

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université de 08 Mai 1945 Guelma
Faculté des Sciences et de la Technologie
Département de Génie Electrotechnique et Automatique

THESE



En vue de l'obtention du Doctorat en Génie Electrique

Option : Electrotechnique

Titre de la thèse :

Caractérisation et contrôle de l'état de charge des matériaux polymères granulaires

Présenté par : **Miloud KACHI**

Sous la direction de : Pr. **Mohamed Nemamcha** et Pr. **Lucian Dascalescu**

Jury

M. Hicham Tebbikh	Professeur, Université de Guelma	Président
M. Mohamed Nemamcha	Professeur, Université de Guelma	Rapporteur
M. Lucian Dascalescu	Professeur, Université de Poitiers	Co-rapporteur
M. Youcef Zeboudj	Professeur, Université de Bejaia	Examineur
M.Lazhar Herous	Professeur, Université d'Annaba	Examineur
M. Ahcene Lemzadmi	Maître de conférence, Université de Guelma	Examineur

Remerciements

"من لم يشكر الناس لم يشكر الله .." حديث شريف

Ce travail est le fruit d'une collaboration dans le cadre d'un projet de coopération Tassili entre le laboratoire de Génie Electrique de Guelma – LGEG et l'institut PPRIME - IUT d'Angoulême. Je souligne la chance qui m'a été donnée de participer à ce projet.

Mes remerciements les plus sincères s'adressent à mon directeur de thèse *M. Nemamcha Mohamed* d'avoir accepté de diriger mes travaux malgré ses lourdes responsabilités et ses préoccupations.

Je ne serais jamais assez remercier le codirecteur de thèse *M. Lucian Dascalescu* de m'avoir accueilli au sein de son laboratoire et pour le suivi minutieux de mes travaux, pour ses remarques et conseils pertinents. Qu'il trouve ici le témoignage de ma gratitude.

Mes sincères remerciements s'adressent aussi à *M. Herous Lezhar* pour son aide et ses encouragements continus.

Je suis reconnaissant à *M. Marc Gautier* technicien à l'IUT d'Angoulême pour son aide précieuse à la réalisation des manips.

Je tiens aussi remercier les membres de LGEG et personnel du département de Génie Electrique je cite en particulier *M. A.Lemzadmi, M. A/K. Moussaoui, M. K. Bounaya* et *M. A. Boukrouch*.

Mes remerciements s'adressent aussi à mes collègues à LGEG et aux collègues que j'aie rencontré à l'IUT d'Angoulême : *Mohamed, Belkacem et Ciprian* avec qui j'ai passé de bons moments.

ملخص

مع تطور التطبيقات الالكتروستاتية تظهر الحاجة إلى فهم و التحكم في طرق شحن العوازل وكذا انتشار الشحنات على سطوحها. أيضا الشحنات المتركمة على سطح العازل تجب إزالتها عندما تكون مصدر مشاكل بالنسبة للأجهزة والأنظمة ككل. الهدف من هذه الرسالة هو تخصيص حالة المواد البوليميرية الحبيبية في مرحلة الشحن وكذا التحكم في الشحنات الغير مرغوبة بواسطة تفريغ الهالة في التيار المتناوب. على هذا الأساس نحن نقترح المقارنة بين طرق القياسات الالكتروستاتية لتعيين الجهاز المناسب لقياس تطور الشحنات على السطح. قمنا بقياس الكمون, الحقل و الشحنة على اربعة مواد باستعمال نوعين من المسابر: ذو شفرة مهتزة و السعوي. المسبار الاهتزازي تبين انه أكثر ملائمة لقياس هبوط الكمون غير انه يقيس الهبوط الناتج عن جميع الاتجاهات مما يصعب تفسير النتائج. المسبار السعوي ذو أبعاد كبيرة يمكنه قياس الشحنة العامة على السطح بدون أن يتأثر بابتعاد الشحنات عن وسط العازل. لكن يظهر أن استعمال المسبار السعوي يؤثر على الشحنات المقاسة بسبب الارتباط الالكتروستاتي

تفريغ الهالة في التيار المتناوب يمكن ان يكون وسيلة فعالة لإزالة الشحنات الغير مرغوبة من على سطوح العوازل. حذف الشحنات بواسطة تفريغ الهالة التناوب هي عملية معقدة بسبب تعدد العناصر المؤثرة فيها. التواتر يظهر على انه العنصر المهم حيث أن زيادته تؤدي إلى حذف متساوي للسطح مع نسبة حذف عالية. بالمقابل سعة التوتر تأثيرها يتعلق بالعناصر الأخرى كالتواتر و علو الاكترود. التنسيق بين كل هذه العناصر يمكنه أن يعطي نتائج أفضل

