

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 81 20294

(54) Procédé de fabrication d'un diélectrique en verre pour isolateur électrique et diélectrique en résultant.

(51) Classification internationale (Int. Cl. ³). C 03 C 27/06; H 01 B 3/08.

(22) Date de dépôt..... 29 octobre 1981.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 18 du 6-5-1983.

(71) Déposant : CERAVER, société anonyme. — FR.

(72) Invention de : Laurent Pargamin, Jean-Paul Parant, Michel Cornebois et Jean Thoris.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Danièle Laroche, SOSPI,
14-16, rue de la Baume, 75008 Paris.

Procédé de fabrication d'un diélectrique en verre pour isolateur électrique et diélectrique en résultant

La présente invention concerne un procédé de fabrication d'un diélectrique en verre pour isolateur électrique et un diélectrique obtenu par ce procédé. Les diélectriques en verre classiques subissent un traitement de trempe thermique tel qu'ils présentent en surface d'importantes contraintes de compression et intérieurement d'importantes contraintes d'extension. Il en résulte pour le diélectrique une résistance mécanique très améliorée par rapport à celle du verre recuit. Toutefois, on constate que dans certaines circonstances, par exemple en cas de choc, l'existence des contraintes internes permet une fragmentation quasiment totale du diélectrique, ce qui n'affecte pas notablement ni dangereusement la résistance mécanique résiduelle de l'isolateur, mais réduit sa ligne de fuite à la distance dans l'air entre les électrodes.

La présente invention a pour but d'éviter cet inconvénient et de réaliser un diélectrique d'isolateur susceptible de mieux résister aux chocs.

La présente invention a pour objet un procédé de fabrication d'un diélectrique en verre pour isolateur électrique, caractérisé par le fait que l'on part d'un diélectrique en verre recuit et qu'on lui fait subir au moins partiellement une trempe chimique, jusqu'à ce que les zones trempées présentent des contraintes externes de compression dont les valeurs maximales soient supérieures à 200 Mega Pascal et des contraintes internes d'extension dont les valeurs maximales restent inférieures à 10 Mega Pascal. Ces valeurs doivent être obtenues notamment aux endroits critiques de l'isolateur susceptibles de travailler mécaniquement.

Selon un mode de réalisation particulièrement avantageux, on applique sur lesdites zones, ou sur le diélectrique complet, une solution à base de sels alcalins, à température ambiante, on sèche, puis on chauffe pendant quelques heures à une température comprise entre 300°C et 500°C.

Ladite solution à base de sels alcalins a une composition pouvant être de type suivant (pourcentages en poids) :

- 2 -

H_2O : 70 % à 90 %
 Amidon : 2 % à 10 %
 KNO_3 : 4 % à 12 %
 $K_2HPO_4 + KCl + K_2SO_4$: 4 % à 20 %.

5

De préférence, ladite solution répond à la composition suivante (pourcentages en poids):

K_2O : 77 %
 Amidon : 3 %
 10 KNO_3 : 8 %
 K_2HPO_4 : 12 %

15 Des variantes de réalisation peuvent être envisagées. Ainsi, une phase de traitement préalable du verre recuit peut être prévue pour modifier la composition superficielle du verre de façon à accélérer les échanges ioniques pendant la trempe chimique.

On peut également mettre en oeuvre pendant la phase de trempe chimique un champ électrique produisant un effet d'électromigration.

20 L'invention a également pour objet un diélectrique en verre pour isolateur électrique obtenu par le procédé précédent ; dans les zones traitées, les contraintes externes de compression apparaissent sur une épaisseur qui est de l'ordre de 50 μm à 300 μm . Les zones traitées sont les zones les plus sollicitées mécaniquement, par exemple au niveau de la tête de l'isolateur. Il peut être plus simple de traiter l'ensemble
 25 du diélectrique.

Lorsqu'un tel diélectrique subit un choc dans les zones traitées, on peut observer l'apparition de fissures qui se propagent dans l'épaisseur du diélectrique, mais pas de fragmentation complète de ce dernier ; il en résulte une tension de contournement plus élevée que celle d'un
 30 moignon.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront au cours de la description suivante de différents modes de mise en oeuvre du procédé appliqué à une lame de verre sodocalcique dont l'épaisseur est en moyenne de 10 mm.

35 Les figures 1 et 2 montrent la répartition des contraintes (en

Mega Pascal) respectivement dans deux échantillons A et B, l'échantillon A ayant subi une trempe thermique conformément à l'art antérieur, l'échantillon B ayant subi une trempe chimique selon l'invention.

