{ pC}$ ). Corrélée aux PD, une réduction de la capacité est enregistrée lorsque de nouveaux échantillons sont utilisés (voir l'exemple de la Figure 83 dans les § suivants). Une fois que ce "conditionnement" initial d'un nouvel échantillon s'est produit, il n'est plus enregistré, même si la tension est éteinte puis ré-allumée. Une visualisation avec une caméra à haute sensibilité montre que ces PD sont corrélées à des points lumineux très faibles aux bords des électrodes.



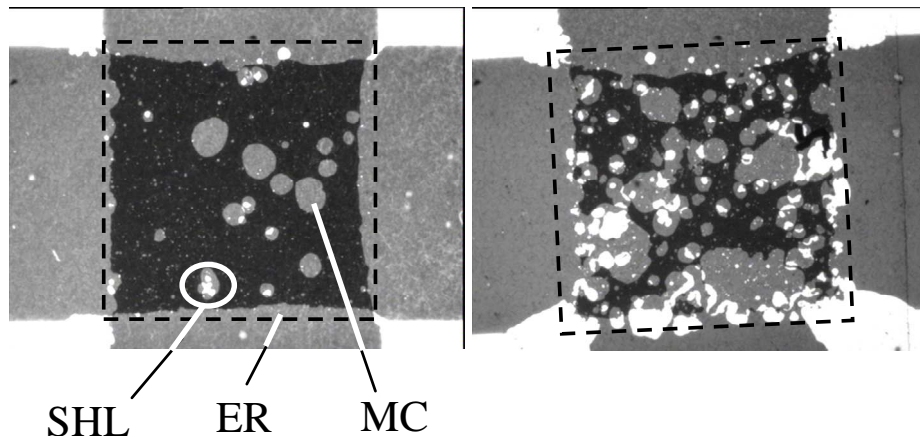
**Figure 73: PD typiques enregistrées en début d'expérience avec un film vierge**

Une fois que le "nettoyage" initial des bords des électrodes s'est produit, trois autres phénomènes ont été observés sur une plus longue durée d'application de la tension. La Figure 74 et la Figure 77 montrent les résultats des expériences réalisées dans des conditions "basiques", c'est-à-dire sans prétraitement d'échantillons à haute pression, température ou sous vide. Les mesures ont été effectuées à  $20^{\circ}\text{C}$ , avec une fréquence de  $500\text{ Hz}$  pour accélérer le vieillissement de la métallisation. Les films de PP métallisés ont été coupés suivant la forme souhaitée entre des feuilles de papier, et la présence de poussière (cellulose) était donc probable. Une pression mécanique modérée ( $28\text{ N}$ ) a été appliquée. La Figure 74 montre les mesures de capacité en fonction du temps effectuées sur plusieurs échantillons à différentes tensions appliquées ( $300$  à  $600\text{ V}$ ). La dispersion des mesures est plutôt importante. L'influence de la tension est logique: plus la tension est élevée, plus la capacité diminue rapidement. À  $300\text{ V}$ , aucune variation de capacité raisonnable n'a été mesurée.



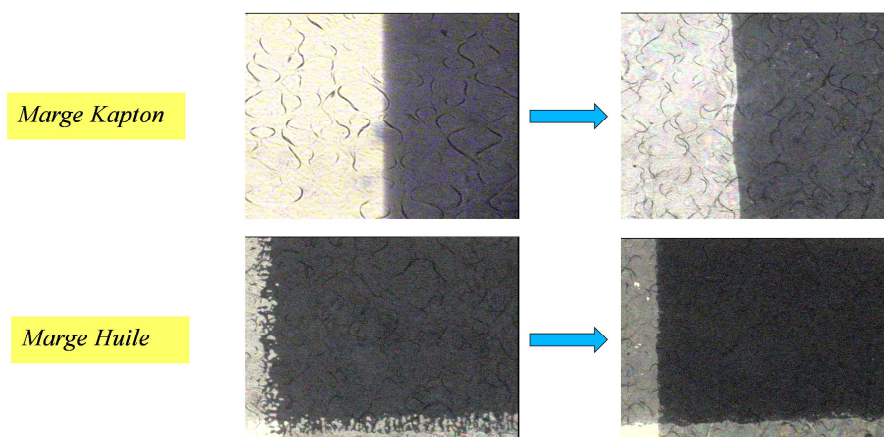
**Figure 74: Capacitances mesurées en fonction du temps pour différents niveaux de tension (500Hz, 28 N)**

Les photographies des échantillons ont été faites avec un éclairage ajusté de telle sorte que deux couches de métal absorbent la plupart de la lumière (couleur noire), une seule couche apparaît en gris et aucune couche de métal en blanc. Voici les images des échantillons prélevés à la fin du processus de vieillissement Figure 74 et Figure 75 où différents mécanismes de dé-métallisation ont été constatés (Figure 77):



**Figure 75: Exemples d'échantillons dégradés après le processus de vieillissement de la Figure 74. A gauche: échantillons modérément dégradés, à droite: échantillon fortement dégradé. SHL "self healing": pour l'auto-cicatrisation. ER "edge regression": pour le recul des bords de métallisation ou le recul de marge. MC "metal clearing": dé-métallisation à cœur**

- Recul de bord de métallisation (ER: edge regression) (Figure 75): le condensateur initial avait une forme carrée (5x5mm) (indiquée par des lignes pointillées sur des photographies). À la fin du processus, les bords du condensateur ont régressé (Figure 76);

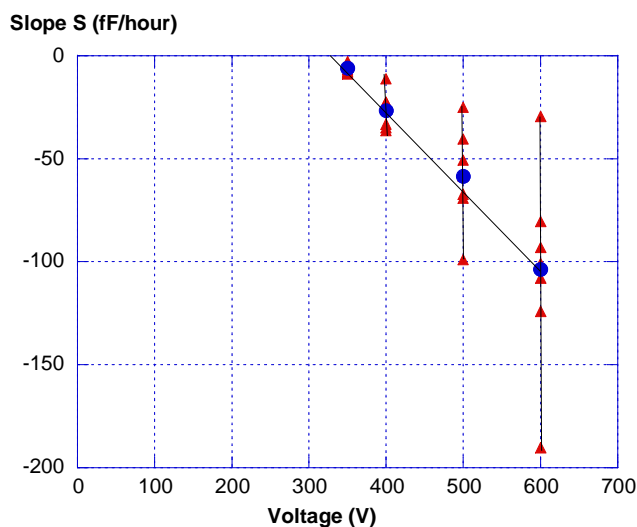


**Figure 76: Nettoyage initial des bords de métallisation. Les masques de métallisation sont soit en Kapton soit à base d'huile**

- Dé-métallisation à cœur (MC: metal clearing): à certains endroits, le métal a disparu d'un côté du condensateur, produisant des régions grises de différentes tailles;
- Auto-cicatrisation (SHL: self healing): les petites taches blanches correspondent à l'auto-cicatrisation, initié par un défaut local du film engendrant un claquage et une évaporation du métal tout autour. Dans cette expérience, l'auto-cicatrisation a été observée à des tensions  $\geq 500$  V.

La perte de capacité à la fin du processus est importante (jusqu'à 50%) et peut être attribuée sans ambiguïté à l'érosion des électrodes. Notons que la tension maximale appliquée ici (600V) n'était pas supérieure à la tension de fonctionnement normal d'un condensateur construit avec des films de  $8 \mu\text{m}$ .

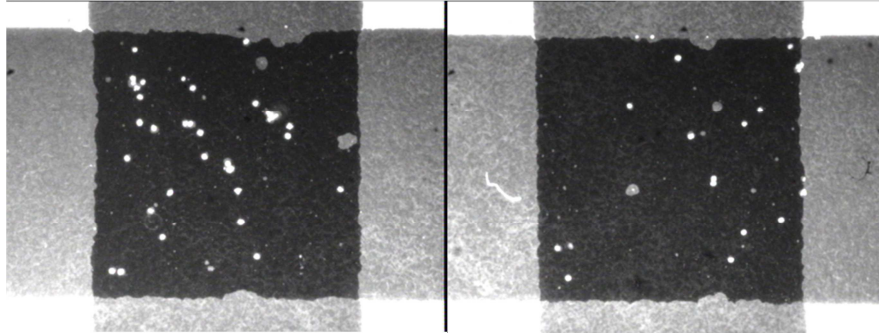
La pente  $S$  des capacités  $C(t)$  correspond à la "vitesse" de dé-métallisation. Les valeurs de  $S$  enregistrées dans cette expérience (Figure 77) montrent que la tension de démarrage de la dé-métallisation est d'environ 350 V. La dispersion est assez grande: à 600 V, la pente  $S$  varie de 30 à 190 fF / heure. Cette dispersion est conforme aux grandes différences enregistrées entre les échantillons modérément dégradés (Figure 75 à gauche) et les échantillons très dégradés (Figure 75 à droite).



**Figure 77: "Vitesse"  $S$  de dé-métallisation en femto F/m, déduites de la Figure 74**

## ii. Influence de la propreté de l'assemblage

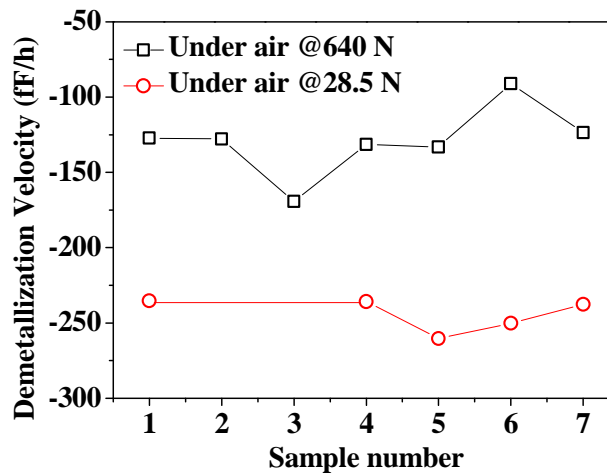
Des expériences ont été réalisées dans les mêmes conditions avec une meilleure propreté des matériaux. La préparation des échantillons de polypropylène et leur montage à l'intérieur des cellules de test a été réalisée sous circulation d'air filtré, en utilisant une installation de flux laminaire (hôte hors poussière). Une autre procédure de préparation évitant le contact du PP avec du papier a été adoptée. La tension minimale pour observer la démétallisation est devenue  $>400\text{V}$  pour 70% des échantillons, le MC a presque disparu sur la plupart des échantillons soumis à  $600\text{V}$  (Figure 78). Seuls les reculs de marges et l'auto-cicatrisation sont restés observables sur la plupart des échantillons. Dans les sections suivantes, des expériences ont été faites en utilisant ces conditions hors poussières.



**Figure 78: Exemple dégradation d'éprouvettes sous  $600\text{V}$  ayant été assemblées "hors poussière" (Serrage des films 28 N)**

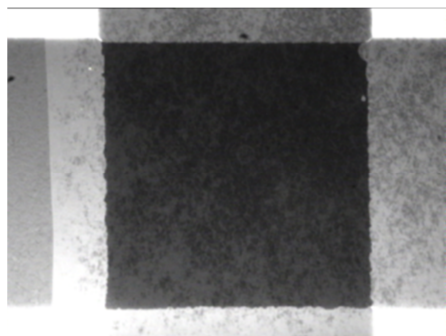
## iii. Influence du "pressage" des films

Les expériences réalisées à tension fixe pour deux valeurs de serrage (28 et  $640\text{ N}$ ) sont présentées sur la Figure 79.



**Figure 79: Influence du serrage des films sur la vitesse de dé-metallisation "S" mesurée à  $600\text{V}$**

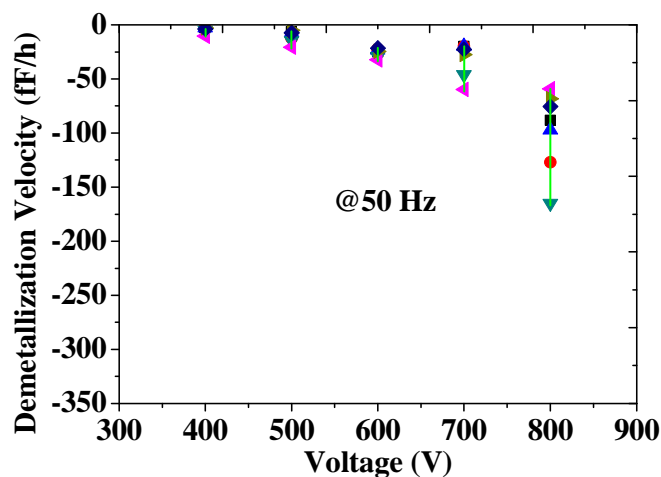
Le pressage exercé sur les films contribue grandement à réduire l'érosion du métal. Le MC a totalement disparu et la tension minimale pour déceler les événements d'auto-cicatrisation a été portée à  $700\text{ V}$  (contre  $500\text{ V}$  à  $28\text{ N}$ ). La comparaison entre les Figure 75, Figure 78, et Figure 80 obtenues avec la même tension et la même fréquence montre clairement les effets bénéfiques de la propreté et de la pression mécanique.



**Figure 80: Exemple de dégradation de la métallisation des films à 600V assemblés hors poussière et avec un pressage de 640 N**

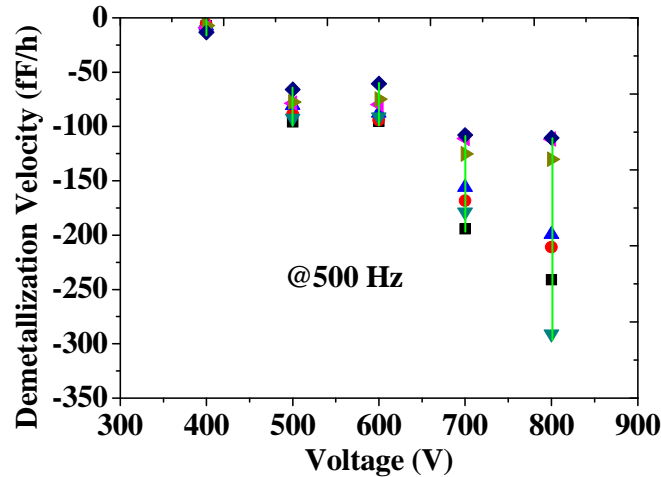
#### **iv. Influence de la tension et de la fréquence**

Les Figure 81 et Figure 82 montrent l'influence de la tension à 50 Hz et 500 Hz sur la vitesse de dé-métallisation "S", enregistrée avec un pressage de 640 N. Dans les deux cas, le début de la dé-métallisation mesurable est proche de 400V. L'augmentation de la fréquence à 500 Hz double presque la vitesse S.



**Figure 81: Influence de la tension sur la vitesse "S" de dé-métallisation mesurée à 50 Hz avec un pressage de 640 N**



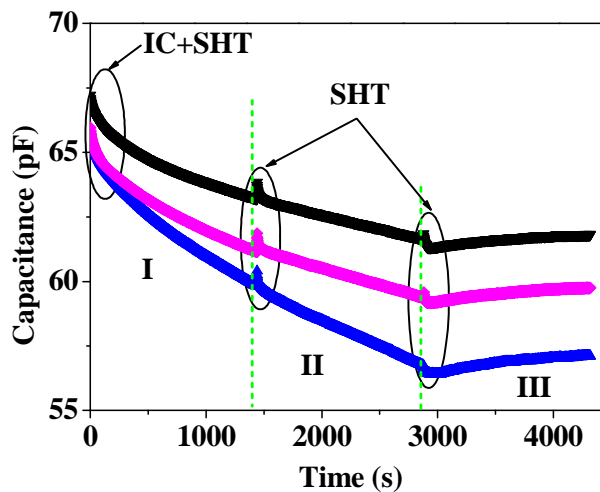


**Figure 82: Influence de la tension sur la vitesse "S" de dé-métallisation mesurée à 500 Hz avec un pressage de 640 N**

#### v. Influence de la nature du gaz

La Figure 83 montre l'influence considérable sur la vitesse de dé-métallisation enregistrée lorsque l'air est remplacé par de l'azote pendant l'expérience. La dé-métallisation cesse totalement avec l' $N_2$  (période III) et une augmentation très lente de la capacité est enregistrée.

Entre les périodes I et II (ie. dans l'air), la tension a été interrompue pendant un certain temps et l'influence de l'auto-échauffement de l'échantillon (SHT) peut être observée lors de la mise sous tension (légère diminution de la capacité due à la diminution de la permittivité lorsque la température augmente). Au début de l'expérience avec de nouveaux échantillons, cet effet existe également, mais il est superposé au conditionnement initial (IC) des échantillons.

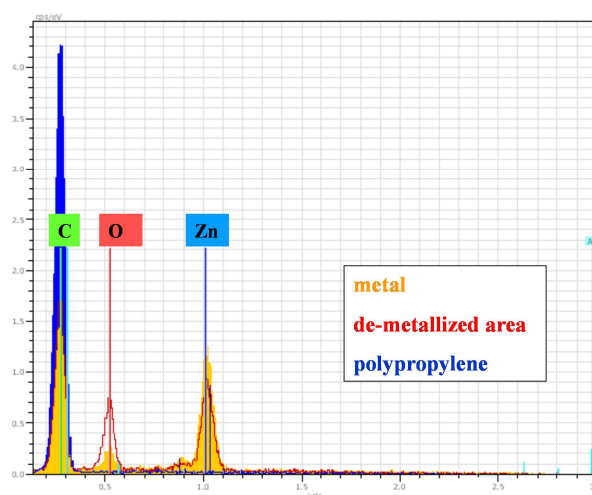


**Figure 83: Influence de la nature du gaz sur la capacité mesurée (600 V, 500 Hz, 640 N). I et II: sont opérés dans l'air, III: dans le diazote**

#### d. Conclusions

Les expériences présentées ici montrent que différents processus de dé-métallisation sont impliqués dans les films métallisés. L'influence de la propreté et de la pression

mécanique montre que la couche gazeuse résiduelle existant entre la métallisation et le film de PP supérieur a une grande importance sur la dé-métallisation. D'autres expériences réalisées avec un pré-conditionnement à haute pression et à haute température (qui augmentent encore le compactage de la pile de films) sont en accord avec cette conclusion. Ces résultats sont également en accord avec des études antérieures réalisées avec des condensateurs réels. L'expérience avec l' $N_2$  montre que le mécanisme principal de l'érosion des métaux est dû à un processus "d'électro oxydation", lorsque l'oxygène est présent entre les films, et sous champ électrique élevé. Cette conclusion est également confirmée par les analyses X, qui montrent que le Zn (opaque) est remplacé par du ZnO dans les zones dégradées (translucide, isolant mais bel est bien présent !) (Figure 84). Les PD dans les très fines couches de gaz conduisent probablement à la production de sous-produits oxydants tels que l'ozone. Cependant, ces mesures ne peuvent pas être mises en évidence par des mesures électriques ou optiques, probablement parce que leurs amplitudes sont très faibles. L'apparition de PD dans des cavités très fines ( $<1 \mu m$  d'épaisseur) ne peut pas être prédite simplement par des modèles classiques de tenue diélectrique des gaz tels que la courbe de Paschen.



**Figure 84: Superposition d'analyses X obtenues sur les zones métallisées, le film de PP vierge et une zone à priori "dé-métallisée". Mise en évidence d'une couche de ZnO => pas de dématallisation mais simplement une oxydation**

#### II.5.4. Contributions et devenir du post-doctorant

Ce travail a été mené en collaboration avec A. Kahouli et co-encadré à 33% par P. Rain et O. Lesaint. A. Kahouli a été associé à 100% des publications ayant traités à ce sujet de recherche : [13], [11], [50], [48]. Ces travaux ont été menés avec la collaboration de Schneider Electric et Bolloré et avec le financement du pôle de compétitivité TENERDIS. A. Kahouli a poursuivi en post-doc à Caen et il est à ce jour Chercheur associé au Laboratoire Matériaux Organisation et Propriétés (LMOP), Université de Tunis El Manar (Tunisie).



## **II.6. Poste haute tension continue : génération et transport de charges électriques dans l'hexafluorure de soufre et écoulement des charges en surface d'isolants à base de résine époxy chargées à l'alumine [14], [29], [30], [41], [47], [52], [53], [49]**

### **II.6.1. Mesures du courant "obscur" (dark current) dans le SF6 humide: influence de la rugosité de l'électrode, de l'humidité relative et de la pression [14], [29], [47], [53]**

#### **a. Introduction**

L'étude de la conduction sous champ élevé dans les gaz sous pression est intéressante pour diverses applications, dont les systèmes isolés au gaz (SIG). Sous haute tension continue (HVDC), l'accumulation de charges (provenant du gaz) pendant de longues périodes à la surface des solides isolants peut modifier la distribution du champ et influencer les seuils disruptifs. Cependant, l'origine des charges venant du gaz reste floue. Sous champs faibles, un courant relativement faible est détectable, il est engendré par l'ionisation naturelle du gaz dû aux rayonnements cosmiques et à la radioactivité naturelle. Sous champs élevés (20-100 kV/mm), des "courants obscurs" (c'est-à-dire non corrélés à une émission détectable de lumière) ont été étudiés depuis longtemps dans le vide. Selon la littérature, les "courants obscurs" sont essentiellement dus à l'émission d'électrons par les cathodes, suivant l'effet Fowler-Nordheim (FN) ou l'effet Schottky. Des processus secondaires d'émission (en raison de l'impact des charges accélérées sur les électrodes) ont également de grandes influences. Les "courants obscurs" sont très sensibles à la nature des électrodes, et aux propriétés de surface. Dans le SF6 sous pression, l'existence de "courants obscurs" a déjà été rapportée dans plusieurs articles. Avec des distances d'écart de 0,5 à 2 mm, Shibuya a observé que les courants dans le SF6 sont beaucoup plus faibles (environ 2 décades) par rapport à ceux mesurés sous vide dans les mêmes conditions. Dans ces mesures, la loi de FN fournit un bon ajustement des données dans le vide, mais pas dans le SF6 sous pression, ce qui suggère que les mécanismes d'émission peuvent être différents. Une grande influence de la rugosité de l'électrode sur les courants dans le SF6 a été observée, comme c'est le cas sous vide. L'influence de la rugosité de l'électrode a également été observée sous air sec. Un bon ajustement des données a été obtenu avec la loi de FN, mais avec une valeur du travail de sortie très faible pour l'électrode (0,5 eV au lieu de 4,5 eV théoriquement). Plus récemment, des mesures ont été obtenues dans le SF6, l'air et l'azote utilisant une géométrie coaxiale. Dans ces expériences préliminaires, une augmentation des courants par rapport à la pression d'SF6 était observée. Des expériences réalisées avec des mélanges d'air ambiant suggéraient fortement que la teneur en eau du gaz peut avoir une grande influence sur les courants mesurés. Dans cette étude, un compte rendu détaillé des résultats obtenus dans le SF6 avec la géométrie d'électrode coaxiale est donné en fonctions de la pression du gaz, la rugosité des électrodes et la teneur en eau (RH =1 à 30%).