Résumé

Le développement des applications électrostatiques est souvent accompagné par le besoin de compréhension et la maîtrise des mécanismes de chargement et de l'évolution des charges surfaciques. De plus, la charge accumulée à la surface des isolants doit être éliminée lorsque sa présence peut être gênante au processus ou lorsqu'elle peut causer des problèmes touchant à l'installation. L'objectif de cette thèse est la caractérisation de l'état de charge des matériaux polymères en forme de granules et le contrôle des charges moyennant un ionisateur à décharge couronne alternative. On propose la comparaison entre les mesures électrostatiques pour la détermination de l'instrument approprié à la mesure de l'évolution des charges surfaciques. Le potentiel, le champ et la charge de surface ont été mesurés sur quatre types de matériaux granulaires en utilisant des sondes à lame vibrante et des sondes capacitives. La sonde à lame vibrante est la plus appropriée à la mesure du déclin du potentiel de surface. Dans ce cas, les mesures englobent tous les mécanismes responsables du déclin rendant difficile leur interprétation. Les sondes capacitives de larges dimensions peuvent écarter le déplacement latéral des charges ce qui simplifie l'interprétation des mesures. Cependant, à cause du couplage électrostatique, les sondes capacitives affectent l'évolution des charges en les ralentissant.

La décharge couronne alternative peut être un outil très efficace à l'élimination des charges indésirables accumulées à la surface des isolants. Le phénomène de neutralisation des charges moyennant une décharge couronne est très compliqué en raison de la multitude de facteurs qui peuvent l'influencer. La fréquence s'avère le facteur le plus important où son augmentation mène à une neutralisation régulière avec un taux élevé. Par contre, l'amplitude son effet est plutôt tributaire des autres facteurs : la fréquence et la hauteur de l'électrode. Cependant, la corrélation entre ces paramètres peut donner des résultats satisfaisants.

Abstract

The development of electrostatic applications is often accompanied by the need to understand several mechanisms of insulators charging and charge evolution on the surface of these insulators. Furthermore, the charge accumulated on the surface needs to be eliminated when it is undesirable or when it can be a source of troubles. The aim of this thesis is the characterization of charging state of polymer granular material and the control of residual charges by use of AC corona ionizer. We propose the comparison between electrostatic measurements in view to determine which instrument is more appropriate to the measurement of surface charge evolution. The surface potential, surface charge and surface field were measured on the surface of four polymer granular materials using vibrating and capacitive probes. The vibrating probe is more appropriate to measure surface potential decay but the measurement encloses all possible decay mechanisms which complicates the curves interpretation. Larger capacitive probe can discard lateral charge displacement from measurement and leads to easier interpretation of obtained results. However because of charge coupling, the charge evolution is affected by the presence of the capacitive probe.

The AC corona discharge can be an effective tool for elimination of undesirable accumulated charge on the surface of insulator material. However, charge neutralization using AC corona discharge is very complicated because several parameters are involved. The frequency seems to be the important factor. Obtained results show that increasing frequency leads to regular and important neutralization rate. The influence of voltage amplitude is complicated and depends on frequency and electrode height. Correlation between all these parameters may leads to excellent results.

Table des matières

CHAPITRE I Etat de charge des matériaux polymères isolants	12
1.1. Matériaux polymères	13
1.2. Propriétés diélectriques des polymères.....	14
1.2.1. Polarisation des diélectriques.....	14
1.2.2. Phénomène de conduction.....	19
1.3. Polymères granulaires	24
1.4. Propriétés effectives des couches de granules	25
1.5. Chargement des polymères par décharge couronne	26
1.5.1. Décharge couronne positive	28
1.5.2. Décharge couronne négative	29
1.5.3. Décharge couronne alternative	30
1.5.4. Systèmes d'électrodes.....	30
Conclusion	33
CHAPITRE II Techniques de mesures électrostatiques	34
2.1. Seau de Faraday	34
2.2. Sonde capacitive	36
2.3. Sonde capacitive vibrante	39
2.4. Sonde capacitive pour la mesure du potentiel	40
2.5. Moulin à champ	41
2.6. Voltmètre électrostatique.....	43
2.7. Technique de mesure du potentiel de surface.....	43
2.7.1. Mécanismes de déclin.....	45
2.7.2. Outils d'analyse des courbes de déclin	50