On voit que l'échantillon A qui a subi une trempe thermique présente des contraintes de compression sur une épaisseur de l'ordre de 2 mm ; la valeur maximale de ces contraintes est de l'ordre de 200 MPa. Il présente en outre d'importantes contraintes internes d'extension, la valeur maximale de ces contraintes étant de l'ordre de 40 MPa.

L'échantillon B a subi une trempe chimique dans les conditions suivantes ; on a plongé l'échantillon recuit dans une solution à la température ambiante et présentant la composition suivante :

H₂O : 77 %
 Amidon : 3 %
 KNO₃ : 8 %
 K₂HPO₄ : 12 %

Cette solution mouille très bien le verre et le diélectrique est complètement recouvert d'un film liquide dont on peut contrôler la viscosité. On effectue une opération de séchage puis un traitement thermique pendant 8 heures à la température de 500°C.

On voit sur la courbe B la répartition des contraintes d'extension et de compression dans le diélectrique B.

La valeur maximale des contraintes de compression externes est de l'ordre de 200 MPa, tandis que la valeur maximale des contraintes de compression internes est très inférieure à 10 MPa. L'épaisseur de la zone en compression est de l'ordre de 100 μ m. Les contraintes internes d'extension sont suffisamment faibles pour éviter une fragmentation de l'échantillon en cas de choc violent.

On obtient des résultats aussi intéressants en modifiant comme indiqué ci-dessous les conditions opératoires de la trempe chimique. Ainsi la solution utilisée pour la trempe chimique peut être choisie parmi les compositions suivantes (pourcentages donnés en poids) :

H₂O : 70 % à 90 %
 Amidon : 2 % à 10 %
 KNO₃ : 4 % à 12 %
 K₂HPO₄ + KCl + K₂SO₄ : 4 % à 20 %

L'amidon peut être remplacé par un liant équivalent, par exemple de type colle émulsifiable.

Le chauffage peut durer quelques heures et la température peut être comprise entre 300° C et 500° C.

5 On obtient ainsi un diélectrique B' selon l'invention dont les caractéristiques mécaniques sont consignées dans le tableau I ci-dessous. Le diélectrique A' est un diélectrique de l'art antérieur trempé thermiquement dans différentes conditions de température ou d'hy-

10

TABEAU I

	Contraintes internes maximales d'extension (Mega Pascal)	Contraintes externes maximales de compression en (Mega Pascal)	Epaisseur de la zone en compression
15			
20	Diélectrique trempé thermiquement A'	30 à 40 MPa	200 à 400 MPa supérieure à 1 mm
25	Diélectrique trempé Chimiquement B'	inférieures à 10 MPa	50 μ m à 100 μ m

Le procédé de trempe chimique qui vient d'être décrit est extrêmement avantageux notamment pour les raisons suivantes :

- 30 - utilisation de faibles quantités de sels alcalins et de liant organique puisque le produit de départ est une solution,
- très bonne adhérence du film après séchage, ce qui permet une manipulation aisée des pièces traitées.

35 Les profondeurs de diffusion ionique et les répartitions de contraintes souhaitées pourraient être obtenues à l'aide d'autres procédés de trempe chimique connus en eux-mêmes tels que :

- pulvérisation d'un mélange de sels en poudre porté ensuite à une température suffisante pour faire fondre une partie de la poudre,
- pulvérisation d'une solution chaude et saturée en réactif sur le diélectrique froid.

5 On peut envisager d'améliorer encore le procédé selon l'invention et prévoyant une phase de traitement préalable à la trempe chimique précédente pour modifier la composition superficielle du verre du diélectrique et amplifier l'effet de la trempe chimique ultérieure.

10 Premier exemple : Le verre contient initialement des ions potassium : On trempe le diélectrique dans une solution à base de nitrate de sodium, on sèche et on chauffe vers 450°C. Pour relâcher les contraintes dues aux échanges ioniques qui sont intervenus, on chauffe ensuite la pièce à une température supérieure à la température de transformation du verre. On effectue ensuite la trempe chimique telle qu'elle a été définie
15 plus haut.

 Deuxième exemple : Le verre contient initialement des ions sodium : On plonge le diélectrique dans une solution à base de nitrate de lithium et de nitrate de sodium ; on sèche et on chauffe vers 350°C environ. Pour relâcher les contraintes dues aux échanges ioniques intervenus, on chauffe ensuite la pièce à une température supérieure à la
20 température de transformation du verre.