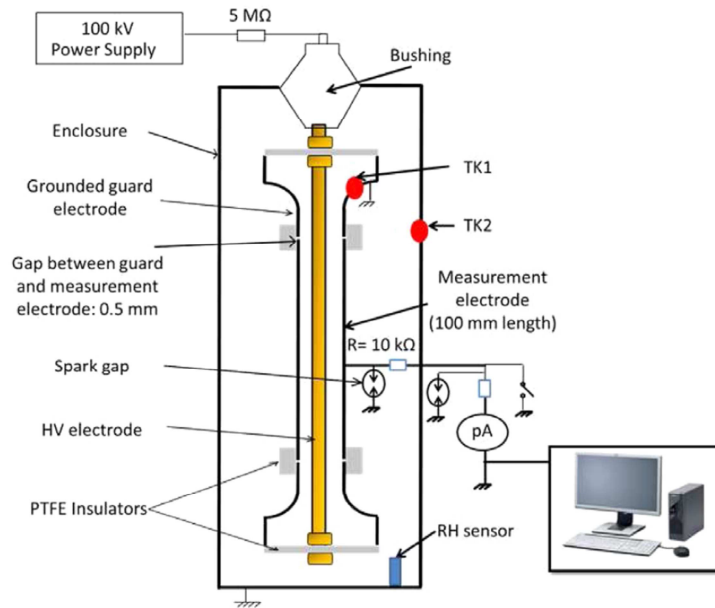
#### **b. Dispositif expérimental et protocoles**

##### **i. Système d'électrode et cellule de test**

Un système d'électrodes coaxiales avec une électrode de protection a été conçu pour mesurer les courants circulant dans des gaz à haute tension (100 kV maximum) à haute sensibilité jusqu'à 100 fA. La configuration expérimentale est montrée Figure 85. Grâce à

l'électrode de garde, seuls les courants passant à travers le gaz sont mesurés. La distance d'écart est fixée à  $d = 5,5$  mm. Le rayon  $R_{HV}$  de l'électrode HV est de 2,5 mm et le rayon intérieur de l'électrode de mesure est  $R_{MES} = 8$  mm. Dans la suite, les valeurs du champ électrique  $E_{HV}$  correspondent au champ électrique maximal situé à la surface de l'électrode HT (19):

$$E_{HV} = \frac{V}{R_{HV} \cdot \ln(R_{MES} / R_{HV})} \quad (19)$$



**Figure 85: Vue schématique du dispositif de mesure des "courants obscurs" (dark current) sous pression et humidité relative contrôlées (électrodes coaxiales)**

A  $V=100$  kV, le champ électrique maximum  $E_{HV}$  atteint 34 kV/mm, alors que le champ de l'électrode de mesure est 10,7 kV/mm. Par rapport au champ uniforme utilisé dans la plupart des expériences, cette géométrie coaxiale à renforcement de champ modéré (champ maximal/champ moyen = 1,9) permet d'atteindre des valeurs de champ plus élevées à basse tension et d'étudier ainsi l'influence de la polarité de l'électrode. Pour éviter le claquage, nous avons limité la tension maximale appliquée à 80% de la valeur mesurée (dans une précédente étude) de la tension de claquage, qui dépend de la pression du SF6. Le champ maximum était limité à 8 kV/mm à 0,1 MPa, 14 kV/mm à 0,2 MPa, 24 kV/mm à 0,4 MPa, 34 kV/mm à 0,6 MPa. Les deux électrodes sont en laiton. Trois électrodes haute tension ont été faites avec trois indices de rugosité différents  $R_a$  : électrode A ( $R_a = 0,57 \mu\text{m}$ ); B ( $R_a = 1,2 \mu\text{m}$ ); et C avec  $R_a$  à  $2,2 \mu\text{m}$ . L'électrode de mesure avait une rugosité fixe  $R_a = 0,6 \mu\text{m}$ . Avant chaque mesure, les électrodes ont été nettoyées avec de l'éthanol et de l'acétone, puis rincées avec de l'eau distillée. Le système d'électrodes est placé dans un récipient haute pression (1,1 MPa maximum) équipé d'un passage haute tension. Le système d'électrodes est positionné verticalement. Si des particules solides sont présentes, elles peuvent tomber dans une région où elles n'ont pas d'influence sur les courants mesurés.

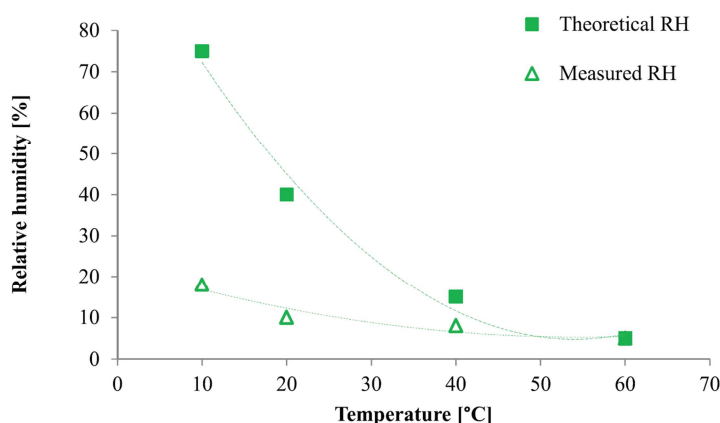
## ii. Mesures électriques

La haute tension peut atteindre +/- 100 kV avec un taux d'ondulation de  $10^{-5}$  (ie. 1 V). Les courants sont mesurés avec un électromètre connecté à un système d'enregistrement numérique. Le bruit des mesures de courant était typiquement de +/- 0,5 pA. Après une

moyenne numérique, la précision des mesures a été augmentée à 0,1 pA. Pour protéger l'électromètre en cas de claquage, éclateurs et résistances côté basse et haute tension ont été insérés. L'ensemble du système est placé dans une enceinte chaud/froid, permettant le contrôle de la température entre 10 et 80°C. Deux thermocouples fournissent des mesures de la température d'électrodes ( $T_{K1}$ ) et de l'enceinte ( $T_{K2}$ ). Un capteur d'humidité (HR), avec une précision absolue de  $\pm 0,8\%$  a été installé dans l'enceinte haute pression.

### iii. Contrôle de l'humidité relative dans la cellule de test

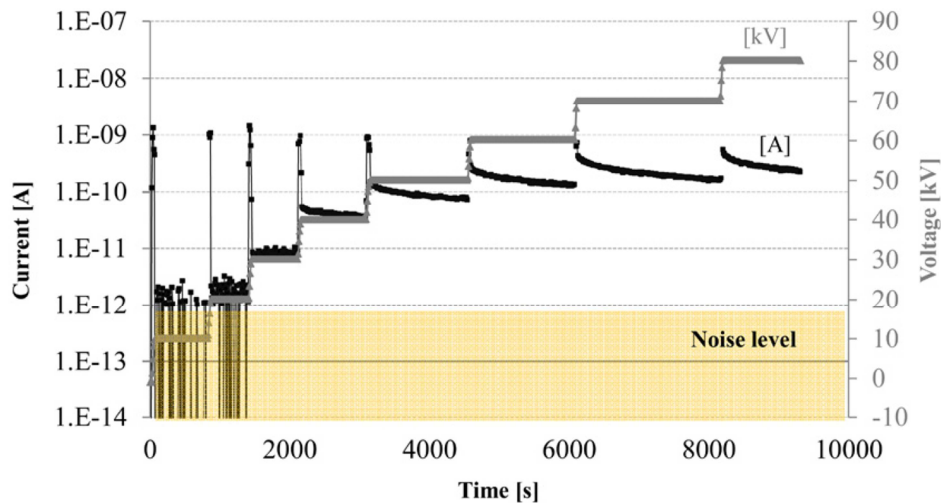
Des expériences réalisées avec une variété de teneur en eau gazeuse et de pression, ont mis en évidence la difficulté d'obtenir un bon contrôle et une stabilité de l'HR dans la cellule de test fermée. Dans de nombreux cas, le RH mesuré ( $RH_{MES}$ ) et ses variations avec la pression et la température étaient significativement différents des valeurs calculées avec les formules thermodynamiques classiques ( $RH_{TH}$ ) (basées sur la teneur en eau initiale du gaz de remplissage). Ces divergences sont principalement dues à l'adsorption ou à la désorption de l'eau en surface des matériaux solides (métaux, polymères). Des expériences préliminaires ont été réalisées avec une traversée haute tension en résine époxy (matériau hydrophile), il était alors presque impossible d'obtenir une HR stable. En fonction de la température, de la teneur en eau relative dans le gaz et dans le solide, l'époxy soit se met à libérer de l'eau (eg. avec un gaz très sec) ou au contraire en en absorber (eg. avec un gaz humide). Le remplacement par une traversée en PTFE a grandement réduit ce phénomène, mais des effets similaires de moindre amplitude sont restés, dus à l'eau adsorbée sur les métaux et le PTFE. La Figure 86 permet de comparer les valeurs typiques de  $RH_{MES}$  et de  $RH_{TH}$  (calculé en négligeant l'influence de l'adsorption / désorption sur les surfaces). Dans cet exemple, de l'air humide avec 964 ppm de teneur en eau (correspondant à un RH = 40% à 1 MPa, 20°C) a été introduit dans la cellule de test qui était auparavant bien séchée sous vide à 80°C pendant 30 minutes et purgée avec 3 ppm d'air (processus répété 3 fois).  $RH_{MES}$  est beaucoup plus faible que  $RH_{TH}$ , montrant qu'une grande fraction de l'eau introduite avec le gaz est adsorbée par le solides relativement plus sec. Il était donc essentiel de mesurer le  $RH_{MES}$  du gaz réel de la cellule de test. Lorsque les conditions ont été modifiées (ie. teneur en eau, température, pression), il fallait attendre jusqu'à plusieurs heures pour atteindre la stabilisation de  $RH_{MES}$ . Le SF6 humide a été préparé en le faisant barboter dans de l'eau et du SF6 sec par circulation à travers une colonne de gel de silice (silicat gel). L'HR a été ajustée en faisant des mélanges des deux. Afin d'atteindre une faible HR dans la cellule de test (<1%), du gel de silice a été placé dans l'enceinte, mais dans ce cas le RH n'était pas stable en fonction du temps (ie. il diminue car l'eau est alors absorbée par le gel de silice).



**Figure 86: Comparaison entre l'HR théorique (1 MPa d'air à HR = 40% à 20°C) et l'HR mesurée vs la température**

#### iv. Mesures de courant typiques

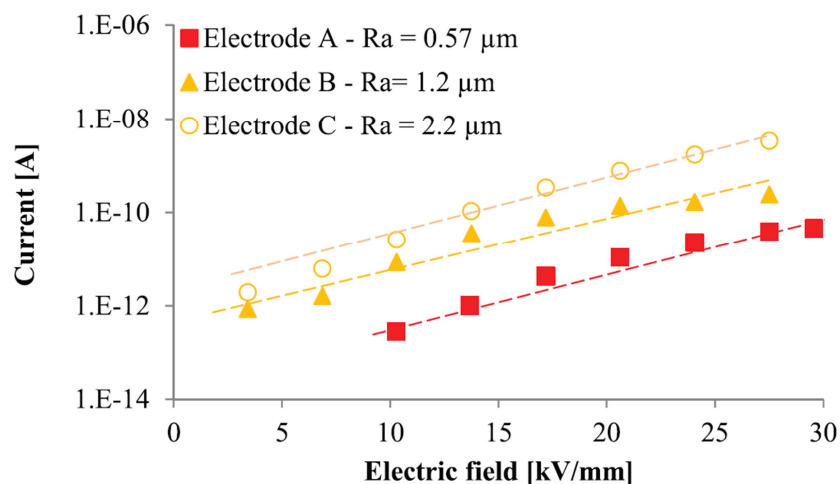
La Figure 87 montre un enregistrement typique du courant en fonction du temps, pour une électrode (B). A des tensions inférieures à 20 kV ( $E_{HV} \leq 6 \text{ kV/mm}$ ), les courants mesurés ( $< 1 \text{ pA}$ ) présentent un bruit important. A des tensions plus élevées, le courant augmente rapidement avec la tension. Une forte augmentation du courant est d'abord observée consécutivement à l'augmentation de la tension, suivie d'une diminution lente jusqu'à ce qu'une valeur stabilisée soit atteinte. Sur la Figure 87, un temps d'attente de 500 s était suffisant pour atteindre une valeur stable à 40 kV, alors qu'à 70 kV, le courant stabilisé n'était pas atteint après 2000 s. Dans les sections suivantes, les valeurs du courant données sur les figures correspondent à la moyenne de 20 derniers échantillons consécutifs prélevés lorsque le courant a atteint la stabilisation, correspondant à un temps de moyennage effectif de 200 s.



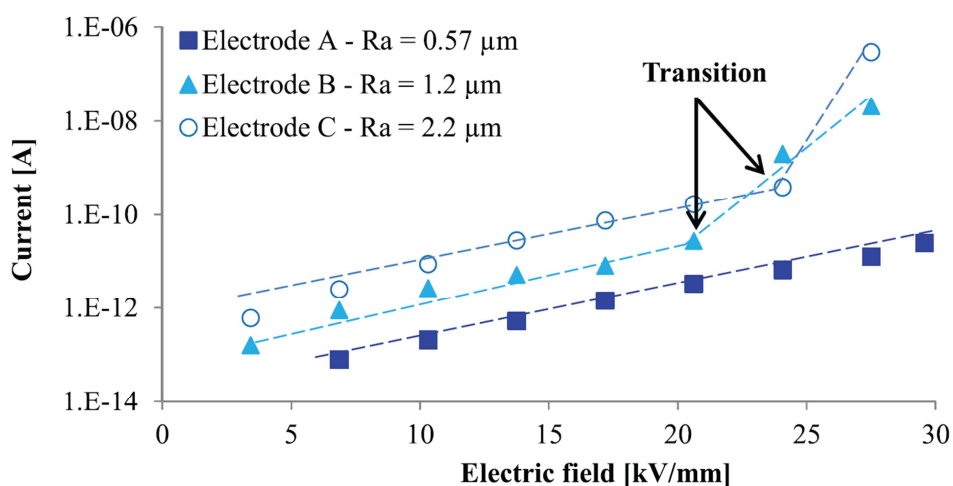
**Figure 87: Enregistrement typique des courants en fonction du temps et de la tension (polarité positive). Électrode (B) dans du SF6 (0,6 MPa, 20 ° C, HR  $\leq$  30%)**

#### v. Influence de la polarité et de la rugosité de l'électrode sous conditions de gaz fixées

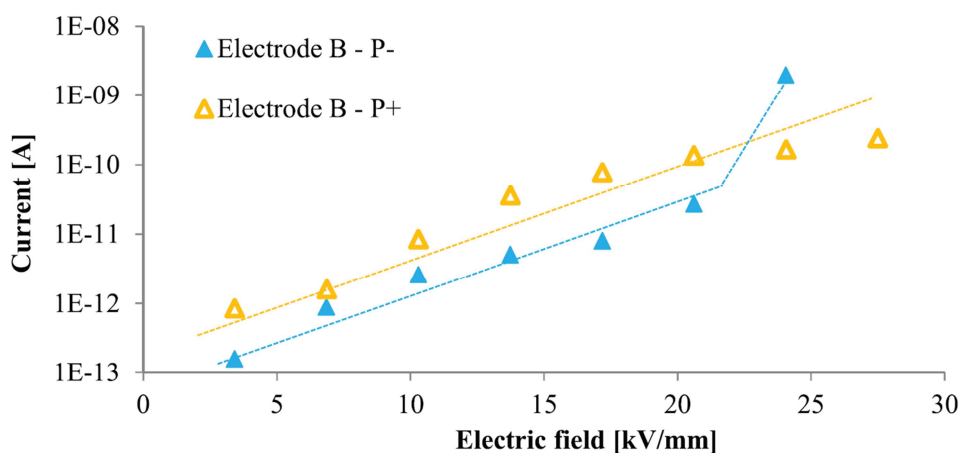
Les Figure 88 et Figure 89 montrent les courants stabilisés mesurés dans les deux polarités en fonction du champ électrique  $E_{HV}$  allant de 2 à 30 kV/mm, avec les électrodes (A), (B) et (C), et pour une condition de gaz fixe (0,6 MPa, 20°C, HR 30%). Dans les deux polarités, les courants sont fortement influencés par la haute rugosité des électrodes, avec une différence de deux décades entre les électrodes (A) et (C). Aux champs inférieurs à 20 kV/mm, les courants dans les deux polarités suivent une augmentation exponentielle par rapport au champ. La comparaison des courants mesurés dans des conditions identiques (Figure 90) montre que les courants sont légèrement plus élevés en polarité positive et que le taux d'augmentation des courants par rapport au champ sont presque identiques dans les deux polarités. Sous des champs plus élevés ( $> 20 \text{ kV/mm}$ ), une différence marquée apparaît. Les courants en polarité négative marquent une "transition" soudaine conduisant à des courants beaucoup plus élevés, tandis que les courants positifs restent inchangés. Ces mêmes expériences ont été répétées en polarité négative (Figure 91), elles montrent que cette "transition" est peu reproductible. Le champ de seuil auquel la transition s'est produite varie pour chaque mesure.



**Figure 88:** Courant mesuré sous SF<sub>6</sub>, vs champ électrique appliqué suivant trois rugosités d'électrode en polarité positive (0,6 MPa, 20 °C, RH ≈ 30%)

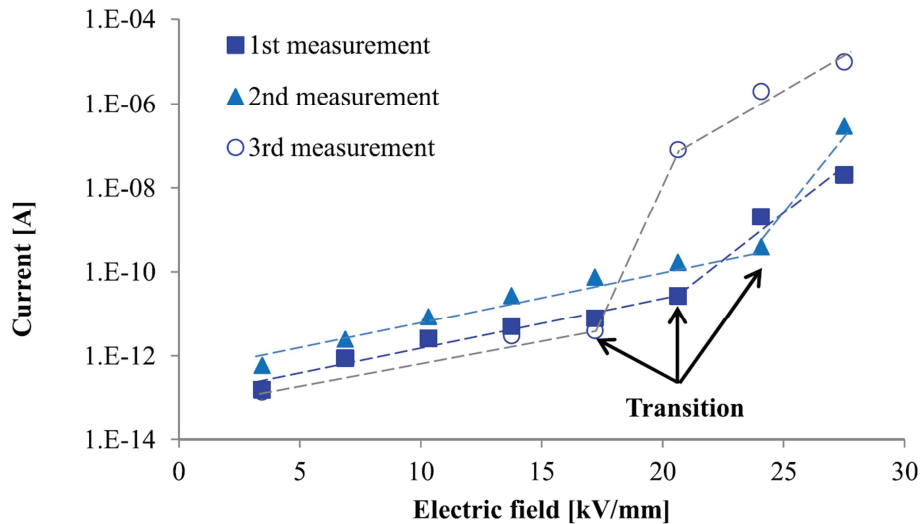


**Figure 89:** Courant mesuré sous SF<sub>6</sub>, en fonction du champ électrique pour trois rugosités d'électrode différentes en polarité négative (0,6 MPa, 20 °C, RH ≈ 30%)



**Figure 90:** Comparaison des courants mesurés en polarité négative et positive sous SF<sub>6</sub> (électrode B, 0.6 MPa, 20 °C, RH ≈ 30%)





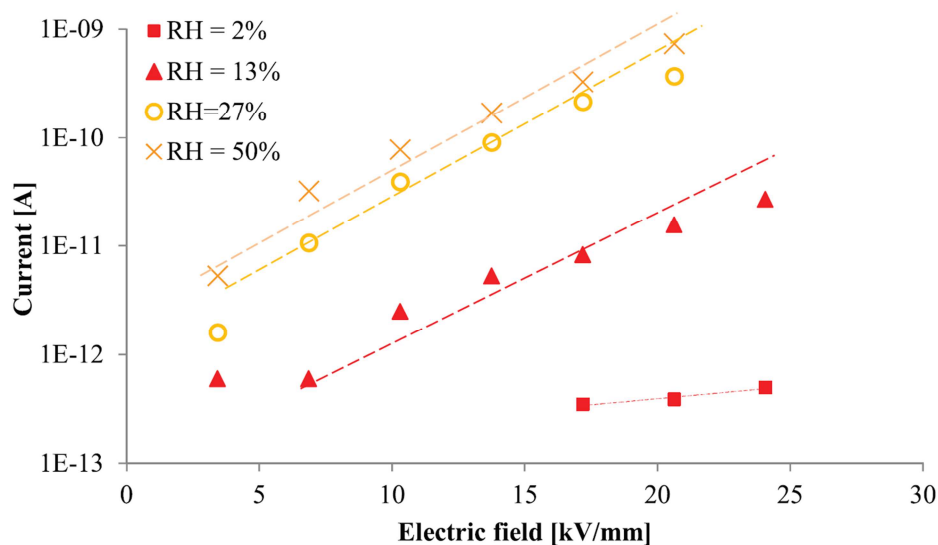
**Figure 91: Reproductibilité des mesures en polarité négative avec des conditions fixes (électrode C, 0,6 MPa, 20°C, HR ≤ 30%)**

#### vi. Influence de l'humidité relative et de la pression

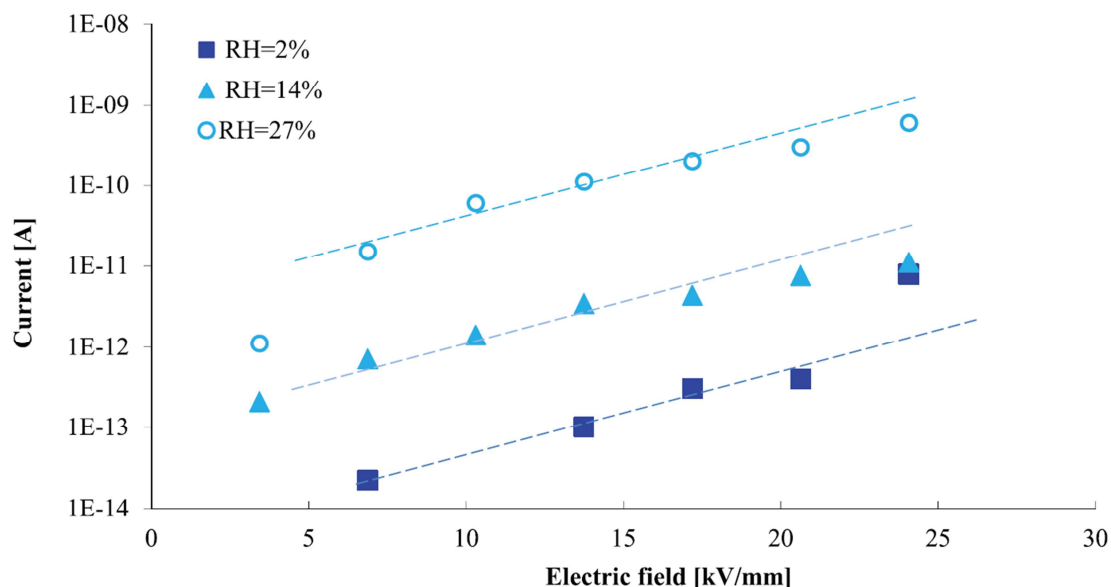
- Influence de l'humidité relative sur le courant à pression constante

Les Figure 92 et Figure 93 offrent une comparaison des courants obtenus pour différents teneurs en eau  $RH_{MES}$  du SF6, sous température et conditions de pression fixés (20°C, 0,6 MPa). On peut observer que les courants varient considérablement en fonction du  $RH_{MES}$ , soit plus de deux décades de différence entre gaz sec ( $RH_{MES}=2\%$ ) et gaz humide ( $RH_{MES}=27\%$ ). À 2%, les courants deviennent difficilement mesurables, avec une amplitude maximale inférieure au pA. Les courants varient suivant une loi exponentielle ( $I=I_0\exp^{[\alpha E]}$ ).

Compte tenu de l'incertitude des mesures, en particulier dans le cas des courants faibles (<1 pA) (par ailleurs issus d'un moyenne numérique), il n'est pas possible d'identifier clairement une variation de pente  $\alpha$ , qui reste similaire quelle que soit la polarité et la teneur en eau du gaz.