2.8. Modélisation du déclin dans l'hypothèse de la conduction volumique	52
2.8.3. Taux de déclin à mobilité constante	55
2.8.4. Taux de déclin à mobilité dépendante du champ	57
2.8.5. Détermination de la charge injectée	58
2.9. Déclin de potentiel à la surface des couches de granules	59
2.9.1. Influence de la nature du matériau	59
2.9.2. Influence de la polarité	61
2.9.3. Effet des nombres de couches.....	61
Conclusion	63
CHAPITRE III Caractérisation des matériaux granulaires chargés par mesures électrostatiques sans contact	64
3.1. Considérations théoriques.....	65
3.2. Matériaux et protocole expérimental.....	71
3.3. Comparaison des méthodes de mesure.....	73
3.4. Mécanismes de déclin des charges à la surface des granules	75
3.5. Influence de la taille du capteur sur le taux de déclin.....	76
3.6. Distribution du potentiel à la surface des couches de granules	77
3.7. Influence du capteur capacitif sur le taux de déclin.....	80
Conclusion	82
CHAPITRE IV Contrôle de l'état de charge des granules par décharge accélérée	83
4.1. Techniques de neutralisation des charges de surface.....	84
4.2. Neutralisation par décharge couronne – état de l'art	85
4.3. Matériaux étudiés et méthodes expérimentales	88
4.4. Résultats et discussion.....	91
Conclusion	109
<i>Annexe</i> Méthodologie des plans d'expériences	110
Bibliographie	115

Introduction

Les phénomènes électrostatiques ont été souvent perçus comme une source de nuisance aussi bien aux individus qu'aux équipements. D'autre part, ces phénomènes ont été avantageusement exploités pour le développement de beaucoup de processus.

Depuis l'apparition des technologies et applications, comme la xérographie et les électrets, impliquant le chargement et le stockage des charges à la surface des isolants, la caractérisation de leur état de charge est devenue primordiale. Dès lors, la mesure en circuit ouvert du déclin de potentiel de surface avait été l'objectif de beaucoup d'études visant la compréhension et la maîtrise de l'évolution de la charge surfacique. Les efforts des chercheurs dans ce domaine ont abouti au développement de plusieurs modèles théoriques reliant l'évolution des charges surfaciques aux propriétés diélectriques du matériau et au transport des charges dans son volume. Ces méthodes de mesure ont été utilisées pour l'étude des charges d'espace et du phénomène de vieillissement, appliquée principalement au polyéthylène pour isolation des câbles. Les études se faisaient alors sur des structures en films. Avec l'apparition des méthodes de mesure des charges d'espace, les mesures électrostatiques ont été quasiment écartées de la caractérisation des isolants.

Le besoin croissant à la récupération des matières premières, par recyclage, et le souci vis-à-vis de la préservation de la nature ont poussé les chercheurs, et les industriels, au développement des technologies de filtrage et de traitement des déchets. Parmi les techniques utilisées, les procédés électrostatiques offrent une solution avantageuse en raison de leur simplicité, faible coût et faible consommation d'énergie. Les mesures électrostatiques ont servi comme outils d'analyse et ont alors accompagné le développement de ces applications.

Les séparateurs électrostatiques sont capables de séparer les mélanges métaux – isolants ou isolants – isolants en profitant de la différence de leurs caractéristiques diélectriques. Les polymères isolants constituent une grande masse des déchets récupérés, puisqu'ils sont largement utilisés dans les différents secteurs industriels : électrique, électronique, électroménager, l'industrie automobile...etc.

Les polymères existent avant industrialisation en forme de granules. Inversement, ils sont broyés et réduits à une forme granulaire afin de faciliter leur transport et stockage mais aussi pour pouvoir appliquer ces procédés électrostatiques à leur séparation.

Ces applications électrostatiques exploitent les forces électriques provenant des charges accumulées à la surface des isolants. Les forces développées par ces charges sont souvent faibles ce qui rend le processus de chargement et la taille des grains traités deux facteurs importants pour l'efficacité du processus de séparation.

La charge électrique, initialement exploitée pour le développement d'une force, peut être à l'origine de nombreux problèmes en relation avec la sûreté et la performance des installations. En plus du collage des particules électrisées aux objets environnants, la charge qu'elles portent peut mener à des décharges électrostatiques lorsqu'elle est assez importante. Ces décharges nuisent aux équipements électroniques et encore plus gravement elles peuvent entraîner des incendies si le milieu et les objets environnants sont inflammables. De ce fait, le contrôle des charges portées par les particules isolantes est une opération qui s'impose pour assurer la performance et la sûreté des installations électrostatiques.