 La trempe chimique ultérieure se fait par trempage dans une solution d'un sel de sodium, qui permet un échange ionique entre le lithium et le sodium. Elle peut se faire également par trempage dans une solution
25 d'un sel de sodium et d'un sel de potassium qui permet des échanges ioniques entre le lithium et le sodium d'une part, et le sodium et le potassium d'autre part.

 Selon une autre variante de mise en oeuvre, on soumet les zones du diélectrique subissant la trempe chimique, pendant le traitement, à un
30 champ électrique pour réaliser une électromigration qui renforce efficacement les échanges ioniques.

 A titre d'exemple, on trempe une pièce de verre recuit dans un bain de nitrate de potassium pur vers 400°C environ. On soumet cette pièce pendant une heure à un champ électrique de l'ordre de 600V/cm. On obtient
35 des contraintes superficielles **extrêmement** importantes dont les

valeurs maximales peuvent atteindre 750 Mega Pascal, et des profondeurs de diffusion pouvant même dépasser 300 μ m

Bien entendu, l'invention n'est pas limitée aux exemples décrits.

5

10

15

20

25

30

35

REVENDECATIONS

1/ Procédé de fabrication d'un diélectrique en verre pour isolateur électrique, caractérisé par le fait que l'on part d'un diélectrique en verre recuit et qu'on lui fait subir au moins partiellement une trempe chimique, jusqu'à ce que les zones trempées présentent des contraintes externes de compression dont les valeurs maximales soient supérieures à 200 Mega Pascal et des contraintes internes d'extension dont les valeurs maximales restent inférieures à 10 Mega Pascal.

2/ Procédé de fabrication selon la revendication 1, caractérisé par le fait qu'on applique sur lesdites zones, ou sur le diélectrique complet, une solution à base de sels alcalins, à température ambiante, on sèche, puis on chauffe pendant quelques heures à une température comprise entre 300°C et 500°C.

3/ Procédé de fabrication selon la revendication 2, caractérisé par le fait que ladite solution à base de sels alcalins a une composition de type suivant (pourcentages en poids) :

H_2O : 70 % à 90 %

Amidon : 2 % à 10 %

KNO_3 : 4 % à 12 %

$K_2HPO_4 + KCl + K_2SO_4$: 4 % à 20 %.

4/ Procédé de fabrication selon la revendication 3, caractérisé par le fait que ladite solution répond à la composition suivante (pourcentages en poids) :

K_2O : 77 %

Amidon : 3 %

KNO_3 : 8 %

K_2HPO_4 : 12 %

5/ Procédé de fabrication selon la revendication 1, caractérisé par le fait que préalablement au traitement de trempe chimique desdites zones, on modifie la composition superficielle du verre par une autre trempe chimique suivie d'un recuit.

6/ Procédé de fabrication selon l'une des revendications précédentes, caractérisé par le fait que, pendant la trempe chimique, on soumet lesdites zones à un champ électrique.

- 35 7/ Diélectrique en verre pour isolateur électrique obtenu par le procédé précédent, caractérisé par le fait que dans lesdites zones traitées les contraintes externes de compression apparaissent sur une épaisseur qui est de l'ordre de $50\ \mu\text{ m}$ à $300\ \mu\text{ m}$.

FIG. 1

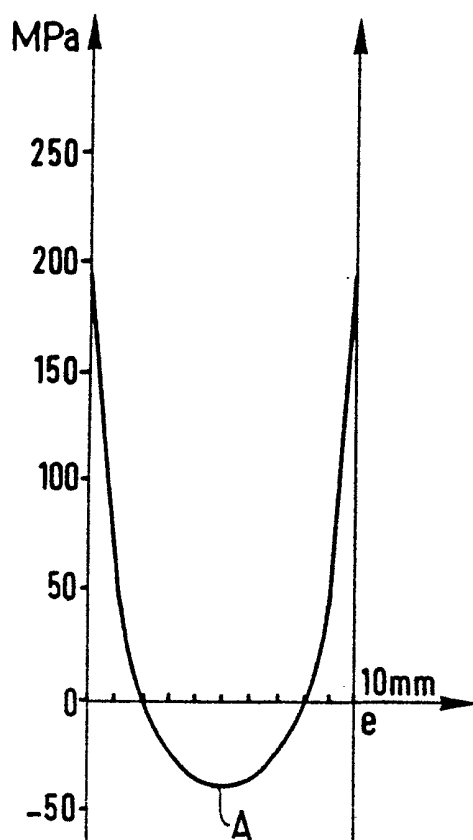


FIG. 2