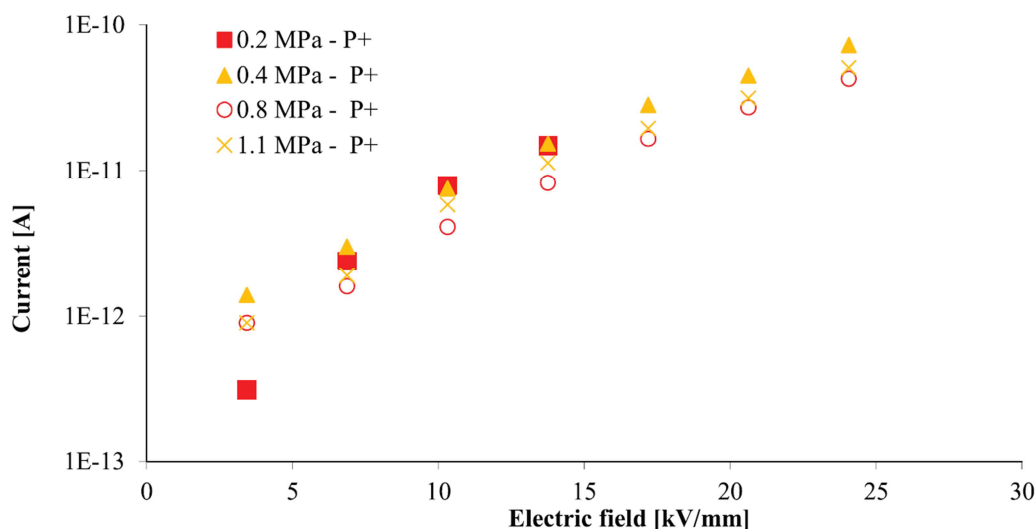
**Figure 92: Evolution du courant "obscur" vs le champ électrique, pour différents  $RH_{MES}$  à pression fixe (0,6 MPa, 20°C, électrode C) sous polarité positive**



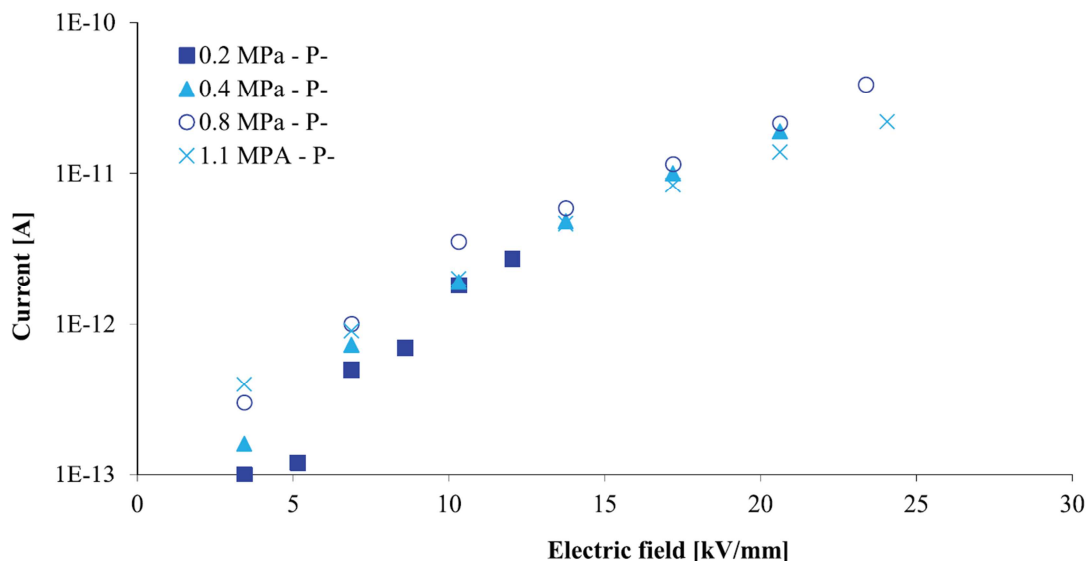
**Figure 93: Evolution du courant "obscur" vs le champ électrique pour différents  $RH_{MES}$  à pression fixe (0,6 MPa, 20°C, électrode C) sous polarité négative**

- Influence de la pression sur le courant à humidité relative du gaz constante

Des expériences ont été réalisées en remplissant l'enceinte avec du SF6 à 0,2 MPa et  $RH_{MES}=15\%$ , et en mesurant le courant dans les deux polarités. Ensuite, la pression a été augmentée par étapes (0,4-0,8-1,1 MPa), en ajoutant du SF6 sec afin de garder un RH presque inchangé. À chaque étape, le courant vs la tension a été mesuré comme représenté sur les Figure 94 et Figure 95. A 0,2 MPa, le champ appliqué était limité à 14 kV/mm afin d'éviter tout claquage intempestif. Compte tenu de la dispersion des mesures, aucune influence claire de pression sur le courant peut être observée alors que le RH était maintenu constant et la pression augmentée d'un facteur proche de quatre. Ce résultat montre clairement que le principal facteur responsable de la génération de charges électriques est lié à la présence de vapeur d'eau dans le gaz et que le gaz lui-même a une petite influence (voir pas d'influence) sur ce processus. Il n'en demeure pas moins que le SF6 sous pression offre une meilleure tenue diélectrique.



**Figure 94: Evolution du courant "obscur" vs le champ électrique pour différentes pressions et un RH fixé (15%, 20°C, électrode C) sous polarité positive**

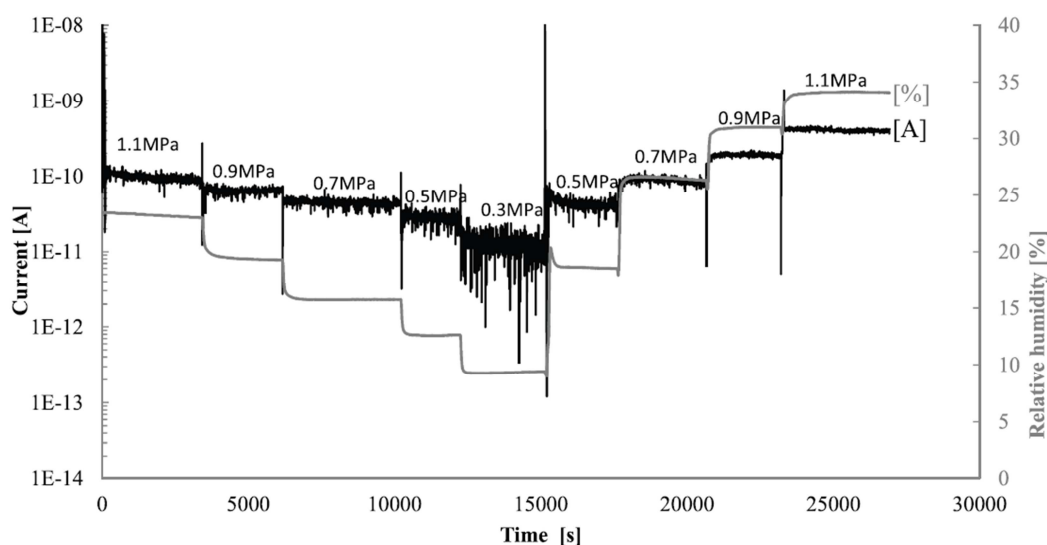


**Figure 95: Evolution du courant "obscur" vs le champ électrique pour différentes pressions et un RH fixé (15%, 20°C, électrode C) sous polarité négative**

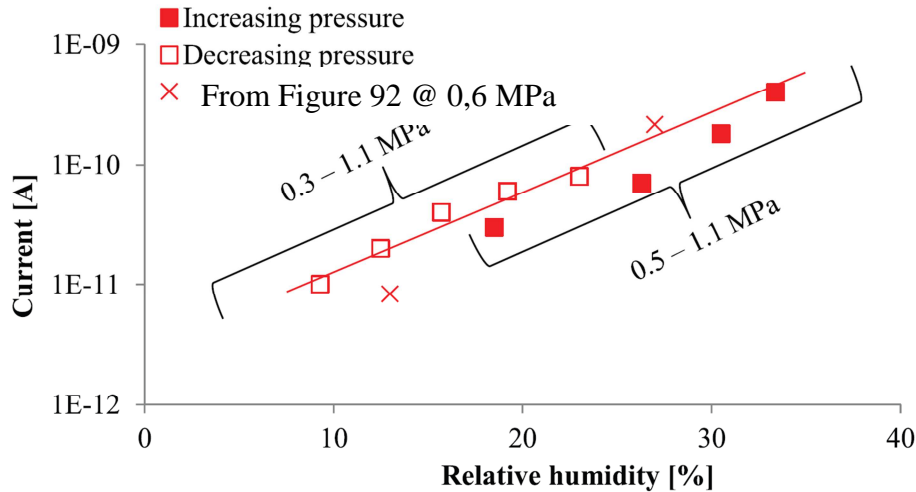
- Influence couplée de la pression et de l'humidité relative

Les influences couplées de la pression du gaz et du  $RH_{MES}$  sont mises en valeur Figure 96. La cellule de test a été d'abord remplie à 1,1 MPa de SF<sub>6</sub> ( $RH_{MES} = 23\%$ ), et une tension positive constante de +50 kV a été appliquée. La pression a ensuite été réduite par étapes jusqu'à 0,3 MPa, et augmentée encore une fois en remplissant avec un gaz plus humide jusqu'à 1,1 MPa. Les paliers ont été maintenus durant près d'1h afin de s'assurer de la stabilisation à la fois de l'humidité relative et du courant mesuré. L'évolution du courant en fonction du  $RH_{MES}$  est représentée par la Figure 97.

On peut observer que les courants mesurés évoluent avec l' $RH$ , quelle que soit la pression. La variation du courant versus  $RH$  présente une dépendance exponentielle. Cela montre que les variations du courant par rapport à la pression (rapporté dans notre étude précédente) peuvent-être principalement attribuées à un effet indirect (ie. une variation du  $RH$  due à un changement de pression, et non à l'influence directe de la pression du gaz).



**Figure 96: Evolution temporelle du courant "obscur" pour différentes pressions et RH (Electrode C, +50 kV, 20 °C)**

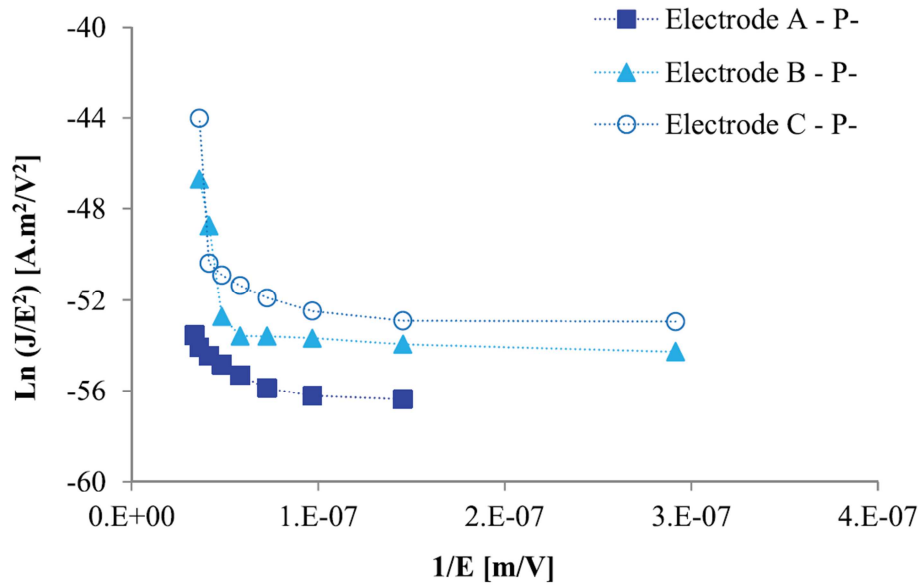


**Figure 97: Evolution du courant "obscur" vs l'humidité relative durant l'accroissement et la décroissance de la pression (électrode C, +50 kV, 20°C)**

### vii. Discussion

Les courants obscurs mesurés à l'aide de notre cellule de mesure coaxial, sont compris entre  $10^{-13}$  et  $10^{-6}$  A aussi bien sous polarité positive que négative. Ni leurs amplitudes, ni leurs variations avec la tension et la polarité, ne peuvent être expliquées par le seul phénomène d'ionisation naturelle du gaz. En effet, sachant que l'ionisation naturelle produit à ce jour environ 10 paires d'ions/cm<sup>3</sup> par seconde, le courant de saturation attendu tenant compte de la géométrie de notre cellule de mesure avoisine théoriquement les  $3.10^{-17}$  A (ie. très inférieur aux courants effectivement mesurés). Dès lors, d'autres mécanismes doivent être envisagés, intégrant l'influence de la rugosité de surface, la pression et le RH.

L'influence de la rugosité de l'électrode, montre clairement que le courant provient d'un transfert de charge au niveau de l'électrode à champ élevé, et ne résulte pas de charges apparaissant dans le volume de gaz. Cependant, les courants mesurés ne semblent pas provenir d'une émission d'électrons de type Fowler-Nordheim (FN) ou Schottky, puisque les deux mécanismes ne fournissent pas d'ajustement adéquat avec les données expérimentales (Figure 98). Ainsi le tracé des données dans un repère de type FN " $\ln(J/E^2)$  vs  $1/E$ " semble non linéaire sous polarité négative avec les électrodes A, B et C. La même conclusion a été obtenue par Shibuya et al. à partir de mesures sous champ électrique uniforme.



**Figure 98: Tracé des courants mesurés dans un repère de type "Fowler-Nordheim" pour différentes rugosités d'électrodes et sous polarité négative (0.6 MPa, 20 °C)**

Bien entendu, cette conclusion est étayée par le fait que des courants presque identiques sont enregistrés dans les deux polarités de notre géométrie coaxiale. Dans les expériences de Shibuya, une augmentation exponentielle du courant par rapport au champ au-dessus de  $14 \text{ kV} \cdot \text{mm}^{-1}$  a été observée (les courants minimums mesurés étaient d'environ  $10^{-10} \text{ A}$ ). Nos mesures effectuées avec une sensibilité beaucoup plus grande (jusqu'à  $10^{-13} \text{ A}$ ) montrent que cette variation exponentielle est observée à des champs électriques beaucoup plus bas ( $3 \text{ kV} \cdot \text{mm}^{-1}$ ). La forte augmentation du courant observé en polarité négative à champ élevé ( $>20 \text{ kV} \cdot \text{mm}^{-1}$ ) pourrait être attribuée à l'apparition de certains types d'émissions de champ. Dans le vide, le début de l'émission de type FN peut être observé pour un niveau de champ comparable, avec des électrodes à forte rugosité (somme toute plus faible que les nôtres). Une forte diminution des courants obscurs a été observée lorsque une petite quantité de gaz est introduite dans une chambre à vide; de même Shibuya a mesuré des courants beaucoup plus faibles lorsque du SF<sub>6</sub> était introduit dans la chambre à vide. Dans le vide, cet effet a été attribué à la gravure et à la destruction progressive des sites d'émission locaux à la surface de l'électrode par le bombardement d'ions (induits par des électrons accélérés).

Dans notre cas, nous pouvons supposer que l'émission d'électrons à haut champ en polarité négative pourrait résulter d'un compromis entre le grand renfort de champ électrique local dû à la rugosité des électrodes utilisées et l'inhibition des sites d'émission par la présence du gaz. Cependant, en raison de la grande instabilité des courants mesurés au-dessus de la transition, il était impossible de vérifier cette hypothèse.

La pression du gaz n'a pas d'influence directe importante sur le processus d'émission des charges. Par conséquent, la présence de décharges couronnes pour expliquer le courant mesuré n'est pas envisageable. Cette conclusion est également appuyée par d'autres mesures effectuées en géométrie uniforme, permettant la détection d'émission de lumière. Aucune émission de lumière corrélée aux courants n'a été enregistrée. De manière similaire, les tentatives de détection rapide des impulsions de courant (c'est-à-dire des décharges partielles qui constitueraient une empreinte typique des décharges couronnes) ne fournissent aucun résultat positif. Un fait majeur mis en évidence dans nos expériences, est la grande influence de la teneur en eau gazeuse (humidité relative HR) sur les courants mesurés. Cet effet n'a pas

été observé auparavant et rapporté dans les mesures des courants obscurs dans les gaz sous pression.

Une influence similaire a été rapportée par Carlon, bien qu'en conditions plutôt différentes: dans l'air à la pression atmosphérique, très haute HR (70-100%), et champ électrique uniforme faible. Dans de telles conditions, un courant ohmique linéaire a été observé à faibles champs (à quelques  $10 \text{ V}\cdot\text{mm}^{-1}$ ). Aux champs les plus élevés ( $E < 0,3 \text{ kV}\cdot\text{mm}^{-1}$ ) et RH le plus bas, les courants deviennent non linéaires et une augmentation exponentielle du courant à champ constant en fonction du RH a été observé, comme dans nos mesures:  $I(\text{RH})=A.\exp(\beta.\text{RH})$ . Il est intéressant de noter que dans ces mesures, le taux d'augmentation  $\beta$  à champ constant ( $\beta \approx 0,14$ ) est proche de la valeur observée sur la Figure 97 ( $\beta \approx 0,15$ ). Pour expliquer les courants mesurés, l'auteur considère que le champ électrique induit une éjection de "cluster" d'eau chargée à partir du film d'eau initialement présent sur la surface de l'électrode. Ces "clusters" d'eau portant une charge unitaire seraient constitués de 10 à 12 molécules d'eau.

Dans des expériences et des conditions très différentes, l'émission de ces "cluster" d'eau chargée à partir d'une électrode à champ fort (appelée "field desorption") a également été mis en évidence par microscopie ionique de champ. Dans ces expériences, un champ local très élevé (typiquement  $10^4 \text{ kV}\cdot\text{mm}^{-1}$ ) est créé au sommet d'une pointe métallique (dont le rayon de courbure est d'environ 10 nm) sous vide poussé, et avec une très faible pression partielle d'eau (environ  $10^{-4} \text{ Pa}$ ) donnant lieu à de fines couches d'eau (ou de glace) sur la pointe. Les premières observations ont été faites en 1955, lorsque Ingram, en utilisant un spectromètre de masse, a mis en évidence la décomposition de l'eau et la formation de clusters d'ions sous fort champ local. Avec le développement des techniques d'ionisation par effet de champ, des modèles théoriques plus complets concernant les interactions de l'eau avec la surface solide et l'ionisation de l'eau par le champ ont été établies. La désorption de champ a été observée principalement sous pointe positive, mais aussi sous pointe négative, à condition que le champ reste inférieur au seuil d'émission d'électron par effet de champ. Le nombre de molécules d'eau constituant le cluster d'eau désorbée (typiquement de 1 à 10 molécules) a été mesuré par spectrométrie de masse, et varie de manière complexe selon la température et le champ local (plus le champ est bas, plus le cluster est gros). Les champs locaux minima requis pour l'ionisation par effet de champ et la désorption associée sont d'environ  $2000 \text{ kV}\cdot\text{mm}^{-1}$ .

Dans nos expériences, la pression de vapeur est considérablement supérieur (eg.  $240 \text{ Pa}$  @  $\text{RH}=10\%$ , et  $T=20^\circ\text{C}$ ). Pour la température et les plages d'humidité de nos mesures, les couches d'eaux adsorbées à la surface du métal ("adlayers") sont supposées être épaisses et dynamiques. Cela signifie que les "adlayers" sont réversiblement adsorbés et résultent de l'équilibre entre adsorption et désorption. Cet équilibre existe déjà sans champ électrique appliqué, mais un champ intense est capable d'amplifier les processus d'adsorption et de désorption. La probabilité de l'ionisation par effet de champ sera influencée par l'épaisseur/la structure des "adlayers", la température, la rugosité de sites d'émission, ainsi que par l'intensité du champ local. Pour les couches épaisses et les champs inférieurs à  $8000 \text{ kV}\cdot\text{mm}^{-1}$ , nous pouvons également négliger les interactions entre l'eau et la surface de l'électrode (c'est-à-dire l'ionisation à l'interface liquide/métal), et ne considérer que le phénomène de dissociation de la couche d'eau par le champ, selon la réaction:  $2\text{H}_2\text{O} \Rightarrow \text{H}_3\text{O}^+ + \text{OH}^-$ . Après dissociation, si l'émetteur est positivement chargé (respectivement négativement), l'hydroxyle (respectivement l'hydronium) se déplace vers la surface de la pointe, le proton solvaté (respectivement l'électron) se déplace vers l'interface liquide/vide et l'émission d'un "cluster" d'eau chargée peut se produire si tant est que le champ local soit assez fort. L'émission est suivie de la création d'une protrusion (à faible rayon de courbure) à

l'interface eau/vide (appelée "ion flare"). À son tour, ce processus induit une intensification du champ, conduisant à une probabilité locale d'ionisation plus élevée et favorisant ainsi une nouvelle ionisation à partir de ce point.

L'ionisation de l'eau et l'émission de "cluster" d'eau chargée à partir de défauts locaux d'électrodes (protubérances contribuant à intensifier le champ local) peut être cohérent avec les courants mesurés dans les deux polarités. Par rapport aux expériences de Carlon réalisées avec un HR proche de la saturation, la faible quantité d'eau dans nos mesures est compensée par l'application d'un champ beaucoup plus fort. Ce mécanisme d'émission par "cluster" serait influencé par l'HR (qui détermine la quantité d'eau sur la surface de l'électrode), et la rugosité d'électrode (qui détermine le nombre de défauts locaux). Pour atteindre des champs locaux d'environ  $0,2 \text{ V/Å}$ , il faut considérer un facteur de renforcement du champ d'environ 200 (avec un champ moyen de  $10 \text{ kV.mm}^{-1}$  entre les électrodes). Ce facteur de champ n'est pas irréaliste, des valeurs similaires sont fréquemment considérées pour expliquer l'émission d'électrons dans le vide sous champs uniformes, en particulier lorsque la surface de l'électrode est rugueuse (comme nos électrodes). L'émission de "clusters" d'eau peut avoir lieu dans les deux polarités et la direction du champ détermine de type d'ion expulsé de l'"adlayer".

La diminution lente (et réversible) du courant en fonction du temps observée sous champ électrique élevé (courant transitoire Figure 87) pourrait être attribuée à une modification progressive de l'équilibre entre l'émission et la re-adsorption d'eau due à l'application du champ électrique. Aux champs inférieurs à  $14 \text{ kV.mm}^{-1}$ , le courant est moins dépendant du temps, et nous pouvons supposer que le processus d'émission moins intense est immédiatement compensé par la ré-adsorption (l'équilibre "naturel" entre l'adsorption et la désorption n'est pas perturbé par l'application champ). Puisque l'intensité de dissociation / émission dépend aussi de l'épaisseur de l'"adlayer", il semble évident que la valeur stabilisée du courant "obscur" (à champ constant) augmente avec le RH.

### c. Conclusion

Des mesures de courants "obscur" à champ électrique élevé ( $3 \text{ à } 25 \text{ kV.mm}^{-1}$ ) dans du SF6 sous pression contenant de l'eau (HR jusqu'à 30%) ont été réalisées avec un champ modérément divergent (géométrie de l'électrode coaxiale). Ces mesures nous ont permis de mettre en évidence deux facteurs d'influence majeurs: la rugosité de l'électrode et l'humidité relative RH. D'autres facteurs tels que la pression du gaz et la polarité de la tension ont un impact beaucoup plus faible dans ces conditions. A partir de ces résultats, plusieurs conclusions concernant les processus physiques impliqués dans les courants "obscur" peuvent être obtenues. Des mécanismes tels que l'ionisation naturelle du gaz, les décharges couronnes et l'émission par effet de champs ne sont pas prépondérants dans ces résultats. La grande influence du RH du gaz suggère fortement que le courant pourrait être dû à l'émission de "cluster" d'eau, émis par les couches d'eau adsorbées aux électrodes. L'émission peut être déclenchée par une intensification du champ électrique local, en raison de défauts de surface tels que des protubérances. Ces résultats sont très importants pour l'application SIG (Systèmes à Isolation Gazeuse) car ils mettent l'accent sur une source supplémentaire de génération de charge (ie. l'eau), contribuant à l'accumulation globale de charges sur la surface de l'isolant solide.