Cette thèse traite la caractérisation des polymères isolants granulaires par voie de mesures électrostatiques et le contrôle des charges surfaciques par neutralisation, moyennant une décharge couronne alternative. Très peu de travaux ont traité les phénomènes électrostatiques sur des couches de granules, ce qui donne un caractère original à nos travaux.

La thèse comporte quatre chapitres présentés comme suit :

Le premier chapitre donne les éléments théoriques de base en relation avec le chargement des isolants polymères et la neutralisation des charges surfaciques.

Le deuxième chapitre présente les méthodes de mesures électrostatiques utilisées tout au long de cette thèse. Le principe des différents instruments de mesure de la charge, du champ et du potentiel est présenté avec détails. L'accent est mis sur la méthode de mesure du déclin de potentiel de surface en tant que méthode largement utilisée en électrostatique appliquée.

Le troisième chapitre est consacré aux résultats de mesure de la caractérisation des couches de granules. Les résultats comportent une comparaison entre le déclin de la charge, du champ et du potentiel mesurés avec les instruments appropriés. Ces mesures sont complétées par le profil spatiotemporel du potentiel de surface.

Le quatrième chapitre traite le contrôle des charges de surface par neutralisation en utilisant une décharge couronne alternative. Ces mesures sont scindées en deux types: (i) des mesures d'optimisation en fonction de quatre principaux paramètres, (ii) des mesures du profile du potentiel avant et après neutralisation à plusieurs tensions et fréquences.

Etat de charge des matériaux polymères isolants

Les matériaux polymères sont largement employés de nos jours dans les différents secteurs industriels en raison de leurs excellentes caractéristiques thermiques, mécaniques et électriques. La plupart d'entre eux sont des isolants ce qui occasionne l'apparition et le stockage des charges électriques à leurs surfaces. La formation des charges à la surface des isolants est un phénomène commun puisqu'il s'agit avant tout d'un phénomène naturel. En effet, les isolants peuvent acquérir une charge électrique suite à un frottement (triboélectricité), à une force mécanique (piézoélectricité) ou par influence électrostatique. Pour une application industrielle, le chargement des isolants peut être effectué moyennant une source de charges électriques, généralement une décharge couronne, ou autre source telle que les matières radioactives ou des faisceaux d'électrons.

Durant les trois dernières décennies, les chercheurs se sont penchés sur la problématique du chargement des isolants, notamment les polymères, en essayant de comprendre la réaction du matériau aux charges surfaciques et les mécanismes de leur dissipation [1-8]. Par ailleurs, le transport de charges par les isolants et la formation des charges d'espace à l'intérieur du volume de l'isolant ont été intensivement étudiés afin de comprendre le phénomène de conduction dans les isolants et la liaison des charges d'espace au phénomène de vieillissement et de claquage [9-18]. Ainsi la dynamique des charges qu'elles soient de surface ou de

volume d'un isolant suscite toujours l'intérêt des industriels et les chercheurs afin de cerner les phénomènes mis en jeu.

Cependant, loin des phénomènes physiques mis en jeu, le chargement constitue une étape de départ de plusieurs applications électrostatiques, telles que le filtrage, la séparation, la précipitation électrostatique et les électrets [1, 19-23].

Ce chapitre expose les principaux éléments théoriques en relation avec le processus de chargement des matériaux polymères. Au début, les matériaux polymères sont présentés puis leurs caractéristiques diélectriques essentielles, la polarisation et la conduction, sont exposées. La dernière partie du chapitre est consacrée à la présentation du chargement des isolants par décharge couronne.

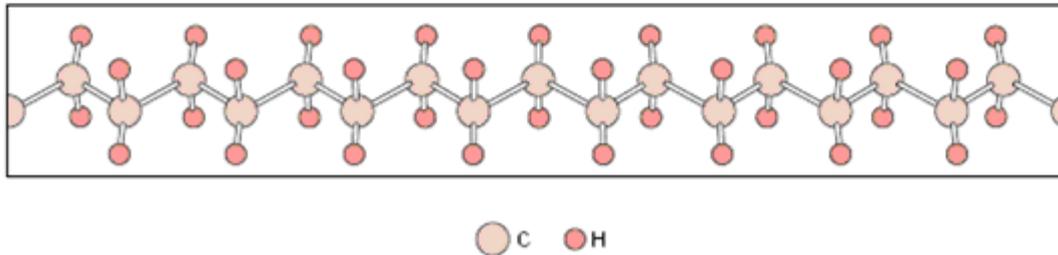
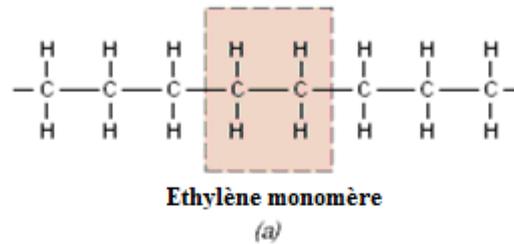
1.1. Matériaux polymères