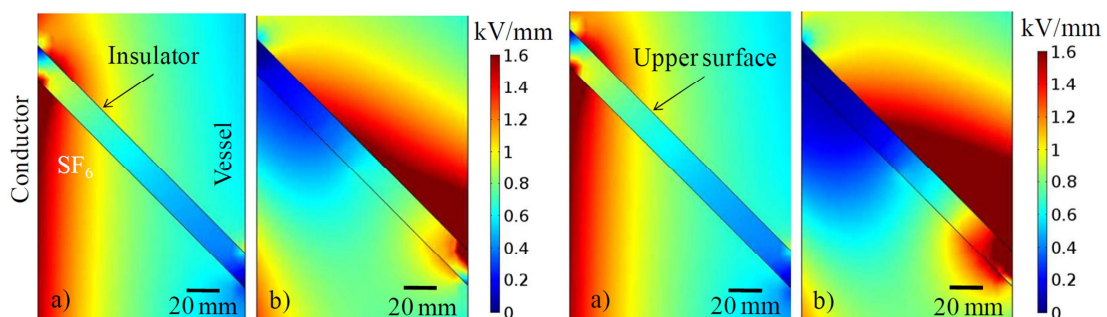
#### II.6.2. Ecoulement des charges en surface d'isolants à base de résine époxy chargée à l'alumine [30], [41], [49]

L'influence de la nature du gaz, de la pression, de l'humidité relative, et de la température sur la résistance superficielle de la résine époxy composite ont été étudiés. Dans

des conditions sèches, ce matériau composite montre des résistances de surface très élevées (environ  $10^{19} \Omega/\text{carré}$  à  $60^\circ\text{C}$ ), indépendantes de la nature du gaz et de la pression. Lorsque l'humidité relative RH dans le gaz est augmentée jusqu'à environ 30%, la variation de la résistance de surface reste faible. À RH plus élevé, une réduction importante est observée, jusqu'à 3 décades à RH = 80%. Quand le RH est augmenté ou diminué, l'effet sur le courant de surface comprend deux phases: une variation rapide et importante attribuée à la modification rapide de la quantité d'eau sur la surface, et une plus lente attribuée à l'imprégnation lente (ou au séchage) du matériau sous la surface. Des mesures complémentaires de résistivité superficielle (corrigées en supprimant le courant circulant dans le gaz) ont été effectuées sous des champs non uniformes et uniformes. Les résultats montrent que dans un gaz sec (RH < 1%) et pour un champ électrique jusqu'à 8 kV/mm, la surface n'a pas de propriétés spécifiques par rapport au volume et suit un comportement ohmique. En environnement légèrement humide ( $1\% < \text{RH} < 10\%$ ), les courants deviennent non linéaires et une diminution de la résistivité superficielle nette est détectée.

### II.6.3. Influence de la teneur en eau, de la température et du champ sur la conduction volumique d'isolants à base de résine époxy chargée à l'alumine (Résumé) [52]

Cette étude a permis de souligner la grande influence de la température et la teneur en eau sur les propriétés de conduction d'isolants à base de résine époxy chargées à l'alumine. Un gradient de température peut induire une grande modification de la distribution du champ sur un isolateur HVDC. En outre, la présence de petites quantités d'eau peut induire des modifications non négligeables sur la distribution du champ et sur les courants de fuite. Au total, la présence de l'eau et les gradients de température tendent à modifier de façon significative la distribution de champs électrique sous contrainte HVDC (Figure 99).



**Figure 99:** (gauche) Simulation numérique avec un matériau sec a) température uniforme  $T = 20^\circ\text{C}$ ; b) avec un gradient de température  $\Delta T = 60^\circ\text{C}$  ( $V = 100\text{kV}$ ). (droite) Simulation numérique avec un matériau humide ( $Wc = 0.2\%$ ) a) température uniforme  $T = 20^\circ\text{C}$ ; b) avec un gradient de température  $\Delta T = 60^\circ\text{C}$  ( $V = 100\text{kV}$ )

### II.6.4. Contributions et devenir de la doctorante

Ce travail a été conduit dans le cadre de la thèse de L. Zavattoni intitulée “Conduction phenomena through gas and insulating solids in HVDC Gas Insulated Substations, and consequences on electric field distribution” co-encadrée à 50% avec O. Lesaint. Ce travail a été mené en collaboration et avec le financement de Siemens (Grenoble et Berlin). L. Zavattoni a contribué à 100% de nos publications ayant trait à ce sujet: [14], [29], [41], [47], [52], [53], [49], en tant que doctorante au G2Elab/Siemens. Elle est à ce jour ingénieure de recherche chez General Electric (Villeurbanne).





## **II.7. Matériaux diélectriques bio-sourcés : état de l'art et étude diélectrique du poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalérate) et de la polycaprolactone [24], [33], [42], [43], [45], [44], [51]**

### **II.7.1. Matériaux diélectriques bio-sourcés : état de l'art [24], [33], [43], [45]**

#### **a. Introduction**

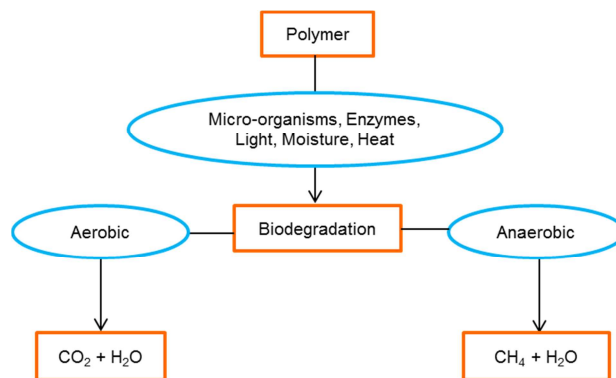
L'utilisation intensive des combustibles fossiles, l'augmentation des sources de pollution, et l'émission de gaz à effet de serre dans l'atmosphère pose un défi majeur pour le monde actuel. A présent, une forte pression sociétale s'exerce sur les industries du monde entier, les conduisant à intégrer le paramètre environnemental dans leur logique de production. C'est pourquoi l'industrie des matières plastiques cherche à mettre en place des filières de production de polymères de substitution plus respectueuses de l'environnement, tels que les polymères biodégradables. A contrario, les polymères classiques comme le Polyéthylène (PE), le Polypropylène (PP), et des résines Epoxy sont produits à partir de ressources fossiles. Certains d'entre eux ne sont pas appropriés au recyclage. Les polymères biodégradables, peuvent être décomposés par les microbes, des germes et des enzymes de décomposition présents dans la nature et exempt de produits chimiques toxiques tels que les dioxines. Or, de nombreux polymères classiques comme l'époxy et le polyéthylène réticulé (XLPE) ont trouvé une large utilisation dans le génie électriques, et les polymères biodégradables peinent à les remplacer.

A ce jour nous manquons d'une synthèse de l'activité scientifique sur ce sujet. C'est pourquoi, dans cette étude, nous proposons modestement de fournir aux lecteurs quelques repères en la matière. Nous avons effectué un recensement de toutes les publications liées aux propriétés diélectriques des polymères biodégradables jusqu'en 2014. Le résultat du recensement donne la chronologie quantitative des publications, les principaux contributeurs, les grands éditeurs, les biopolymères les plus étudiés, les propriétés diélectriques les plus analysées. Les propriétés physiques et électriques des polymères biodégradables sont compilées et comparées à celles des polymères classiques. Les propriétés physiques en question comprennent l'absorption d'eau, la température de transition vitreuse et la température de fusion. Les propriétés électriques incluent : permittivité, facteur de perte, conductivité et tenue diélectrique. Ce travail fournit un état de la recherche dans le domaine des polymères biodégradables étudiés pour leurs applications diélectriques. En outre, il met en évidence des propriétés thermiques et électriques des polymères biodégradables qui peuvent être intéressantes pour certaines applications du génie électrique.

#### **b. Biodégradation**

La biodégradation est un phénomène dans lequel les chaînes macromoléculaires du polymère sont décomposées en dioxyde de carbone ou en méthane et en eau par l'action de micro-organismes et d'enzymes. Ce processus peut être activé par l'action d'un ou de plusieurs paramètres combinés tels que : l'humidité, la chaleur et la lumière (Figure 100). Par exemple, l'humidité peut initier un processus de dégradation des macromolécules en plus petites ce qui facilite ensuite la transformation finale par les micro-organismes en dioxyde de carbone ou en méthane et en eau. On distingue généralement deux types de biodégradation : selon qu'elles nécessitent une présence d'oxygène (aérobie) ou pas (anaérobie). La biodégradation aérobie a lieu en présence d'oxygène et donne en produit finale : du dioxyde de carbone et de l'eau. Dans le cas d'une biodégradation anaérobie, les produits finaux sont généralement du méthane et de l'eau. Kijchavengkul et Auras suggèrent que la structure

chimique d'un polymère joue un rôle important dans le processus de biodégradation ; en particulier, la présence de liaisons faibles dans un polymère facilite celle-ci. Des facteurs tels que la taille moléculaire influe également sur le taux de biodégradation. Kale G. et al ont mis en évidence que des molécules plus petites sont facilement biodégradées par l'action des enzymes et conduisent également à augmenter la vitesse de biodégradation. Une autre étude indique également que la biodégradabilité pourrait être influencée par la présence d'additifs dans les matériaux polymères. Elle peut ainsi augmenter ou diminuer la biodégradabilité en fonction de la nature de l'additif ajouté.



**Figure 100: Processus de biodégradations des biopolymères**

### c. Polymères étudiées

#### i. Nomenclature

La Table 15 énumère les dix polymères biodégradables soumis à notre examen. La Figure 101 illustre leurs structures. Les polymères classiques ou conventionnels tels que le polypropylène (PP), le polyéthylène basse densité (LDPE) et le polyéthylène réticulé (XLPE) sont rapportés dans cette étude à titre de référence.

**Table 15: Liste des polymères biodégradables**

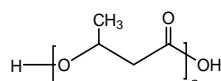
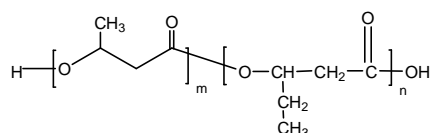
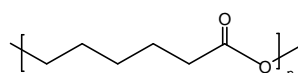
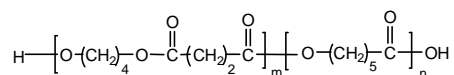
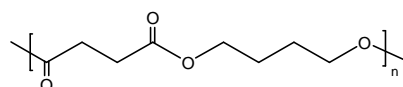
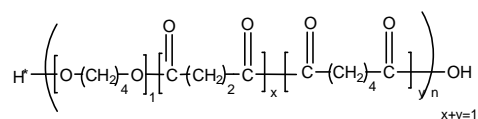
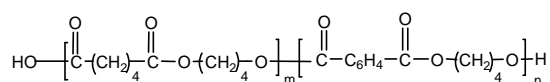
PHB	Polyhydroxybutyrate
PHBV	Poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate)
PCL	Polycaprolactone
PCL-BS	Polycaprolactone butylene succinate
PBS	Polybutylene succinate
PBSA	Polybutylene succinate adipate
PBAT	Poly(butyleneadipate-co-terephthalate)
PLA	Poly(lactic acid)
PETS	Polyethylene terephthalate succinate
CA	Cellulose acetate

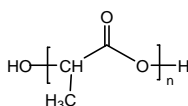
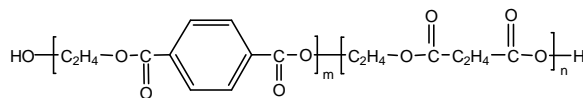
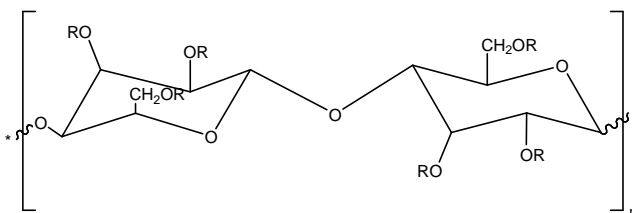
#### ii. Formule chimique

L'homopolymère PHB et son copolymère PHBV appartiennent exclusivement à la famille des Polyhydroxyalkanoates. Les autres copolymères comprennent les PCL-BS, PBAT, LNPP et PETS comme mentionné dans la Table 16.

**Table 16: Liste des copolymères**

<b>Biodegradable polymer</b>	<b>Monomers</b>
PHBV	hydroxybutyrate, hydroxyvalerate
PCL-BS	caprolactone, butane diol, succinic acid
PBS	butane diol, succinic acid
PBSA	butane diol, succinic acid, adipic acid
PBAT	butane diol, adipic acid, dimethyl terephthalate
PETS	ethylene glycol, terephthalic acid, succinic acid

**PHB****PHBV****PCL****PCL-BS****PBS****PBSA****PBAT**

**PLA****PETS****CA**

**Figure 101: Structure des polymères biodégradables. Dans la structure du CA, ‘R’ représente l’hydrogène ou un substituant de type groupe acétyle (selon le degré de substitution)**

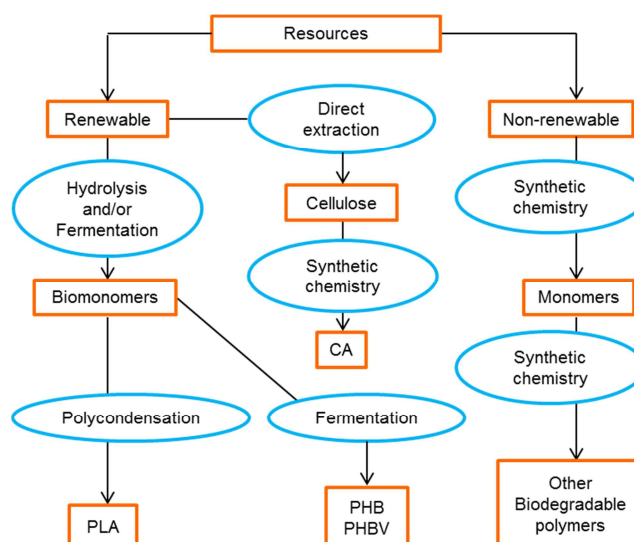
Tous les polymères biodégradables mentionnés Figure 101, appartiennent à la famille des polyesters. Les groupes chimiques tels que l’hydroxyle (OH) et le carbonyle (>C=O) présents dans les motifs répétés de ces polymères les rendent polaires. Par conséquent, tous les polymères biodégradables étudiés ici sont de nature polaire, contrairement au PP et PE. Dans ce dernier, il existe une chaîne hydrocarbonée linéaire responsable de leur nature quasi-non polaire.

### iii. Origine des polymères bio-sourcés et biodégradables

Certains polymères biodégradables sont à base de végétaux, tandis que les autres sont obtenus à partir de la chimie de synthèse, les voici classés dans la Table 17 et dans la Figure 102.

**Table 17: Origine des polymères biodégradables**

Biodegradable polymer	Source
PHB	Photosynthetic and non-photosynthetic bacteria
PHBV	Prokaryotic cells
PLA	Renewable resources like Sugarcane and Corn
CA	Renewable resources like Cellulose
PCL, PCL-BS, PBS, PBSA, PBAT,	Synthetic chemistry
PETS	



**Figure 102: Différentes méthodes d'obtention des polymères biodégradables**

#### iv. Méthode de transformation des polymères biodégradables

Il existe différentes méthodes pour mettre en forme les films de polymères biodégradables. Elles sont résumées dans la Table 18.

**Table 18: Méthodes de mise en forme des polymères biodégradables**

Polymer	Solution casting	Compression molding	Blown-film extrusion	Brabender compression molding	+ Hot-pressing
PHB	Yes	Yes	-	-	-
PHBV	Yes	Yes	-	-	-
PCL	Yes	Yes	-	-	-
PBS	-	-	Yes	Yes	-
PBSA	-	-	Yes	Yes	-
PLA	Yes	-	-	-	Yes
CA	Yes	-	-	-	-

#### v. Sémantique

Voici les définitions d'un certain nombre de termes employés pour notre veille bibliographique :

- Les "bio-polymers" et "bio-based polymers" (polymères bio-sourcés) sont à base de matière naturelle (renouvelable) ou sont intrinsèquement biodégradables. Comme son nom l'indique, ils proviennent de ressources renouvelables. Les polymères d'origine naturels modifiés par la chimie sont aussi considérés comme des bio-polymères. Les polymères biodégradables peuvent être soit d'origine naturelle (matière renouvelable), soit d'origine fossile (non renouvelable). Les polymères biodégradables ne sont donc pas nécessairement des polymères bio-sourcés.
- Les "bio based blend" sont des polymères constitués d'un mélange à base de produit naturels.
- Les "bio-composite" ou "bio-based composite" sont issus du mélange entre une matrice et un renfort dont l'un des deux est d'origine naturelle (renouvelable). En termes plus simples, au moins l'un des composants d'un bio-composite doit être issue

de ressources renouvelables. Tous les bio-composites ne sont donc pas nécessairement bio-dégradables.

Dans les 3 cas ci-dessus, des plastifiants ou des additifs tels que des antioxydants et des retardateurs de flamme ne sont pas pris en compte dans la classification. Ceux-ci sont ajoutés de manière à faciliter le traitement ou pour la stabilité thermique ou chimique du matériau final et peuvent paradoxalement être nocifs sur le plan environnemental.

Dans la présente étude : les "bio-based, biopolymers, biodegradable polymers, bio-based blends et bio-composites" sont désignés collectivement comme des "biomaterials". Par conséquent, l'utilisation du terme biomatériau indique que le matériau appartient à l'une de ces catégories.

#### d. Méthodologie bibliographique

Cette section décrit la méthodologie adoptée pour effectuer cette veille bibliographique.

Précisons tout d'abord, que l'ensemble des articles visés par cette étude, ont traités aux propriétés diélectriques des biomatériaux tels que définis précédemment. Les moteurs de recherche comme OvidSP, EBSCO, Google Scholar, et Scifinder ont été utilisés. Les outils de gestion de base de données qui ont été employés sont : Inspec, Archive Inspec, Current Contents, PASCAL et FRANCIS. Les paramètres du moteur de recherche forment des caractéristiques uniques d'un moteur de recherche à l'autre. Ainsi, une variété d'options pour les paramètres de recherche est disponible pour chaque moteur de recherche. Un aperçu des combinaisons employées est donné dans la Table 19.

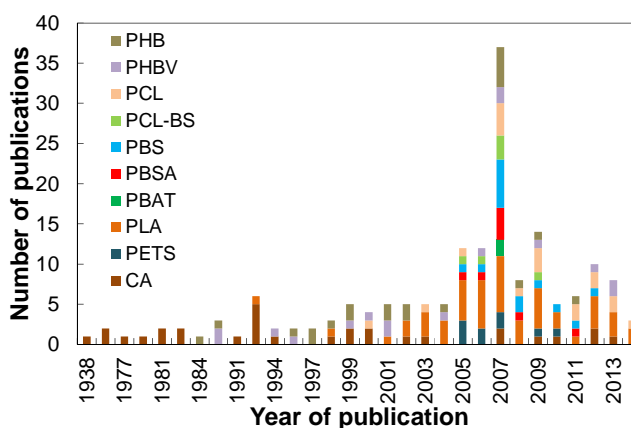
**Table 19: Protocole bibliographique**

Search Engine	Database/Tools	Year	Keywords
OvidSP	Current Contents/ All Editions	1998- 2014	Name of a biodegradable polymer
	Inspec	1898-	
	Archive- Science Abstracts	1968	
	Inspec	1987- 2014	
	Inspec	1969- 2014	•Dielectric spectroscopy •Dielectric studies •Dielectric permittivity •Electrical conductivity •Electrical breakdown
EBSCO host research	FRANCIS	Until	
	PASCAL	2014	
	Inspec		
	Inspec Archive- Science Abstracts	1898- 1968	
Google Scholar	-	-	
Scifinder	-	-	

## e. Résultats et discussions

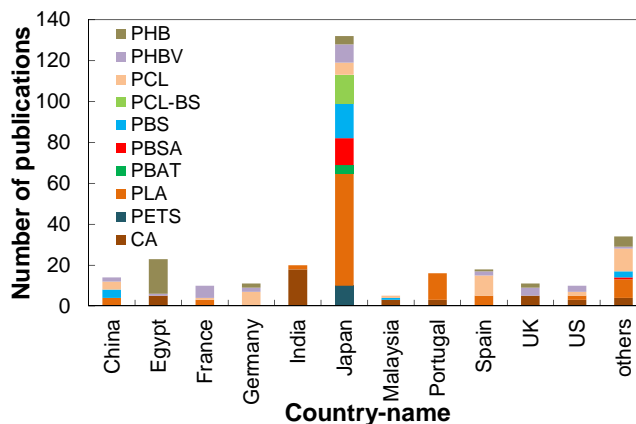
### i. Evolution des publications à ce jour

La Figure 103 montre le nombre de publications pour chaque matériau au fil des ans. Ce graphique montre l'évolution de l'intérêt de la recherche dans le domaine au cours des dernières décennies. Il y a très peu de rapports antérieurs à 1980 dans ce domaine. Il apparaît que la période de pointe de l'activité de recherche s'étend de l'année 2005 à l'année 2009 avec une pointe en 2007. Un recul relatif est enregistré par la suite jusqu'à nos jours.



**Figure 103: Tracé du nombre de publications vs l'année de publication de 1938 à 2014 (ayant traits aux propriétés diélectriques des biomatériaux)**

### ii. Pays contributeurs



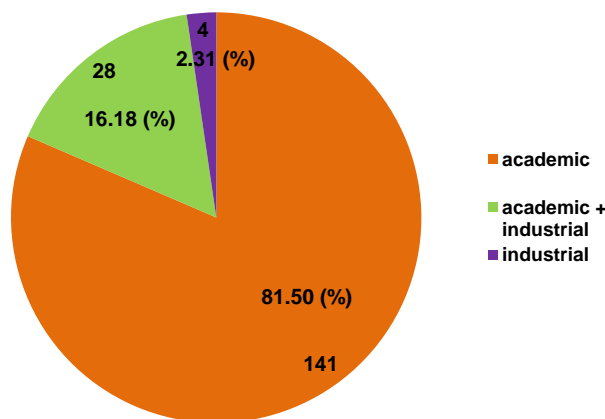
**Figure 104. Tracé du nombre de publications par pays d'appartenance des laboratoires, (ayant traits aux ppts diélectriques de biopolymères). Notons que la liste de biopolymères retenue est la même que celle utilisée pour la Figure 103. La catégorie "others" dans le graphique recueille les contributions localisées dans 17 autres pays**

La Figure 104 montre le nombre de publications pour chaque nationalité. De toute évidence, les laboratoires japonais ont apporté des contributions majeures dans ce domaine. Les autres pays ont produits, de façon cumulée, un nombre presque similaire de publications.

### iii. Contributeurs académiques vs industriels

La Figure 105 montre l'implication des industriels par rapport aux universitaires.

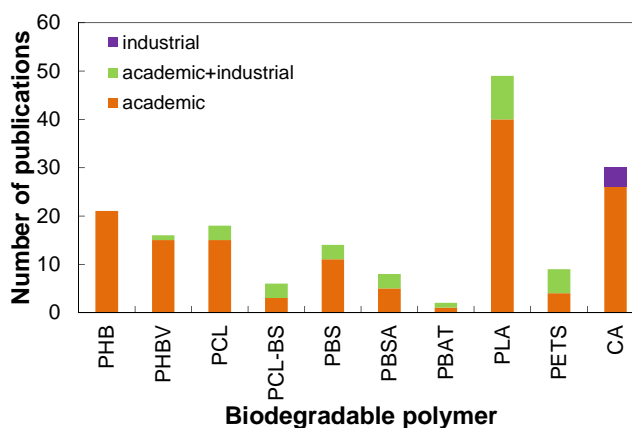




**Figure 105: Représentation en graphe circulaire du nombre et du pourcentage de publications classé suivant les organismes de recherche impliqués: académique, industriel et collaboration académique/industriel (ayants traités aux pptés diélectriques des biomatériaux)**

Cela ne reflète peut être pas le degré d'implication des acteurs industriels dans ce domaine car bon nombres de projets industriels jugés stratégiques sont souvent confidentiels pour être par la suite généralement brevetés. La Figure 106 corrobore sous un autre angle cet état de fait et permet notamment de voir lequel de ces biomateriaux est le plus considéré par l'industrie : en l'occurrence il s'agit du PLA.

Il existe des brevets portant sur les bio-fluides. En ce qui concerne les dix polymères biodégradables que nous considérons ici, une très faible quantité de brevets ont été déposés. Certains de ces brevets sont sur le CA et le PCL.



**Figure 106: Tracé du nombre de publications vs type de polymères biodégradables (ayant traits à leur propriétés diélectriques) classé suivant les organismes de recherche impliqués: académique, industriel et collaboration académique/industriel**

#### iv. Coût des biopolymères

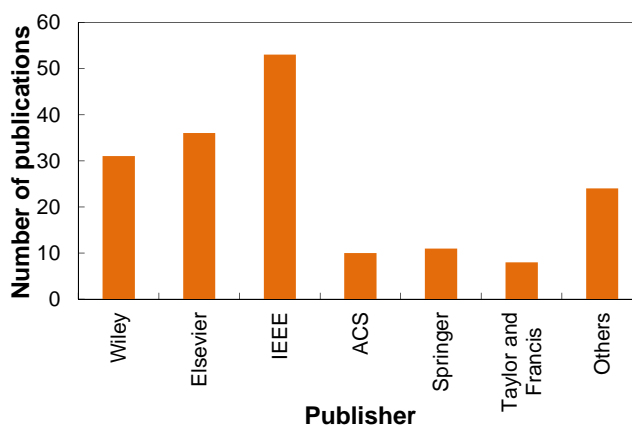
Les coûts des polymères biodégradables et conventionnels sont affichés dans la Table 20. La plupart des polymères biodégradables sont relativement plus coûteux que les polymères classiques. Le PHB est un des polymères biodégradables les plus chers. Les couts du PLA et du CA avoisinent en valeur supérieure ceux des résines PE, PP et époxy. Le faible coût de PE et PP rend ces matières conventionnelles plus attractives aux yeux des industriels.

**Table 20: Prix des polymères**

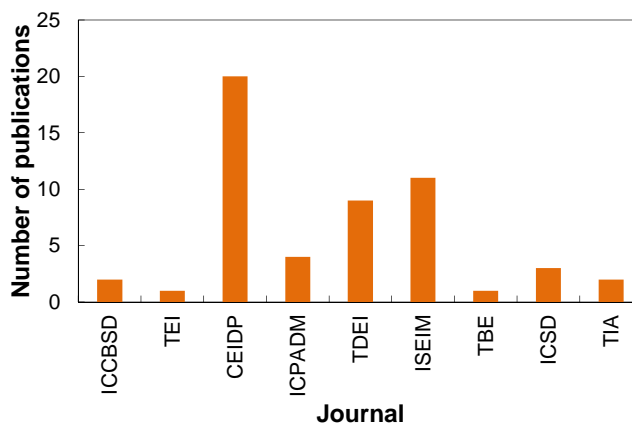
Polymer-name	Cost (Euros/kg)	Cost (% of cost of PE)
PHB	10.5	2692
PCL	4-7	1026-1795
PBS	3.5-4.4	897-1128
PBSA	4.5-4.8	1154-1231
PLA	1.37-2.75	351-705
CA	0.60	154
PE	0.39	-
PP	0.63	162
Epoxy	1.8-2.2	462-564

### v. Editeurs et journaux concernés

Dans la Figure 107, le nombre de publications ayant trait aux propriétés diélectriques des biomatériaux est classé en fonction des éditeurs. L'objectif du graphique est de guider les chercheurs vers les revues scientifiques qui abondent dans ces domaines. L'éditeur IEEE est le principal contributeur suivi par Elsevier et Wiley. IEEE regroupe plusieurs revues dont le détail est donné Figure 108.



**Figure 107: Tracé du nombre de publications publiées par éditeur à travers des revues scientifiques, des conférences ou des symposiums. La catégorie "other" du graphique comprend de nombreux éditeurs différents**

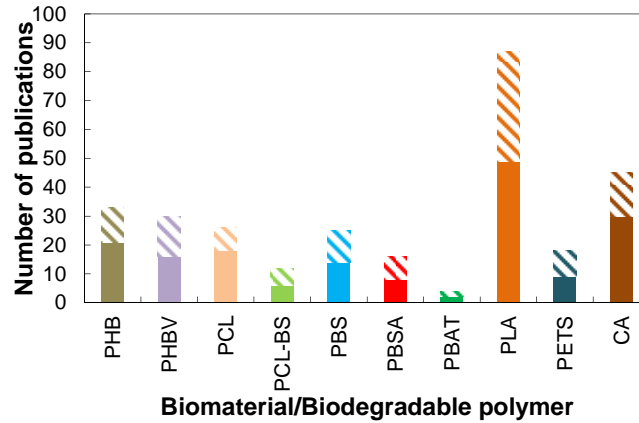


**Figure 108: Tracé du nombre de publications publiées dans différentes revues de l'éditeur IEEE**

### vi. Biomatériaux et polymères biodégradables étudiés pour leurs propriétés diélectriques

La Figure 109 représente l'ampleur des travaux de recherche effectués sur chaque biomatériaux et polymères bio-dégradables.

Dans le cas des biomatériaux, le plus grand nombre de publications porte sur le PLA ce qui suggère qu'il est un candidat intéressant. Le PHB, PHBV et le CA ont été aussi considérablement explorés. Les PETS qui sont à l'état vitreux à température ambiante sont relativement moins explorés et en particulier le PBAT.

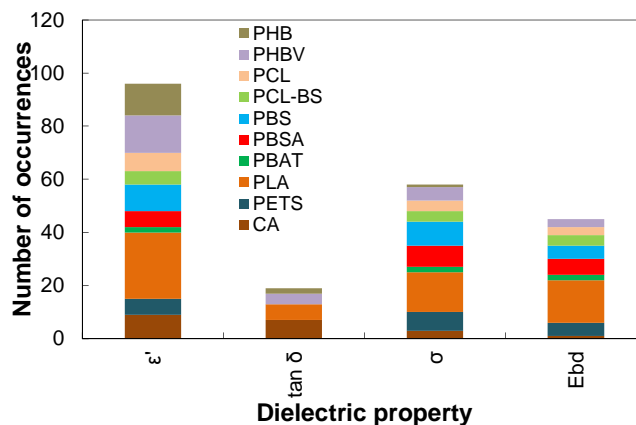


**Figure 109: Tracé du nombre de publications vs les biomatériaux et les polymères biodégradables étudiés pour leurs propriétés diélectriques**

### vii. Types de propriétés diélectriques étudiées

Dans les sections suivantes, les propriétés diélectriques sont discutées et présentées seulement pour les polymères à base biologique ou biodégradables et non pour les bio-mélanges et les bio-composites. Cela signifie que seuls les articles scientifiques ayant rapportés des propriétés diélectriques de polymères bio-sourcés ou biodégradables, sont pris en compte dans le comptage du nombre de publications.

Sur la Figure 110, le nombre d'occurrences de chaque propriété diélectrique pour chaque polymère biodégradable est présenté. Le graphique montre l'étendue des propriétés diélectriques étudiées en fonction des différents polymères. Les permittivités et conductivités sont systématiquement étudiées. La tenue diélectrique est rapportée pour tous les polymères sauf le PHB. Le  $\tan \delta$  est relativement moins discuté.



**Figure 110:** Tracé du nombre d'occurrences par rapport au type de propriété diélectrique:  $\epsilon$  pour la permittivité relative,  $\tan \delta$  pour le facteur de dissipation,  $\sigma$  pour la conductivité et Ebd pour la tenue diélectrique

### viii. Coefficient de diffusion de l'eau

Le coefficient de diffusion de l'eau dans plusieurs polymères est donné dans la Table 21. La présence de molécules d'eau ou d'humidité dans une matrice polymère présente une influence notable sur ses propriétés mécaniques, thermiques et électriques. Par conséquent, le degré d'absorption de l'eau et son coefficient de diffusion dans les polymères doit être étudié. On peut observer dans la Table 21, que les valeurs sont du même ordre de grandeur pour la plupart des polymères, sauf pour le polyéthylène basse densité. Il est situé un ordre de grandeur inférieur aux autres.

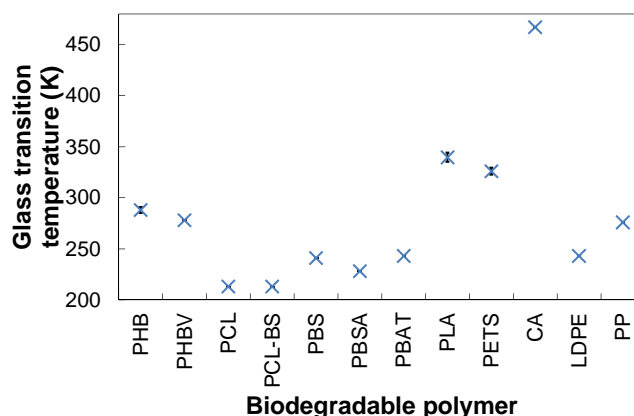
**Table 21:** Coefficient de diffusion de l'eau dans les polymères

Nom du polymère	Coefficient de diffusion (D) ( $\text{cm}^2/\text{s}$ )
PHB	$0.87 \cdot 10^{-8}$
PCL	$17.35 \cdot 10^{-8}$
PLA	$6.61 \cdot 10^{-8}$
CA	$1.67 \cdot 10^{-8}$
LDPE	$4.78 \cdot 10^{-9}$
PP	$10^{-8}$
Epoxy	$4.43 \cdot 10^{-8}$

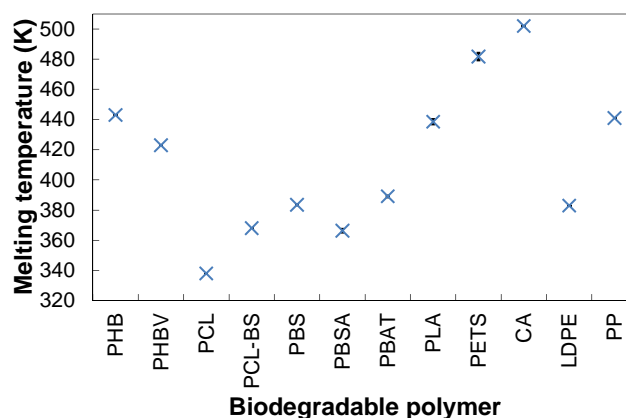
Pour les PHB, PCL et le PLA, les valeurs de mesure sont indiquées à  $36,5^\circ\text{C}$  et  $0,024$  atmosphère (pression de vapeur saturante). Pour le CA, la valeur est rapportée pour la mesure à  $30^\circ\text{C}$ . Pour le PEBD et le PP, les valeurs sont indiquées pour la mesure à  $25^\circ\text{C}$ . Pour l'époxy, la valeur est rapportée pour la mesure à  $90^\circ\text{C}$ .

### ix. Propriétés thermiques

Les propriétés thermiques telles que température de transition vitreuse, température de fusion, température de cristallisation et de dégradation ou de destruction de ces polymères constitue une information cruciale et tout aussi importante pour leurs applications diélectriques. La Figure 111 montre les températures de transition vitreuse des polymères biodégradables. La Figure 112 présente des températures de fusion des polymères biodégradables.



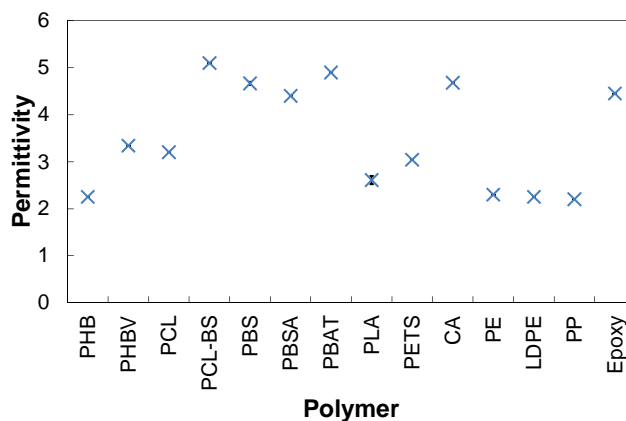
**Figure 111:** Tracé de la température de transition vitreuse vs polymère biodégradable. La barre d'erreur pour le PLA et le PETS est un écart type. Dans le cas du PHB, un écart par rapport à la valeur médiane de la température de transition vitreuse est rapporté. Pour le CA, la température de transition vitreuse est rapportée pour un degré de substitution de 2,45 et une teneur en acétyle de 39,8%



**Figure 112:** Tracé de la température de fusion vs du polymère biodégradable. La barre d'erreur pour le PBSA, PBAT, PLA et le PETS est un écart type. Dans le cas du PBS, un écart par rapport à la valeur médiane de la température de fusion est rapporté. Pour le CA, la température de transition vitreuse est rapportée pour un degré de substitution de 2,45 et une teneur en acétyle de 39,8%

#### x. Permittivité relative: $\epsilon_r$

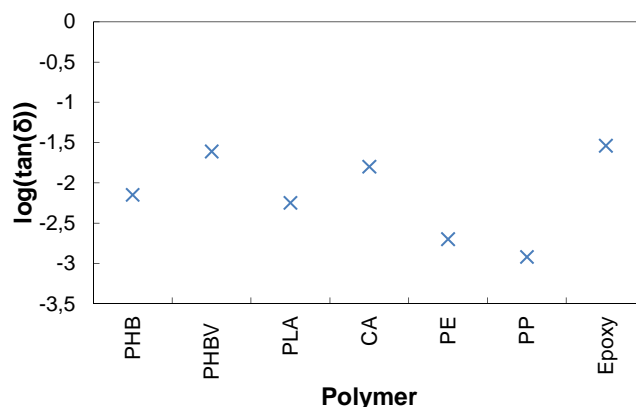
Sur la Figure 113, la permittivité relative de chaque polymère biodégradable et de polymères classiques en guise de référence est rapportée. Le graphique montre la variation des valeurs de permittivité selon les polymères biodégradables. Le PCL-BS a la plus forte permittivité de tous. Le groupe des PBS, LNPP, PBAT et CA est proche en valeur inférieur du PCL-BS. Le groupe des PLA, PETS, PHBV et PCL sont encore moins primitifs. Le PHB a la permittivité la plus faible des polymères biodégradables et est comparable aux valeurs de la permittivité du PP et du PE. D'une manière générale, des conductivités plus élevées sont accompagnées par des permittivités plus élevées. Les valeurs de permittivité élevées dans des polymères biodégradables sont dues à la présence de groupes carbonyle et hydroxyle polaires. Leurs permittivités varient naturellement avec la température, la fréquence et la morphologie de polymère. Diverses études sur l'influence de la fréquence, la température et la cristallinité ont été faites.



**Figure 113: Tracé des permittivités à 1kHz par type de polymère. Notons que les valeurs de permittivité sont rapportées à température ambiante sauf pour le CA où la température n'est pas mentionnée. Pour le PBS et le PLA, un écart par rapport à la valeur médiane de la permittivité est rapporté**

#### xi. Facteur de dissipation: $\tan \delta$

Le facteur de perte diélectrique de quelques polymères biodégradables ainsi que du polyéthylène, du polypropylène et de la résine époxy est représenté sur la Figure 114.

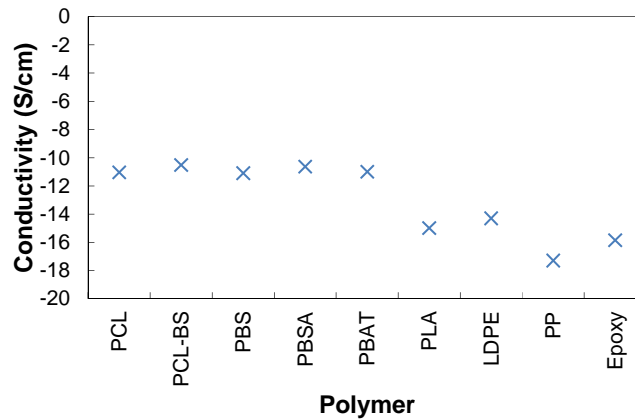


**Figure 114: Tracé du facteur de dissipation par type de polymère mesuré à température ambiante et pour une fréquence de 1 kHz**

Le graphique donne une idée sur les polymères présentant le moins de pertes diélectriques. La Figure 114 montre que PLA présente les plus faibles pertes parmi les polymères biodégradables. En comparaison avec des polymères classiques, elle donne cependant des pertes de niveau plus élevé que le polypropylène et le polyéthylène.

#### xii. Conductivité apparente: $\sigma'$

Sur la Figure 115, la conductivité apparente du polymère biodégradable et de quelques polymères classiques est reportée.

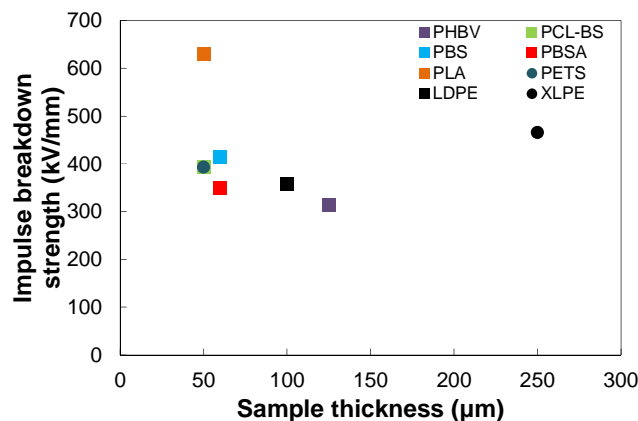


**Figure 115: Tracé de la conductivité par type de polymère mesurée à température ambiante. Les valeurs rapportées sont prélevées 1000 s après le début de l'application de la tension. Le champ électrique moyen est de 25 kV/mm**

Ce graphique montre l'ampleur et l'ordre de grandeur des conductivités. Les valeurs de conductivité des polymères PCL et PBAT se situent dans la même plage. Le PLA a la conductivité la plus faible parmi tous les polymères biodégradables en cohérence avec le fait que les pertes sont également plus faibles.

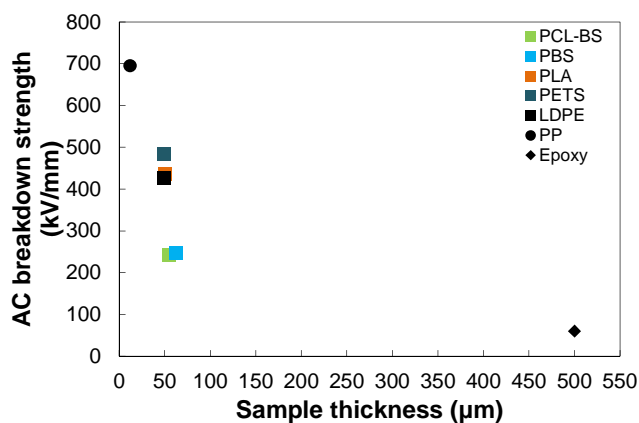
### xiii. Tenue diélectrique: Ebd

Sur la Figure 116, les différentes tenues au claquage en régime impulsionnel, sont reportées en fonction des épaisseurs. Dans la famille des polymères biodégradables, le PLA détient la plus haute tenue diélectrique aux impulsions. Les autres polymères biodégradables PETS, PCL-BS, et PBS présentent des tenues diélectriques homogènes. Le PHBV présente la rigidité diélectrique la plus faible. On notera par ailleurs que le PHBV a la conductivité diélectrique la plus élevée.



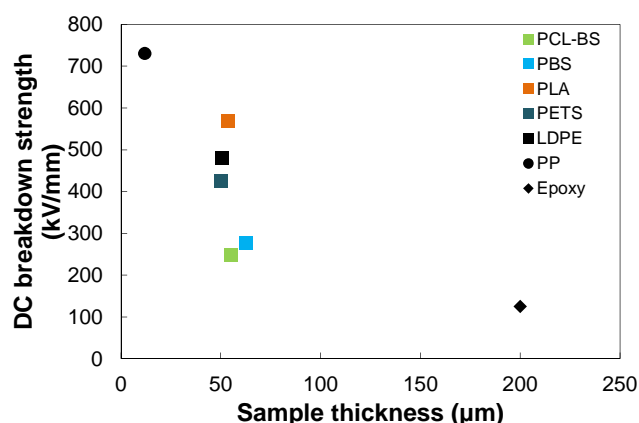
**Figure 116: Tracé de la tenue diélectrique sous tension impulsionnelle en fonction de l'épaisseur de l'échantillon de polymère. Notons que la tenue au claquage est rapportée pour les mesures à température ambiante sauf pour le XLPE (250 µm) et le PLA (250 µm) où les conditions de température ne sont "pas mentionnées"**

Sur la Figure 117, les différentes tenues au claquage sous contrainte AC sont reportées en fonction des épaisseurs. Pour des gammes d'épaisseur et de température équivalentes, le PETS semble être le mieux positionné. Le PLA et le LDPE ont des tenues similaires. Les PCL-BS et le PBS sont les moins bien placés. La tenue diélectrique de l'époxy semble moins bonne encore, mais cette comparaison n'est pas pertinente étant donné la grande différence d'épaisseur (rappelons la relation empirique  $E_{bd} = K/\sqrt{e}$ ).



**Figure 117:** Tracé de la tenue diélectrique en tension alternative en fonction de l'épaisseur de l'échantillon de polymère. Notons que la tenue en courant alternatif est rapportée pour les mesures à température ambiante. La tension alternative est augmentée de 1 kV/s pour le PCL-BS, PBS, PLA, PETS et le LDPE; 0,46 kV/s pour le PP et 0,5 kV/s pour l'époxy

Voici enfin (Figure 118), la tenue diélectrique DC en fonction de l'épaisseur. Une fois de plus, le PLA a la plus haute tenue diélectrique. Le LDPE se trouve entre le PLA et les autres. Les PCL-BS et PBS ont une tenue moins importante.



**Figure 118:** Tracé de la tenue diélectrique en tension continue en fonction de l'épaisseur de l'échantillon de polymère. La tension continue augmente à raison de 1 kV/s pour le PCL-BS, PBS, PLA, PETS et le LDPE; 0,5 kV/s pour l'époxy et le PP

## f. Conclusion

Nous avons basé cette revue sur les publications ayant trait aux propriétés diélectriques des polymères biodégradables. Nous avons souligné pourquoi il est important aujourd'hui d'améliorer nos connaissances sur les propriétés électriques des polymères biodégradables.

On observe que le poly (acide lactique) est le plus largement étudié. L'année 2007 a connu un pic de publication en la matière; le principal contributeur est le Japon et le principal éditeur IEEE. Environ 81% des publications proviennent d'initiatives académiques. Les propriétés diélectriques les plus étudiées sont la permittivité et la conductivité. La tenue diélectrique a été mesurée pour tous, sauf pour le PHBV et le CA. Le facteur de dissipation a été moins discuté.



Les propriétés thermiques des polymères biodégradables et des polymères classiques sont résumées dans la Table 22.

Les propriétés diélectriques du PLA et des polymères classiques sont présentés dans le Table 23.

En croisant les propriétés à la fois électriques et thermiques, il apparait que le PLA, CA, et la PCL ont des caractéristiques honorables.

Du reste, la compréhension des propriétés électriques de ces matériaux reste fondamentale et en particulier les relations entre structures et propriétés.

Il faudra enfin imaginer des architectures permettant de les intégrer aux matériels électriques tout en les mettant à l'abri des agents de bio-dégradation sur des cycles de vie compatibles au génie électrique (ie. 30 ans).

**Table 22: Température de fusion des polymères biodégradables et des polymères conventionnels**

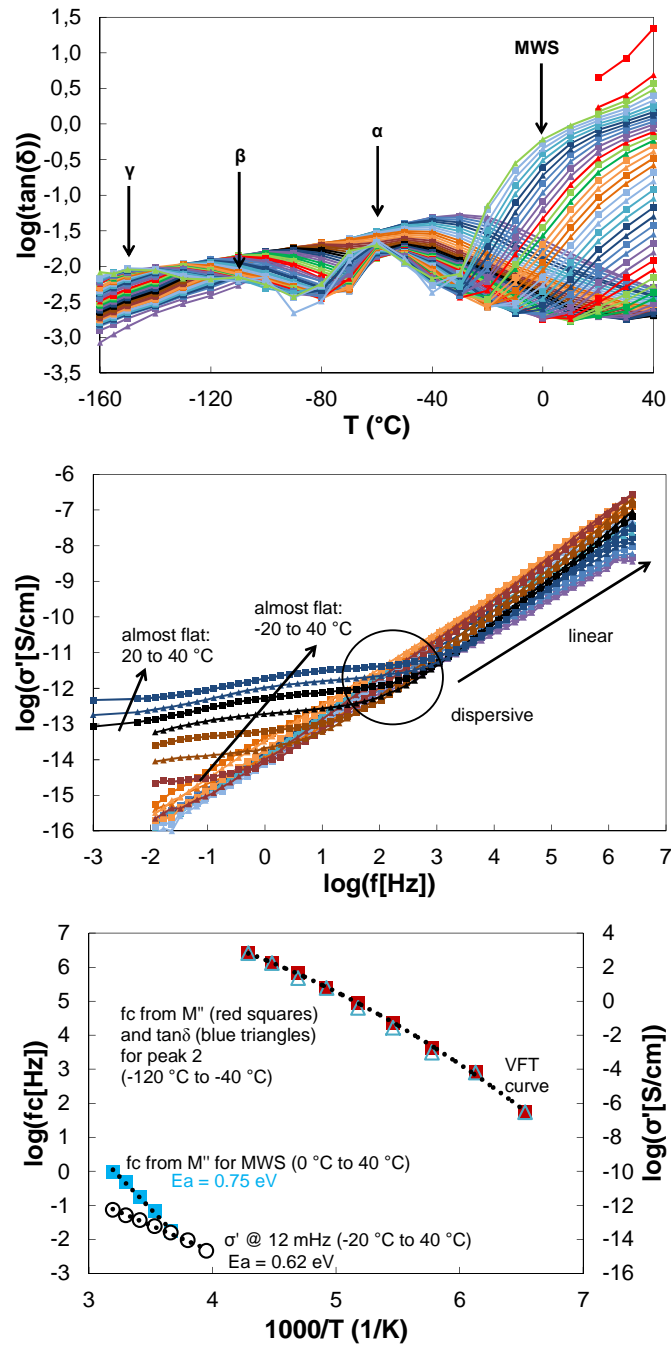
Polymer	PHBV	PLA	PETS	CA	LDPE	PP
$T_m$ (°K)	423	438.5	481.7	502	383	441

**Table 23: Propriétés électriques du PLA et des polymères conventionnels**

Property	PLA	LDPE	PP	Epoxy
$\epsilon_r$	2.61	2.25	2.2	4.45
$\sigma$ (S/m)	$10^{-15}$	$5*10^{-15}$	-	$1.4*10^{-16}$
$\tan \delta$	0.0056	0.002	0.0012	0.029
Ebd (AC) (kV/mm)	436	426	-	-
Ebd (DC) (kV/mm)	569	478	-	-

### II.7.2. Matériaux diélectriques bio-sourcés : étude diélectrique du poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalérate) et de la polycaprolactone (Résumé) [42], [44], [51]

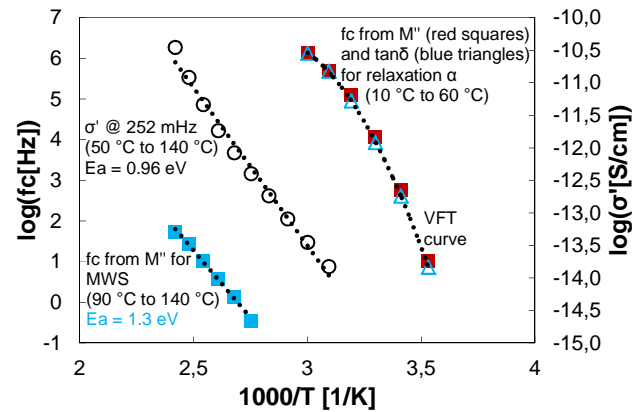
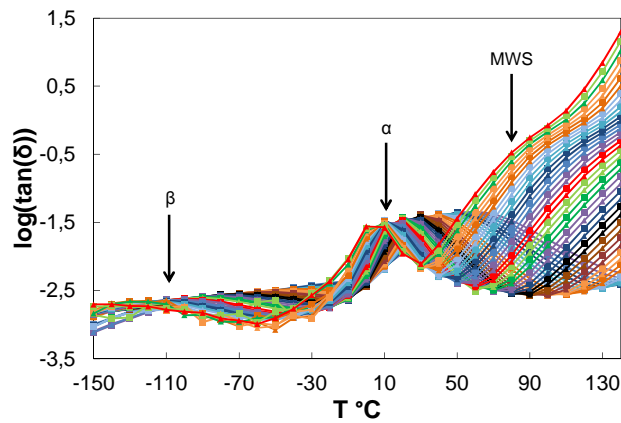
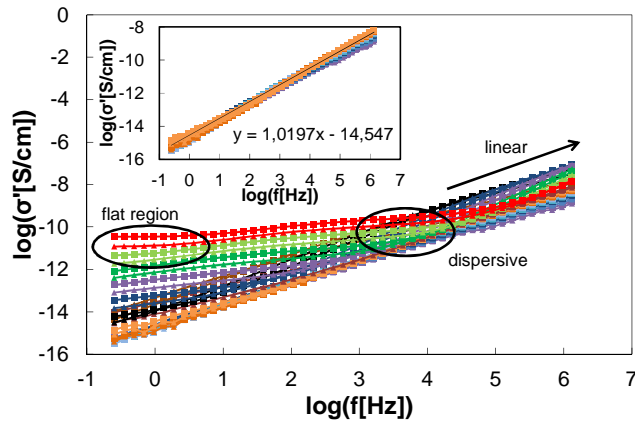
Des analyses de spectroscopie diélectrique ont été réalisées sur la polycaprolactone (PCL) (Figure 119); elles ont permis de mettre en évidence quatre modes de relaxation : les modes locaux ( $\gamma$  et  $\beta$ ), la relaxation micro-brownienne ( $\alpha$ ) et la polarisation de type Maxwell Wagner Sillars (MWS). L'énergie d'activation des porteurs de charges participant au phénomène de conduction est estimée à 0,62 eV (59,4 kJ/mol) et celle de phénomène MWS à 0,75 eV (72 kJ/mol). La température de transition vitreuse et de fusion sont respectivement de -49°C et 64°C.

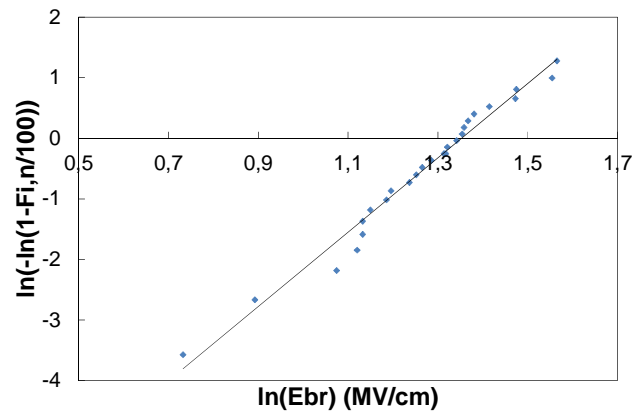


**Figure 119:** (haut) Tracé du  $\tan\delta$  et  $d'\epsilon$  en fonction de la température pour les fréquences de 1 mHz à 1 MHz. (milieu) Tracé de  $\sigma'$  en fonction de la fréquence pour des températures allant de  $-160^{\circ}\text{C}$  à  $40^{\circ}\text{C}$ . (bas) Tracé des fréquences caractéristiques ( $f_c$ ) du pic 1 (MWS) (à partir de  $M''$ ), du pic 2 (à partir de  $M''$  et  $\tan\delta$ ), et de la conductivité à 12 mHz en fonction de l'inverse de la température (PCL)

Une autre étude diélectrique a été réalisée sur le PHBV et a permis d'identifier trois mécanismes principaux de relaxation classés par ordre de températures croissantes ci-après: une relaxation liée à l'orientation des groupes carbonyles considérés comme polaires induisant un mouvement coopératif des groupes méthyle et ester dans les régions amorphes, à  $T < T_g$  (de type bêta); une relaxation due à la mobilité de chaînes entières et de segments associés liés au croisement de la  $T_g$  (de type alpha); une relaxation de charges d'espaces accumulées aux interfaces des régions amorphes et cristallines, à  $T_g < T < T_m$  (de type MWS). Par ailleurs, un mécanisme de conduction ionique semble dominer à partir de  $60^{\circ}\text{C}$  à 10 mHz. La tenue

diélectrique moyenne en courant continu de 25 films de PHBV (50  $\mu\text{m}$ ) a été estimée à 3,7 MV/cm. L'analyse statistique de type "distribution de Weibull", donne accès à un paramètre d'échelle de 3,86 MV/cm et un paramètre de forme de 6,3.





**Figure 120: (haut) Tracé de la conductivité apparente  $\sigma'$  en fonction de la fréquence pour des températures de  $-150^{\circ}\text{C}$  à  $140^{\circ}\text{C}$ . (milieu haut) Tracé du  $\tan\delta$  en fonction de la température pour les fréquences 252 mHz à 1 MHz. (milieu bas) Tracé de la fréquence caractéristique ( $f_c$ ) des relaxations  $\alpha$ , MWS (via  $M''$  et  $\tan\delta$ ) et  $\sigma'$  en fonction de l'inverse de la température. (bas) Diagramme bilogarithmique de la probabilité de rupture diélectrique DC pour un film de PHBV ( $50\mu\text{m}$  séché sous vide à  $60^{\circ}\text{C}$  durant 48h)**

### II.7.3. Contributions du doctorant

Ce travail a été initié avec mon collègue du CERMAV avec lequel nous avons publié. Cette étude préalable nous a permis d'identifier un certain nombre de recherches inédites. Par la suite j'ai obtenu une bourse de thèse fléchée à laquelle V. Hegde a candidaté. La thèse était dédiée d'une part à "l'étude diélectrique des matériaux biodégradables et/ou bio-sourcés" connus et d'autre part à l'élaboration et la caractérisation de matériaux structurés par des nanofibrilles de cellulose. Cette thèse a été co-encadrée à 45% par L. Heux et 10% par P. Rain. 80% des publications ayant traités à ce sujet ont impliqué V. Hegde.



## II.8. Matériaux diélectriques conventionnels : étude diélectrique et structurale de résines époxy [10], [16], [12], [15], [26] (Résumé)

Les polyépoxydes sont des polymères thermodurcissables, utilisés dans une large gamme d'installations et d'équipements électriques tels que les générateurs, les transformateurs, les systèmes électroniques. Les propriétés des polyépoxydes sont généralement influencées par la nature de l'agent de durcissement, parmi lesquels nous retrouvons le plus couramment les amines aromatiques et aliphatiques.

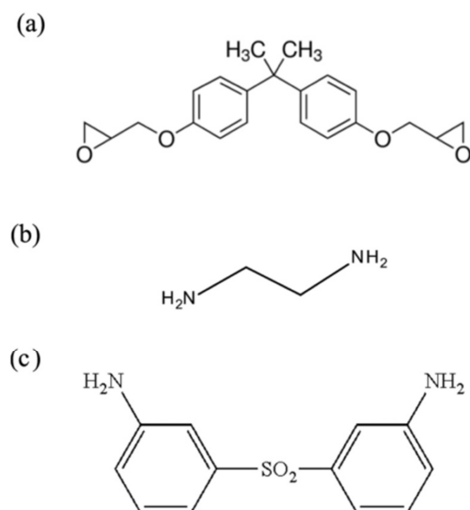
L'amine aromatique améliore les propriétés thermique, chimique et mécanique par rapport à l'aliphatique. Cependant, pour que la compatibilité soit bonne et que la vitesse de réticulation soit élevée il faut cuire le système à plus haute température. L'amine aliphatique peut quand à elle conduire au durcissement des résines époxy à des températures plus basses.

Nous nous sommes intéressés à la dépendance des propriétés structurales et diélectriques selon la nature de l'agent de durcissement.

Pour ce faire, deux polymères époxy ont été préparés en durcissant l'éther diglycidyle de résine époxy bisphénol A (DGEBA) avec deux durcisseurs: l'éthylènediamine (EDA) et la 3,3'-diaminodiphénylsulfone (33'DDS) qui sont respectivement aliphatique et aromatique (Figure 121).

Les propriétés structurales des polymères DGEBA / EDA et DGEBA / 33'DDS ont été étudiées au moyen de la réflectométrie des rayons X à incidence rasante. Leurs propriétés diélectriques ont été étudiées en utilisant d'une part: la spectroscopie de relaxation diélectrique (DRS) sur de larges plages de température (de  $-80$  à  $200^{\circ}\text{C}$ ) et de fréquence (de  $10^{-1}\text{Hz}$  à  $10^6\text{Hz}$ ), et d'autre part : les courants de dépolariation par thermo stimulus (TSDC).

Les données de rayons X ont révélé la présence de nanostructures localement périodiques avec le durcisseur aromatique (DGEBA / 33'DDS). Des relaxations dipolaires  $\gamma$  et  $\alpha$  ont été mises en évidence pour les deux polymères tandis que la relaxation Maxwell-Wagner-Sillars (MWS) apparaît uniquement dans le DGEBA / 33'DDS. Enfin, les données de conductivité AC ont révélé que la DGEBA / EDA est plus conductrice que la DGEBA / 33'DDS (Figure 122).



**Figure 121: Structure chimique : (a) du prépolymère époxy (DGEBA), (b) du durcisseur éthylènediamine (EDA) et (c) du durcisseur 3,3'-diaminodiphénylsulfone (33'DDS)**

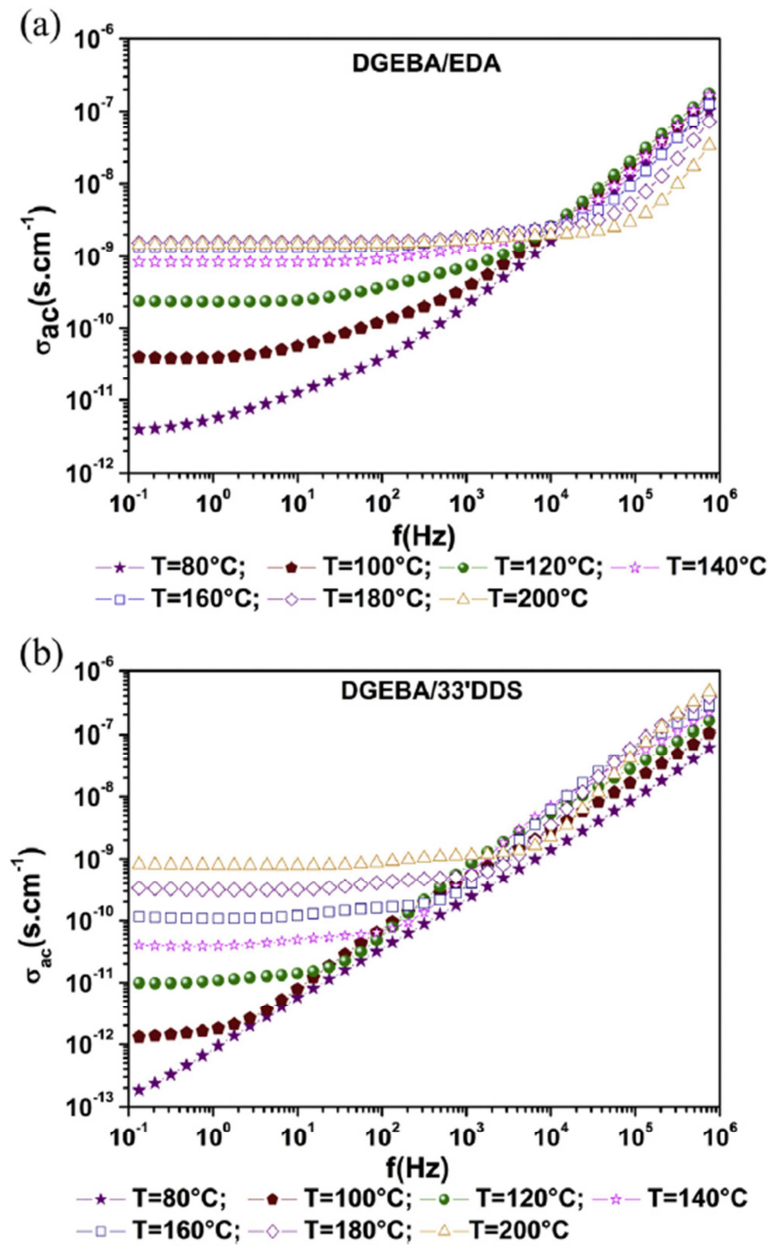
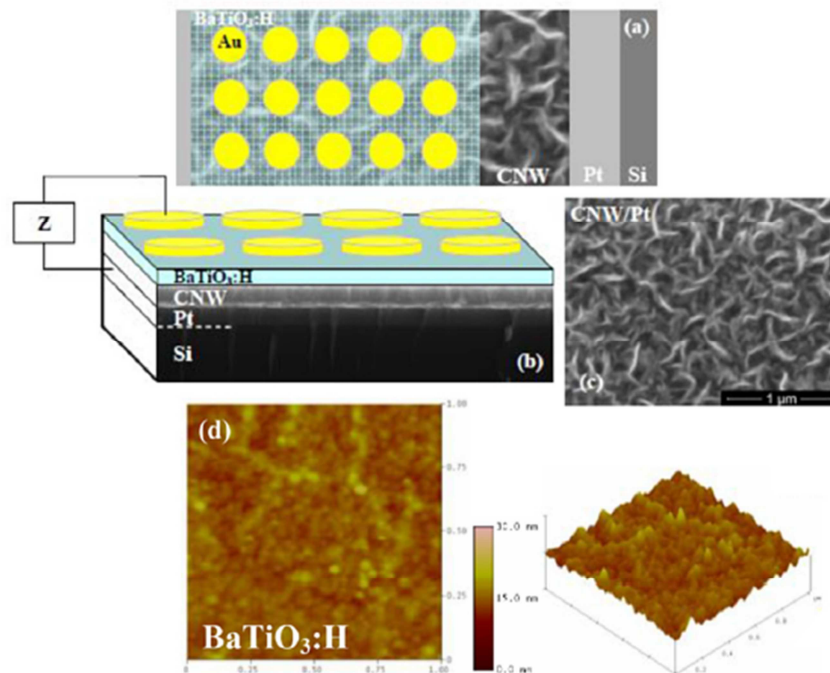


Figure 122: Conductivité en fonction de la fréquence à diverses températures pour (a) DGEBA / EDA (b) DGEBA / 33'DDS

## II.9. Super capacités : études diélectriques d'électrolytes solides à base de BaTiO<sub>3</sub> dopé à l'hydrogène (Résumé) [8]

Une part importante des systèmes de stockage d'énergie électrique sur puces, repose sur des technologies à électrolytes solides. Ces technologies permettent une incorporation directe du composant de micro-stockage avec une architecture de dispositif simple tout en fonctionnant à des températures plus élevées par rapport aux électrolytes liquides. Cependant, les électrolytes solides sont généralement déposés à des températures trop élevées. Nous avons donc tenté de synthétiser des films électrolytiques solides de BaTiO<sub>3</sub>: H dans lesquels nous avons incorporé des protons pendant un processus de pulvérisation RF à température ambiante (Figure 123). Des changements drastiques se produisent sur les propriétés chimiques, structurales et électriques des films lorsqu'ils contiennent des protons très mobiles et réactifs. Nos films de BaTiO<sub>3</sub>: H ont des phases cristallines bien définies et présentent une bande interdite optique qui diminue en augmentant le HMR dans le gaz de pulvérisation (Hydrogen Mixing Ratio : H<sub>2</sub>/[H<sub>2</sub>+Ar]). En outre, ces films présentent deux processus de relaxation. Le premier, activé thermiquement avec une énergie d'environ 0,5 eV, émerge à basse température en raison de la diffusion du proton dans le matériau d'oxyde. La diffusion de lacunes d'oxygène chargées positivement en surmontant une barrière énergétique d'environ 1,1 eV donne lieu à une seconde relaxation qui prend place à une température relativement élevée. Les densités de capacité obtenues vont de 2 à 10 μF/cm<sup>2</sup> (Figure 124). Enfin ces films de titanate de baryum hydrogénés présentent une grande fenêtre de potentiel (3,2 V) pour une large plage de température de fonctionnement (ΔT≈350 ° C) et un cycle de charge / décharge élevé (~ 3 s).



**Figure 123:** Vues schématiques (a) dans le plan et (b) en coupe du dispositif Au/BaTiO<sub>3</sub>: H / CNW / Pt / Si, (c) image SEM obtenue pour le substrat Pt / Si revêtu de CNW (ie. nano-parois de carbone) et (d) vue AFM image du film (échelle = 0 à 30nm)



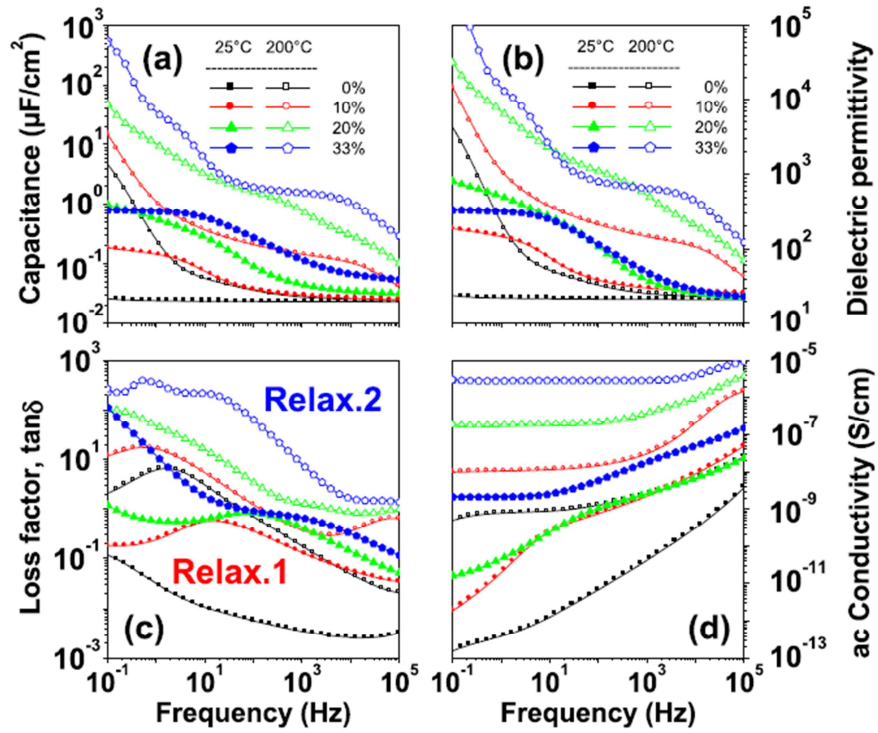


Figure 124: Vue d'ensemble sur (a)  $C(f)$ , (b)  $\epsilon_r(f)$ , (c)  $\tan\delta(f)$  et (d)  $\sigma(f)$  réalisés à température ambiante (symboles remplis) et 200°C (symboles ouverts) dans la configuration: Au / BaTiO<sub>3</sub>: H / Pt et suivant des HMR compris entre 0 et 33%

## II.10. Câbles haute tension continue : étude diélectrique d'un modèle réduit de câble à base de polyéthylène réticulé chimiquement et étude des effets conjugués du champ continu et du champ alternatif sur le développement des décharges partielles (Résumé) [39], [38]

Des câbles modèle réduits de XLPE ont été caractérisés par spectroscopie diélectriques ( $f=10^{-3}$  à  $10^6$  Hz) pour des températures allant de  $-35^{\circ}\text{C}$  à  $80^{\circ}\text{C}$  (Figure 125); voici les principaux résultats :

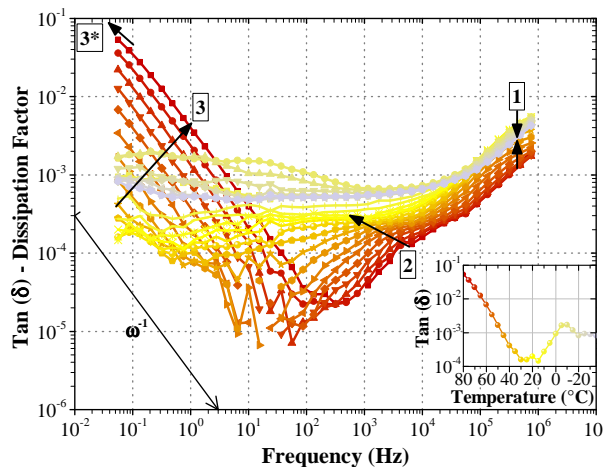
- ces câbles modèles de XLPE sont adaptés à la spectroscopie diélectrique, il a ainsi été possible d'obtenir des mesures de faible bruit, condition sine-qua-non à l'estimation de faibles pertes telles que celles du XLPE;

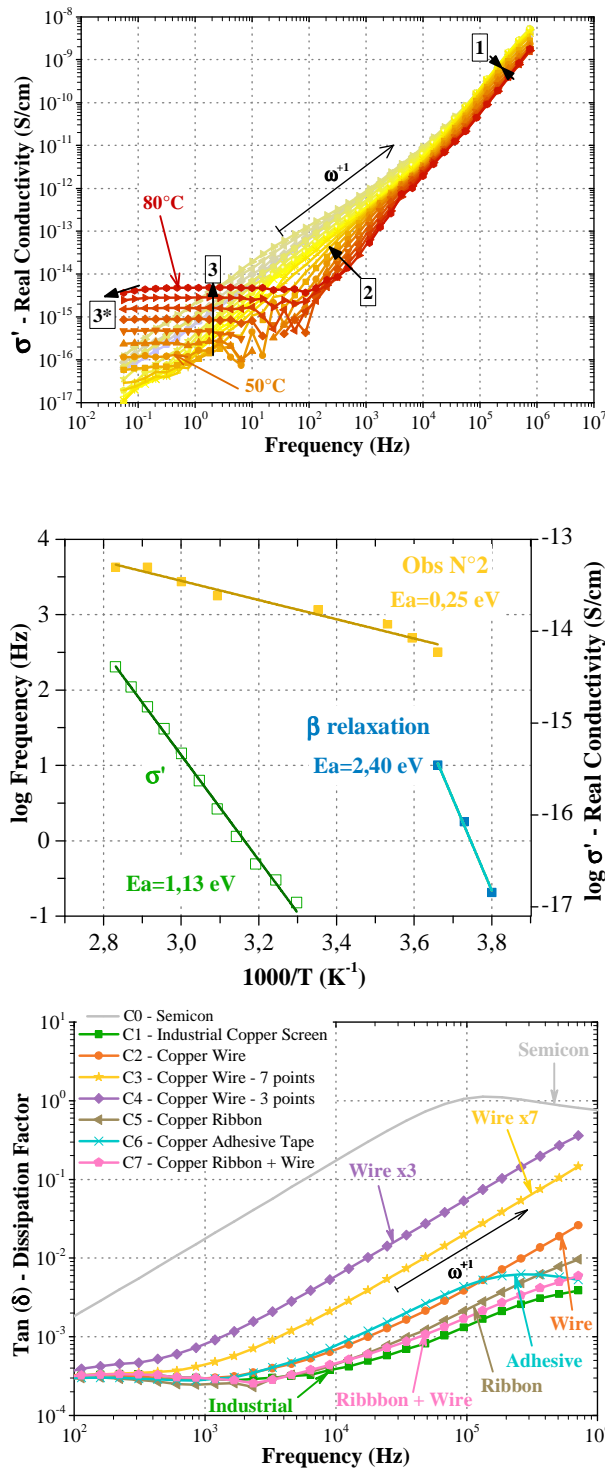
- la conduction domine aux basses fréquences (en dessous de 0.3 Hz). Un phénomène de dispersion basse fréquence (LFD) affecte le facteur de dissipation et la constante diélectrique;

- la relaxation  $\beta$  a été clairement observée dans la représentation  $\tan\delta=f(T)$  et est confirmée par le tracé d'Arrhenius avec une énergie d'activation de 230 kJ/mol. Une plus large gamme de température ( $-120$  à  $100^{\circ}\text{C}$ ) serait nécessaire pour étudier les processus  $\alpha$  et  $\gamma$ ;

- les réponses diélectriques aux fréquences  $>100$  Hz dépendent du type de contact avec l'électrode de mesure. Ce dernier peut apporter une résistance série élevée et est représenté par une pente +1. Cependant, il a été démontré que nous pouvons surmonter ce problème en augmentant la surface de contact.

Dès lors, la spectroscopie diélectrique peut être envisagée sur ces câbles modèles soumis au vieillissement électrique et thermique afin de suivre les propriétés diélectriques de cette isolation DC lors du vieillissement.





**Figure 125:** (haut) Facteur de dissipation du câble modèle pour  $T(^{\circ}C) = [80; -35]$ , avec en encart le facteur de dissipation en fonction de la température à 50 mHz. (milieu haut) Conductivité réelle pour  $T(^{\circ}C) = [80; -35]$ . (milieu bas) Tracé d'Arrhenius basé sur le pic du  $\tan(\delta)$  et sur la conductivité réelle  $\sigma'$  à 300 mHz. (bas) Facteur de dissipation ( $\tan(\delta)$ ) pour 7 types de contact différents entre le semi-conducteur externe et l'électrode externe

Par ailleurs, l'évolution des décharges partielles dans un câble moyenne tension de XLPE AC doté de cavités intrinsèques millimétriques a été étudiée (Figure 126). Ce câble a été vieilli par des contraintes thermiques (90 à 110 °C) et de tension (DC: 10 à 13 kV, AC:

6 kV RMS) dans le but de provoquer d'éventuels phénomènes de croissance de ces cavités intrinsèques. L'accent a été mis sur la tension d'apparition de décharge partielle (PDIV), la charge apparente maximale et le taux de PD. On peut retenir que:

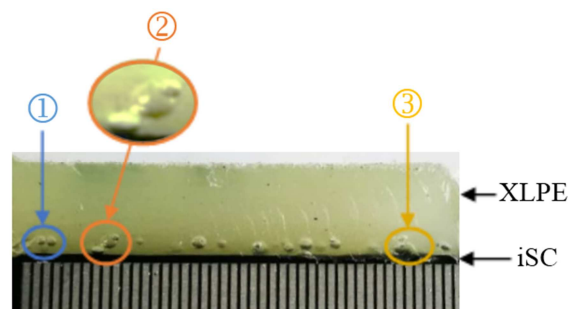
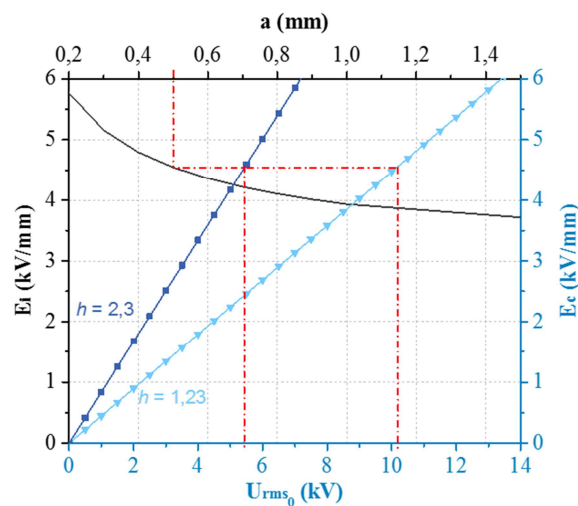
- la détection et la quantification du vieillissement électrique thermique et DC à court terme d'un câble avec des cavités submillimétriques ont été permises grâce aux mesures de PD;

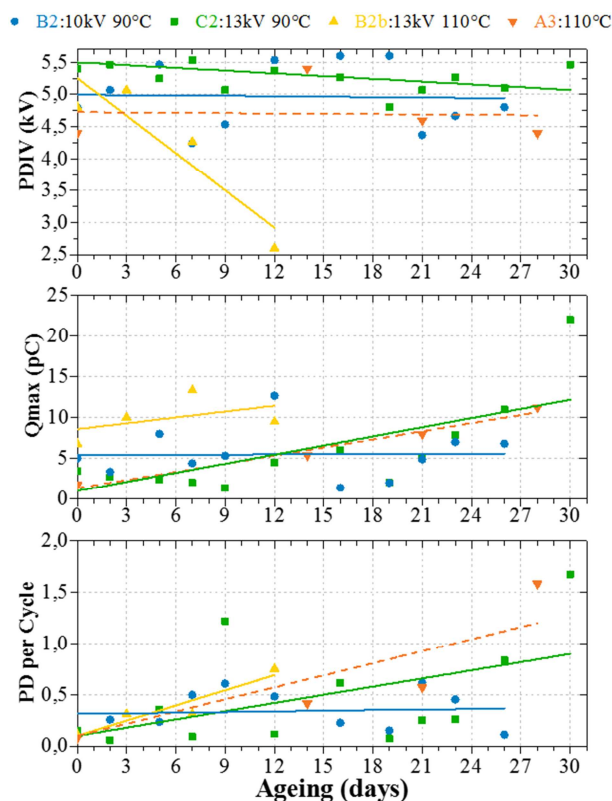
- l'approche théorique et expérimentale du champ d'apparition des décharges et la taille de la cavité étaient cohérentes;

- les profils de PD étaient cohérents avec le type de cavités présentes et leur évolution témoigne d'un effet de vieillissement;

- un seuil de vieillissement DC a été mis en évidence au travers de l'évolution des PD entre 10 kVDC et 13 kVDC à 90 ° C, ce qui pourrait être attribué à un phénomène d'injection de charges d'espaces;

- un vieillissement de 3 heures sous contrainte AC de 20% au-dessus du PDIV et à la température ambiante conduit à une augmentation de  $Q_{max}$ , alors que le PDIV reste constant. Ceci a été attribué non pas à la croissance d'une cavité mais à la croissance d'une arborescence.





**Figure 126:** (haut) Axes supérieur/gauche: Champ d'apparition de décharge  $E_i$  dans une cavité dont le rayon "a" est parallèle au champ moyen  $E_0$  et le rayon "b" est perpendiculaire (courbe noire) - Axes inférieur/droite: Champ dans une cavité  $E_c$  près du semi-conducteur interne en fonction de la tension  $U_{rms_0}$  pour  $h = 1,23$  (courbe bleu clair pour une cavité sphérique  $a=b$ ) et  $h = 2,3$  (courbe bleu profond pour une cavité ovoïde perpendiculaire au champ  $b \gg a$ ). (milieu) Image d'une coupe transversale de l'isolant avec différentes cavités (règle graduée à 0,5 mm). (bas) Moyenne des PDIV, charge apparente  $Q_{max}$  et nombre de décharges par cycle pendant le vieillissement

### II.10.1. Contributions et devenir de la doctorante

Ce travail a été conduit dans le cadre de la thèse de P. Daniel intitulée "Influence des surtensions sur la rigidité diélectrique et sur le développement des cavités gazeuses dans l'isolant XLPE de câbles HVDC" co-encadrée à 60% avec P. Rain. Ce travail a été mené en collaboration avec la SA "Supergrid Institut" (Lyon) sous l'égide de l'ANRT. P. Daniel a contribué à 100% de nos publications ayant traités à ce sujet: [39], [38], elle est actuellement en 3<sup>ème</sup> année de thèse.

### III. Synthèse de mes activités d'enseignement, de recherches et de mes responsabilités collectives

Docteur en 2004 avec une thèse sur le vieillissement d'une résine époxy en corrélation avec la luminescence et la charge d'espace (supervisée par Christian Laurent et Gilbert Teissedre de l'Université de Toulouse), j'ai notamment contribué au développement théorique et expérimental d'une méthode "Electro-Acoustique Pulsée" destinée à cartographier la charge d'espace dans un milieu élastique tel que la plupart des polymères diélectriques (aux côtés de Stephane Hollé de l'Université Pierre et Marie Curie - Paris); j'ai collaboré avec John Carlos Montanari de l'Université de Bologne, avec John Fotegrill et Len Dissado de l'Université de Leicester et avec Kaori Fukunaga et Takaschi Maeno de l'Université de Tokyo. J'ai rejoint en 2006 l'Université de Grenoble Alpes en tant que Maître de Conférences, rattaché pour mes enseignements au département de Mesures Physiques de l'IUT 1 et pour mes recherches au Laboratoire de Génie Electrique de Grenoble (le G2Elab);

Durant ces dix premières années au sein de l'équipe MDE, j'ai consacré mes efforts de recherches suivant les trois axes structurants de l'équipe :

- Caractérisation des matériaux diélectriques
- Etudes des phénomènes pré-disruptifs
- Et développement de procédés et de techniques spécifiques.

En filigrane de ces actions de recherches, j'ai pu valider mes 4 objectifs intermédiaires, consistant à:

- Maîtriser et développer les moyens techniques de l'équipe,
- Adapter et élargir mon champ de connaissance à celui de l'équipe en incluant les phénomènes aux interfaces solide-gaz-liquide et l'électrostatique,
- Etablir des liens de collaboration avec l'ensemble des forces de l'équipe tant dans la complémentarité que dans le renforcement,
- Et m'ouvrir à un plus large spectre d'application allant du transport au stockage de l'énergie en passant par l'avènement de matériaux éco-conçus.

Parallèlement, j'occupe différentes responsabilités administratives, scientifiques et pédagogiques telles que l'animation d'une équipe de recherche dotée de 9 chercheurs, 5 personnels techniques et d'une dizaine de doctorants. Je participe à différentes sociétés savantes sur l'électrostatique, les matériaux diélectriques et l'eco-conception pour le génie électrique en lien notamment avec l'organisation de conférences et séminaires. Je réfère à intervalles réguliers des publications scientifiques internationales. Je gère des modules de formations et des laboratoires d'expérimentations pédagogiques. J'assure également l'accompagnement de projets personnels et professionnels (PPP en IUT), le suivi de projets d'étude et de réalisation et le tutorat de stagiaires en formation initiale et en alternance, je participe aux divers jurys inhérents à mes fonctions, enfin je m'implique dans des événements de diffusions transverses de type Fête de la Science et dans un projet Arts et Sciences autour du "coup de foudre" en lien avec l'artiste Jeremy Demester et la galerie Max Hetzler.

Cette première décennie d'activité au sein du G2Elab, menée avec le concours de l'ensemble de mes collaborateurs permanents de l'équipe, à savoir: F. Aitken, N. Bonifaci, R. Hanna, O Lesaint, P Rain, J-L Reboud et A. Sylvestre, mais aussi de mes stagiaires, doctorants et post-doctorant à savoir: N. Ngouoto, R. Chassagnoux, P. Daniel, V. J. Hegde, L. Zavattoni, E. Obame, M. Lemonier, R. Steyaert, T. Le, T. Tran, A. Kahouli, S. Yao, et

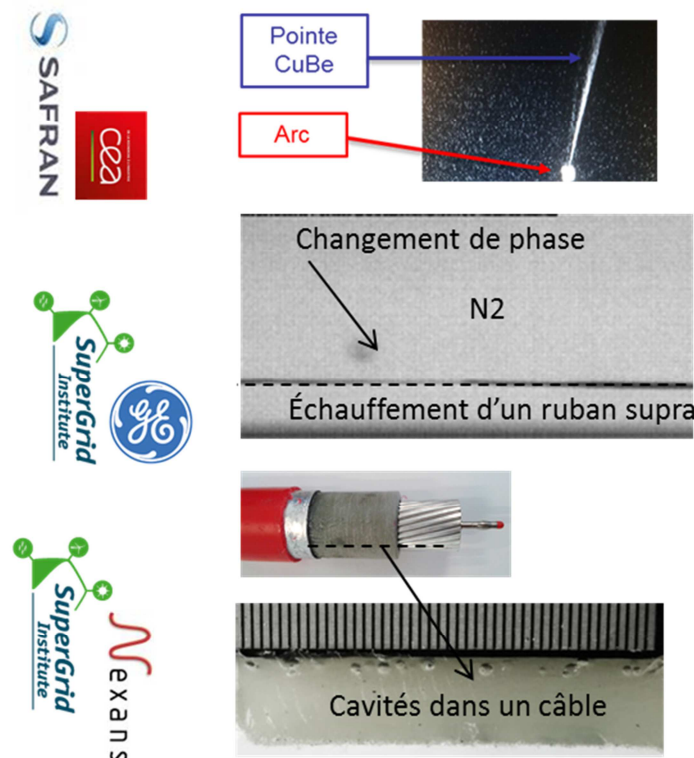
F. Elkamel, m'a permis de pratiquer la codirection de travaux de recherche au sujet des "phénomènes physiques induits par le champ électrique dans les diélectriques, ainsi qu'à leurs applications et procédés". A présent, le temps est venu de conduire plus en profondeur l'une des thématiques de recherche que j'ai fait naître au laboratoire peu de temps après mon arrivée, à savoir la "Caractérisation Électrique des BIO-polymères". Je propose au lecteur une déclinaison de ce projet §IV...

## IV. Mes projets de recherche

### IV.1. Projets structurants en cours: HVDC & Procédés

Je co-encadre actuellement 3 thèses qui s'inscrivent dans les trois axes structurants de l'équipe (Figure 127):

- La plus récente est conduite par N. Ngouoto en collaboration avec Safran et le CEA. Il s'agit ici d'étudier les phénomènes de décharge submicronique en référence à la déviation de la loi de Paschen et de développer un procédé de protection des cartes électronique (embarquées dans les avions) contre la foudre. Cette action de recherche s'inscrit dans la continuité de l'axe "d'étude des phénomènes pré-disruptifs" et de l'axe "développement de procédés".
- La thèse cadette est conduite par R. Chassagnoux en collaboration avec Supergrid Institut et en filigrane General-Electric. Il s'agit d'étudier les propriétés diélectriques (eg. tenue au choc de foudre et de manœuvre) de l'azote liquide sur-refroidi et diphasique en application à un limiteur supraconducteur HVDC. Cette action de recherche s'inscrit dans la continuité de l'axe "d'étude des phénomènes pré-disruptifs".
- Enfin, l'ainée des thèses est conduite par P. Daniel également en collaboration avec Supergrid Institut et avec Nexans en arrière-plan. Il s'agit là d'étudier l'influence des harmoniques (contenues dans le HVDC et inhérentes aux convertisseurs statiques) sur le développement de cavités gazeuses initialement présentes dans les câbles HVDC. Cette action de recherche s'inscrit dans la continuité de l'axe "d'étude des phénomènes pré-disruptifs" et "caractérisation des matériaux diélectriques".



**Figure 127: Représentation synoptique des 3 thèses (actuellement co-encadrées) s'inscrivant dans les trois axes structurants de l'équipe**



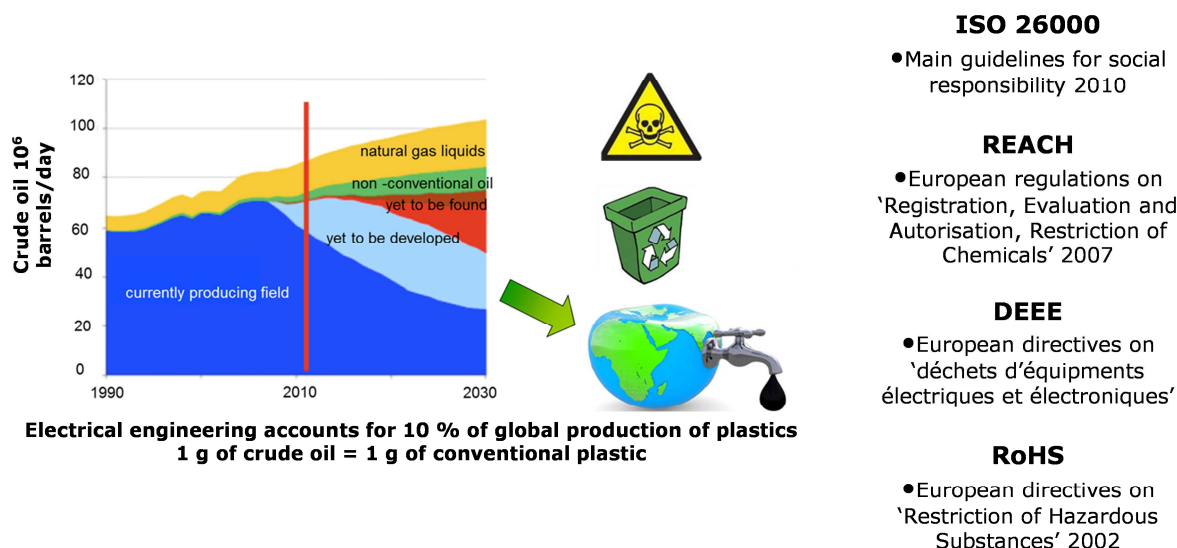
## IV.2. Projet à venir: Caractérisation Électrique des BIO-polymères (CÉBIO)

### IV.2.1. Enjeux sociétaux

L'industrie électrique utilise 10% de la production globale de matière plastique d'origine fossile pour des pièces techniques qui assurent simultanément les fonctions: diélectriques, mécaniques et thermiques (Figure 128).

Le développement de biomatériaux capables de satisfaire les mêmes cahiers des charges que les matériaux synthétiques permettra à la fois de :

- Concevoir des produits plus respectueux de l'environnement
- Accompagner la transition écologique et durable de notre industrie
- Améliorer la gestion des déchets de fabrication et en fin de vie
- Prévenir le risque de pénurie et d'augmentation du prix des hydrocarbures



**Figure 128: Synthèse des enjeux sociétaux: raréfactions des ressources non renouvelable, nocivité, dépendance énergétique, recyclabilité, et réglementations environnementales**

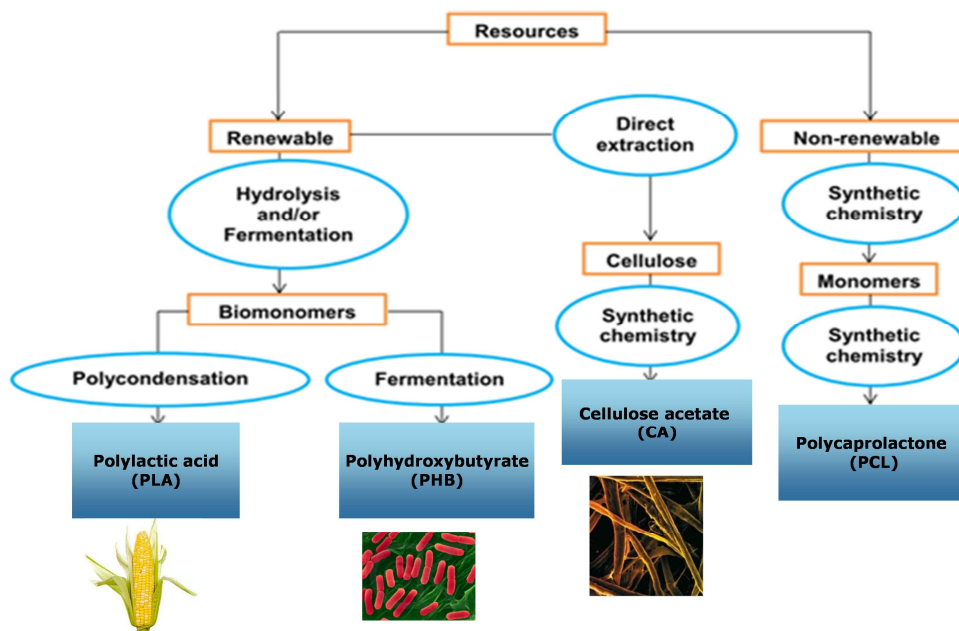
### IV.2.2. Démarche scientifique

Nos recherches seront axées sur la corrélation des propriétés diélectriques/physico chimiques, le suivi de l'évolution des matériaux et la transposition de ces biomatériaux aux applications du génie électriques:

- *Corrélation des propriétés diélectriques à la formulation et à la structuration.*

Un des axes de recherche de notre équipe concerne l'étude des relations structure/physico-chimie et propriétés diélectriques. Nous prévoyons naturellement de prolonger l'exercice au travers de ces matériaux émergents. Notre ambition est de travailler sur les bio-matériaux existants (Figure 129) mais aussi sur le développement et l'amélioration des bio-matériaux eu égard aux propriétés diélectriques recherchées. Il s'agira notamment de travailler sur les effets de structuration des bio-composites. Nous étudierons parallèlement le cas des polymères conventionnels que nous qualifierons de transition, dont

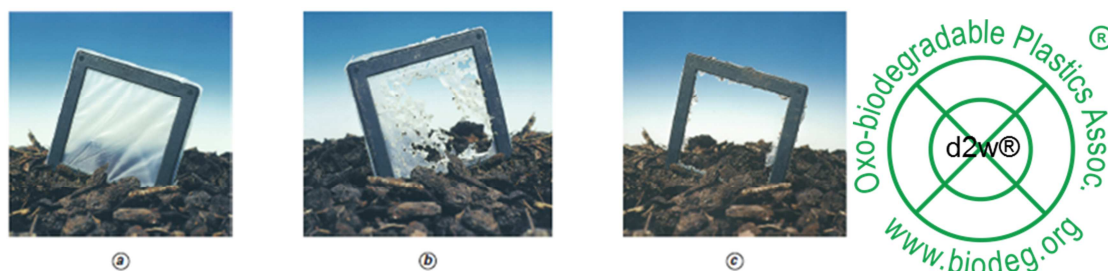
certaines fonctions chimiques (tels que le bisphénol A, ou les groupements époxydes) seraient substituées par des fonctions bio-sourcées et non toxique.



**Figure 129: Synthèse des différentes voies d'obtention des bio-polymères ou polymères biodégradables**

- *Evolution des matériaux sous différentes sollicitations (électriques, mécaniques, chimiques, hydriques, thermiques, oxydatives, électromagnétiques et enzymatiques).*

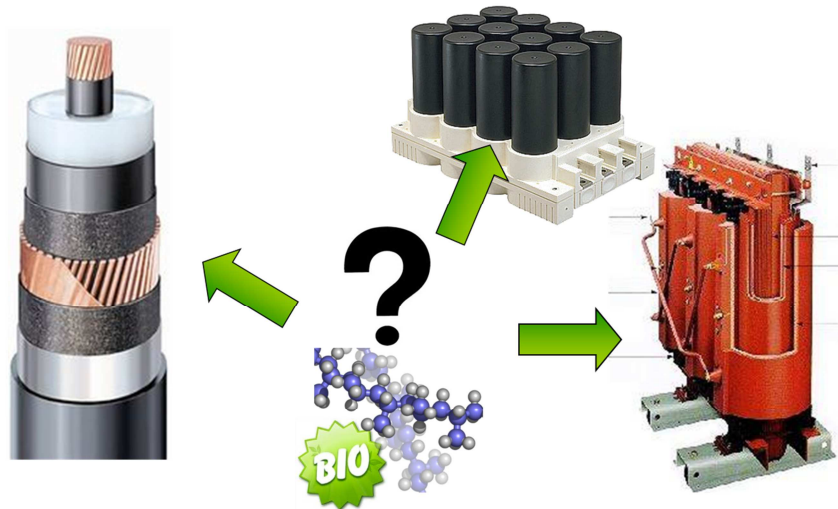
Un autre axe de recherche auquel l'équipe est identifiée concerne l'étude des phénomènes de vieillissement sous contraintes multi-physiques. Il s'agira là aussi d'appliquer cette démarche aux bio-matériaux, en tenant compte des spécificités de ces matériaux liés aux environnements propices aux phénomènes de biodégradation (Figure 130). De manière détournée il s'agira d'obtenir par ce biais des phénomènes de vieillissement accélérés afin de nourrir des modèles de vieillissement basés non exclusivement sur des températures et humidité paroxystiques.



**Figure 130: (g) La biofragmentation est la fragmentation d'un matériau engendrée par un processus biologique qui nécessite la présence de micro-organismes et d'humidité (ici test illustrant la dégradation en compost d'un film d'Ecoflex en 4 semaine à 55°C). (d) L'oxo-fragmentation est un processus de fragmentation engendré par une oxydation du matériau sous les effets de vieillissement mais sans la présence de micro-organismes ou d'humidité spécifique**

- *Transpositions des bio-matériaux aux matériels électriques existants (Figure 131).*

Ce projet de recherche revêt un caractère applicatif fort, il sera par conséquent nécessaire de le mener en partenariat avec le milieu industriel dans le but d'aboutir à des solutions alternatives durables aux matériels électrique actuellement en circulation. Il s'agira notamment de travailler sur des scénarii de remplacement à propriété diélectrique, mécanique et thermique équivalentes et/ou en travaillant sur des facteurs géométriques. Il s'agira aussi de prendre en compte la processabilité de ces matériaux. Cette démarche devra s'adjoindre d'analyses de cycles de vie pour éviter toutes fausses routes dans un domaine dont les enjeux financiers et stratégiques sont tels qu'il pourraient nous conduire à faire de mauvais choix...



**Figure 131: Illustration de l'enjeu technique : quel polymère naturel pour les applications du génie électrique (câbles, condensateurs de puissance, transformateurs)**

#### IV.2.3. Transdisciplinarité

La réussite de ce projet reposera enfin sur notre capacité à collaborer à la croisée des disciplines avec notamment (Figure 132): l'Institut Charles Gerhardt (ICGM - Montpellier), le Centre de Recherches sur les MACromolécules Végétales (CERMAV - Grenoble), le Laboratoire Ingénierie des Matériaux Polymères (IMP - Lyon), le laboratoire Polymères Biopolymères Surfaces (PBS - Rouen), le Laboratoire de chimie des Polymères Organiques (LCPO – Bordeaux) et l'Institut de Recherche Dupuy de Lôme (IRDL - Bretagne).



**Figure 132: La réussite de ce projet reposera sur notre capacité à collaborer à la croisée des disciplines**

#### IV.2.4. Positionnement national et international

Le G2Elab est le premier laboratoire français à s'être positionné (dès 2007) et à avoir conduit une thèse sur ce sujet (dès 2013). A l'échelle internationale on peut citer le professeur Y. Ohki de l'université Waseda de Tokyo qui a engagé des travaux conséquents sur ce sujet, et a notamment conclu sur les propriétés diélectriques intéressantes du PLA vis-à-vis des matériaux conventionnels (type PE) employés pour le transport d'énergie électrique. La Figure 104 montre le nombre de publications pour chaque nationalité. De toute évidence, les laboratoires Japonais ont apportés des contributions majeures dans ce domaine. Les autres pays ont produits de façon cumulée, un nombre presque similaire de publications...



## V. Bibliographie

### V.1. Ouvrages nationaux [1]–[3]

- [1] O. Gallot-Lavallée, *Matériaux diélectriques et électrostatique*. Lavoisier, 2013.
- [2] N. Felici and O. Gallot-Lavallée, *Physique de l'isolation électrique*. Lille: TheBookEditions, 2013.
- [3] O. Gallot-Lavallée, *Etude d'une résine époxy en application à l'isolation moyenne tension: analyse de la charge d'espace, de l'électroluminescence, du courant, et de la photoluminescence comme marqueurs du vieillissement électrique*, EUE. Toulouse, 2004.

### V.2. Ouvrages internationaux [4]

- [4] O. Gallot-Lavallée, *Dielectric Materials and Electrostatics*. Hoboken, NJ USA: Editions Wiley-ISTE, 2013.

### V.3. Brevets [5]

- [5] O. Gallot-Lavallée, F. Aitken, and E. Obame, "Système calorimétrique et procédé pour mesurer les pertes de puissance dans un composant électrique," Brevet FR N°1055474 2010-07-13, 2010.

### V.4. Revues nationales [6], [7]

- [6] O. Gallot-Lavallée and P. Gonon, "Caractérisation des polymères par spectroscopie diélectrique," *Tech. l'ingénieur Propriétés générales des Plast.*, vol. base docum, no. ref. article : am3141, Oct. 2016.
- [7] E. Obame, C. Rizet, S. Vighetti, O. Gallot-Lavallée, and F. Aitken, "Application de la calorimétrie IR à la mesure des pertes dans les systèmes et composants de puissance," *3EI*, no. 80, pp. 8–10, 2015.

### V.5. Revues internationales [8]–[23]

- [8] Z. Ben Cheikh, F. El Kamel, O. Gallot-Lavallée, M. A. Soussou, S. Vizireanu, A. Achour, and K. Khirouni, "Hydrogen doped BaTiO<sub>3</sub> films as solid-state electrolyte for micro-supercapacitor applications," *J. Alloys Compd.*, vol. 721, pp. 276–284, 2017.
- [9] E. Obame Ndong, O. Gallot-Lavallée, and F. F. Aitken, "Analytical heat transfer modeling of a new radiation calorimeter," *Thermochim. Acta*, vol. 633, pp. 56–68, Jun. 2016.
- [10] W. Jilani, N. Mzabi, N. Fourati, C. Zerrouki, O. Gallot-Lavallée, R. Zerrouki, and H. Guermazi, "A comparative study of structural and dielectric properties of diglycidyl ether of bisphenol A (DGEBA) cured with aromatic or aliphatic hardeners," *J. Mater. Sci.*, vol. 51, no. 17, pp. 7874–7886, Sep. 2016.
- [11] A. Kahouli, O. Gallot-Lavallée, P. Rain, O. Lesaint, L. Heux, C. Guillermin, and J.-M. Lupin, "Structure effect of thin film polypropylene view by dielectric spectroscopy and X-ray diffraction: Application to dry type power capacitors," *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 42602, p. 42602, 2015.
- [12] W. Jilani, N. Mzabi, N. Fourati, C. Zerrouki, O. Gallot-Lavallée, R. Zerrouki, and H. Guermazi, "Effects of curing agent on conductivity, structural and dielectric properties of an epoxy polymer," *Polym. (United Kingdom)*, vol. 79, pp. 73–81, 2015.

- [13] A. Kahouli, O. Gallot-Lavallée, P. Rain, O. Lesaint, C. Guillermin, and J. M. Lupin, "Dielectric features of two grades of bi-oriented isotactic polypropylene," *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 132, no. 28, pp. 1–5, 2015.
- [14] L. Zavattoni, R. Hanna, O. Lesaint, and O. Gallot-Lavallée, "Dark current measurements in humid SF 6 : influence of electrode roughness, relative humidity and pressure," *J. Phys. D. Appl. Phys.*, vol. 48, no. 37, p. 375501, Sep. 2015.
- [15] W. Jilani, N. Mzabi, O. Gallot-Lavallée, N. Fourati, C. Zerrouki, R. Zerrouki, and H. Guermazi, "Study of AC electrical conduction mechanisms in an epoxy polymer," *Eur. Phys. J. Plus*, vol. 130, no. 11, p. 235, 2015.
- [16] W. Jilani, N. Mzabi, O. Gallot-Lavallée, N. Fourati, C. Zerrouki, R. Zerrouki, and H. Guermazi, "Dielectric relaxations investigation of a synthesized epoxy resin polymer," *Eur. Phys. J. Plus*, vol. 130, no. 4, pp. 1–10, Apr. 2015.
- [17] T. Tran, O. Gallot-Lavallée, P. Rain, and G. Tripot, "The use of dielectric spectroscopy for detection of insulation defects in end turns of medium voltage motors," *IEEE Trans. Energy Convers.*, vol. 27, no. 4, pp. 905–911, 2012.
- [18] E. Obame, P. Rain, O. Gallot-Lavallée, and G. Tripot, "Detection of artificial insulation defects in a medium-voltage motor by dielectric spectroscopy analysis," *IEEE Trans. Energy Convers.*, vol. 27, no. 2, pp. 270–276, 2012.
- [19] S. Holé, A. Sylvestre, O. Gallot-Lavallée, C. Guillermin, P. Rain, and S. Rowe, "Space charge distribution measurement methods and particle loaded insulating materials," *J. physics. D, Appl. Phys.*, vol. 39, no. 5, pp. 950–956, Jan. 2006.
- [20] O. Gallot-Lavallée, G. Teyssedre, C. Laurent, S. Robiani, and S. Rowe, "Curing and post-curing luminescence in an epoxy resin," *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 100, no. 3, pp. 1899–1904, 2006.
- [21] O. Gallot-lavallée, G. Teyssedre, C. Laurent, and S. Rowe, "Identification of photoluminescence features of an epoxy resin based on components features and curing effects," *Polymer (Guildf)*, vol. 46, no. 8, pp. 2722–2731, 2005.
- [22] O. Gallot-Lavallée, V. Griseri, G. Teyssedre, and C. Laurent, "The pulsed electro-acoustic technique in research on dielectrics for electrical engineering. Today's achievements and perspectives for the future," *Rev. Int. génie électrique*, vol. 8, no. 5–6, pp. 749–772, 2005.
- [23] O. Gallot-Lavallée, G. Teyssède, C. Laurent, and S. Rowe, "Space charge behaviour in an epoxy resin: the influence of fillers, temperature and electrode material," *J. Phys. D. Appl. Phys.*, vol. 38, no. 12, pp. 2017–2025, Jun. 2005.

#### **V.6. Articles nationaux [24]–[37]**

- [24] V. J. Hegde, O. Gallot-Lavallée, and L. Heux, "Etat de l'art sur les propriétés diélectriques de polymères biodégradables," in *CONFREGE*, 2016.
- [25] H. Dhahbi, A. Kedous-Lebouc, O. Gallot-Lavallee, O. Geoffroy, P. Mas, and S. Buffat, "Mesures calorimétriques et modélisation des pertes fer dans un capteur de courant en Fe-Si," in *SGE*, 2016.
- [26] W. Jilani, N. Mzabi, O. Gallot-Lavallée, N. Fourati, R. Zerrouki, and H. Guermazi, "Dielectric characterization of epoxy resin based polymer," in *Troisième rencontre francophone sur les matériaux isolants*, 2014.

- [27] E. Obame, C. Rizet, S. Vighetti, O. Gallot-Lavallée, and F. Aitken, “Application de la calorimétrie I . R . à la mesure des pertes dans les systèmes et composants de puissance,” in *SGE*, 2014, no. 1, pp. 8–10.
- [28] S. Hammami, F. Jomni, A. Sylvestre, C. Jean-Mistral, O. Gallot-Lavallée, P. Rain, and B. Yangui, “Caractérisation électrique du polyacrylate VHB 4910 en vue de son intégration dans des générateurs électrostatiques souples,” in *Troisième rencontre francophone sur les matériaux isolants*, 2014.
- [29] L. Zavattoni, R. Hanna, O. Lesaint, and O. Gallot-Lavallée, “Dark current in pressurized Air and SF6 versus electric field, pressure, and temperature,” in *9ème Conférence de la Société Française d’Electrostatique (SFE)*, 2014.
- [30] L. Zavattoni, O. Gallot-Lavallée, and O. Lesaint, “Surface potential decay of an epoxy resin : influence of material ’ s water content , air ’ s relative humidity and temperature,” in *SFE 2012*, 2012, vol. 6300, pp. 3–5.
- [31] E. Obame, P. Rain, O. Gallot-Lavallée, and G. Tripot, “Détection de défauts d’isolation artificiels dans un moteur moyenne tension par spectroscopie diélectrique,” in *Electrotechnique du Futur (EF 2011)*, 2011, pp. 1–10.
- [32] T. Tran, O. Gallot-lavallee, P. Rain, and G. Tripot, “Détection de défauts d’isolation artificiels dans les développantes de moteurs de traction ferroviaire par spectroscopie diélectrique,” in *Electrotechnique du Futur (EF 2011)*, 2011, pp. pp.1–10.
- [33] O. Gallot-Lavallée, “Enquête sur l’enseignement de l’éco-conception dans les filières du génie électrique,” *Confrege (IEEE Canada, SEE)*, 2010.
- [34] O. Gallot-lavallee, J.-L. Reboud, and P. Rain, “Simulation de la propagation d’une onde de pression dans un polymère composite : étude de la réponse électrique,” in *SFE*, 2006, pp. 33–36.
- [35] J. L. Reboud and P. Rain, “Simulation de la propagation d’une onde de pression dans un polymère composite: étude de la réponse électrique,” *SFE*, 2006.
- [36] O. Gallot-Lavallée, G. Teyssedre, C. Laurent, and S. Rowe, “Polarisation et charge d’espace dans une résine époxy par mesure Electro Acoustique Pulsée,” in *Mge*, 2003, pp. 1–3.
- [37] O. Gallot-Lavallée, V. Griseri, G. Teyssedre, C. Laurent, O. Gallot-lavall, V. Griseri, G. Teyssedre, C. Laurent, V. Griseri, G. Teyssedre, and C. L. Mesure, “Mesure de la charge d’espace par la méthode électro-acoustique pulsée,” in *SFE*, 2002.

#### **V.7. Articles internationaux [38]–[62]**

- [38] P. L. Daniel, O. Gallot-Lavallee, P. Rain, W. Frelin, A. Tundo, and M. Darques, “Dielectric behaviour of cross-linked polyethylene for HVDC cables,” in *2017 INSUCON - 13th International Electrical Insulation Conference (INSUCON)*, 2017, pp. 1–5.
- [39] P. L. Daniel, P. Rain, O. Gallot-Lavallee, W. Frelin, A. Tundo, and M. Darques, “Dynamic of partial discharges in cables with inner cavities during thermal and DC stresses,” in *2017 INSUCON - 13th International Electrical Insulation Conference (INSUCON)*, 2017, pp. 1–6.
- [40] H. Dhahbi, O. Gallot-Lavallée, A. Kedous-Lebouc, and O. Geoffroy, “Calorimetric measurement and modeling of iron losses in a Silicon Iron current sensor,” in *ISEM*, 2017.



- 
- [41] R. Hanna, O. Lesaint, O. Gallot-Lavallee, and L. Zavattoni, "Study of Surface Resistivity of an Epoxy / Gas Interface versus Electric Field and Relative Humidity," in *2016 IEEE International Conference on Dielectrics (ICD)*, 2016, vol. 1, no. 3, pp. 380–383.
- [42] V. J. J. Hegde, O. Gallot-Lavallee, and L. Heux, "Dielectric study of Polycaprolactone: A biodegradable polymer," in *2016 IEEE International Conference on Dielectrics (ICD)*, 2016, vol. 1, pp. 293–296.
- [43] V. J. Hegde, O. Gallot-Lavallee, and L. Heux, "Overview on Thermal and Electrical Properties of biodegradable Polymers," in *2015 IEEE 11th International Conference on the Properties and Applications of Dielectric Materials (ICPADM)*, 2015, pp. 540–543.
- [44] V. J. Hegde, O. Gallot-Lavallée, and L. Heux, "Dielectric Spectroscopy and Breakdown Study of Poly(3-hydroxybutyrate-co-3-hydroxyvalerate)," in *3rd Biopolymers 2015 International Conference*, 2015.
- [45] V. J. Hegde, O. Gallot-Lavallee, and L. Heux, "Screening on research-activity on biodegradable polymers for dielectric properties," in *2015 IEEE 11th International Conference on the Properties and Applications of Dielectric Materials (ICPADM)*, 2015, pp. 144–147.
- [46] S. Hammami, C. Jean-Mistral, F. Jomni, O. Gallot-Lavallée, P. Rain, B. Yangui, A. Sylvestre, and S. A., "Leakage current and stability of acrylic elastomer subjected to high DC voltage," in *Proceedings of SPIE*, 2015, vol. 9430, pp. 943015–1 – 943015–8.
- [47] L. Zavattoni, R. Hanna, O. Lesaint, and O. Gallot-Lavallée, "Dark Current Measurements in Pressurized SF<sub>6</sub>: Influence of Relative Humidity and Temperature," in *2014 Annual Report Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena*, 2014, pp. 23–26.
- [48] A. Kahouli, O. Gallot-Lavallee, P. Rain, O. Lesaint, C. Guillermin, and J. M. Lupin, "A comparison of electric and dielectric properties of standard and high-crystallinity polypropylene films," *Proc. IEEE Int. Conf. Solid Dielectr. ICSD*, pp. 23–26, 2013.
- [49] L. Zavattoni, O. Lesaint, and O. Gallot-Lavallee, "Surface resistance measurements on epoxy composites: Influence of surrounding gas, pressure, temperature, and analysis of the origin of measured currents," in *Proceedings of IEEE International Conference on Solid Dielectrics, ICSD*, 2013, pp. 370–373.
- [50] A. Kahouli, O. Gallot-Lavallee, P. Rain, O. Lesaint, C. Guillermin, and J.-M. Lupin, "Relationship between structure and dielectric properties of Bi-oriented isotactic polypropylene films for capacitors," in *2013 IEEE International Conference on Solid Dielectrics (ICSD)*, 2013, pp. 1068–1071.
- [51] O. Gallot-Lavallée and L. Heux, "Dielectric spectroscopy on a PHBV bio-polymer," in *Annual Report - Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, CEIDP*, 2013, pp. 559–562.
- [52] L. Zavattoni, O. Lesaint, O. Gallot-Lavallee, and J. L. Reboud, "Influence of water content and temperature on conduction and field on an Alumina/epoxy insulator," in *Proceedings of IEEE International Conference on Solid Dielectrics, ICSD*, 2013, pp. 246–249.
- [53] L. Zavattoni, O. Lesaint, and O. Gallot-Lavallée, "Dark current measurements in pressurized air, N<sub>2</sub>, and SF<sub>6</sub>," in *Annual Report - Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, CEIDP*, 2013, vol. 3, no. 2, pp. 659–662.

- 
- [54] A. Kahouli, O. Lesaint, O. Gallot-Lavallee, P. Rain, and C. Guillermin, "A study of factors and mechanisms responsible for the de-metallization of polypropylene films used in dry capacitors," in *2012 Annual Report Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena*, 2012, pp. 688–691.
- [55] E. Obame, F. Aitken, and O. Gallot-Lavallée, "Review and improvement of a method for measuring losses in the dielectric materials by calorimetry," in *5th International Conference on Broadband Dielectric Spectroscopy and its Applications*, 2008.
- [56] O. Gallot-Lavallée and J. L. Reboud, "Space charge distribution synthesis by multiphysics simulation: Application to the PWP techniques," in *Annual Report - Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, CEIDP*, 2007, pp. 780–783.
- [57] L. Leger, G. Artana, O. Gallot-Lavallée, and E. Moreau, "Electrical properties of a sliding discharge in supersonic air flow," *2006 Int. Symp. Electrohydrodynamics*, no. December, p. 4, 2006.
- [58] O. Gallot-lavallée, J. L. Reboud, and P. Rain, "Multiphysics simulation to improve the understanding of Pressure Wave Propagation techniques applied to composite polymers," in *Annual Report - Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, CEIDP*, 2006, pp. 61–64.
- [59] O. Gallot-lavallée and G. Teyssedre, "Space charge measurement in solid dielectrics by the pulsed electro-acoustic technique," in *ICSD*, 2004, vol. 1, pp. 0–3.
- [60] O. Gallot-lavallee, G. Teyssedre, C. Laurent, and S. Rowe, "Electroluminescence and thermo-stimulated luminescence in an epoxy resin under uniform ac field," in *Proceedings of the 2004 IEEE International Conference on Solid Dielectrics, 2004. ICSD 2004.*, 2004, vol. 2.
- [61] O. Gallot-lavallée, G. Teyssedre, C. Laurent, and S. Rowe, "Current and Space Charge Behaviour in an Epoxy Resin under Thermo-Electric Stress Materials and characterization," in *CSC5*, 2004, no. 1, pp. 1–7.
- [62] O. Gallot-Lavallee, G. Teyssedre, C. Laurent, and S. Rowe, "Space charge and orientational polarization within epoxy as probed by the Pulsed Electro-Acoustic technique," in *2003 Annual Report Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena*, 2003.

#### **V.8. Article de vulgarisation [63]**

- [63] M. Fontez, O. Gallot-Lavallée, and O. Lesaint, "Coup de foudre," *Science et Vie Junior*, vol. 218, pp. 44–47, 2007.