Un polymère est un matériau composé de longues chaînes moléculaires appelées macromolécules. Chaque macromolécule est constituée de l'enchaînement covalent d'un grand nombre (jusqu'à 10^6 [24]) de motifs (ou unités) monomères. Les polymères sont généralement des matériaux organiques, c'est-à-dire à base des éléments de la chimie organique (C, H, O, N, Cl, F, S), avec des propriétés contrôlables et sont moins coûteux [24]. Actuellement ces matériaux trouvent des applications diverses en génie électrique. Selon leurs propriétés, d'isolant, de semi conducteur ou de conducteur, ils sont utilisés pour l'isolation des câbles électriques, et des cartes électroniques, pour la fabrication des cellules solaires, des diodes électroluminescentes, des écrans électromagnétiques et des fenêtres intelligentes (propriétés optiques) [25-26].

Typiquement les polymères possèdent une faible conductivité (10^{-16} à $10^{-9} \Omega^{-1} \cdot m^{-1}$) ce qui fait de ces matériaux de très bons isolants électrique. Cependant leur conductivité peut être contrôlée par dopage afin de les rendre semi-conducteurs ou conducteurs [25].

Les chaînes de polymère sont synthétisées à partir des monomères par procédé de polymérisation. La figure 1.1 montre la molécule du polyéthylène dont l'élément de base est le monomère d'éthylène C_2H_4 .

Les propriétés physiques du matériau résultant sont fonction de la structure des molécules et de leur arrangement.

Figure 1.1. *Molécule de polyéthylène*

1.2. Propriétés diélectriques des polymères

Un diélectrique est le siège de deux types de charges : les charges liées, qui font partie de la structure même du matériau, et les charges libres, qui peuvent être surfaciques ou injectées de la surface ou encore qui peuvent apparaître suite à la dissociation des chaînes moléculaires à cause du vieillissement. De ce fait, lorsqu'un diélectrique est soumis à un champ électrique extérieur, il y a apparition des phénomènes de conduction et de polarisation. Le premier est la résultante de l'action du champ sur les charges libres, tandis que le second résulte de l'action du champ sur les charges liées.

1.2.1. Polarisation des diélectriques

Toute matière est composée d'atomes qui contiennent à leur tour des charges positives et négatives d'égale quantité. Lorsqu'un matériau est soumis à un champ électrique, venant d'une distribution de charge surfacique ou provenant d'un champ extérieur, ses molécules internes, composées de charges liées, se trouvent sous l'action d'une force électrique qui tend à les orienter dans la direction du champ. Ainsi, les charges négatives sont poussées dans le sens inverse au champ et les charges positives dans le même sens du champ de sorte que le matériau devient chargé positivement sur une face et négativement sur l'autre (fig. 1.2).

Supposons que le diélectrique est mis entre deux armatures alimentées à partir d'une source de tension continue (fig.1.2.a), l'orientation des charges liées entraîne l'apparition d'une densité de charge de polarisation ρ_p à la surface du matériau qui annule une partie des charges portées par les armatures. Puisque la tension doit demeurer constante, la source compense la partie des charges neutralisées, ce qui se traduit par un courant dans le circuit extérieur [27]. D'autre part, si le diélectrique est chargé en surface (Figure 1.2.b) sa polarisation entraîne l'annulation progressive des charges surfaciques et donc leur déclin au cours du temps.

La polarisation P est proportionnelle au champ électrique appliqué $\vec{P} = \epsilon_0 \chi \vec{E}$, le vecteur déplacement électrique s'écrit alors : $\vec{D} = \epsilon_0 \vec{E} + \vec{P}$, d'où $\vec{D} = \epsilon_0 \epsilon_r \vec{E}$. Avec $\epsilon_r = 1 + \chi$ est la permittivité relative du diélectrique. La densité de courant dans le circuit extérieur J_{ext} due à la polarisation et à la conduction à travers le diélectrique est exprimé par :

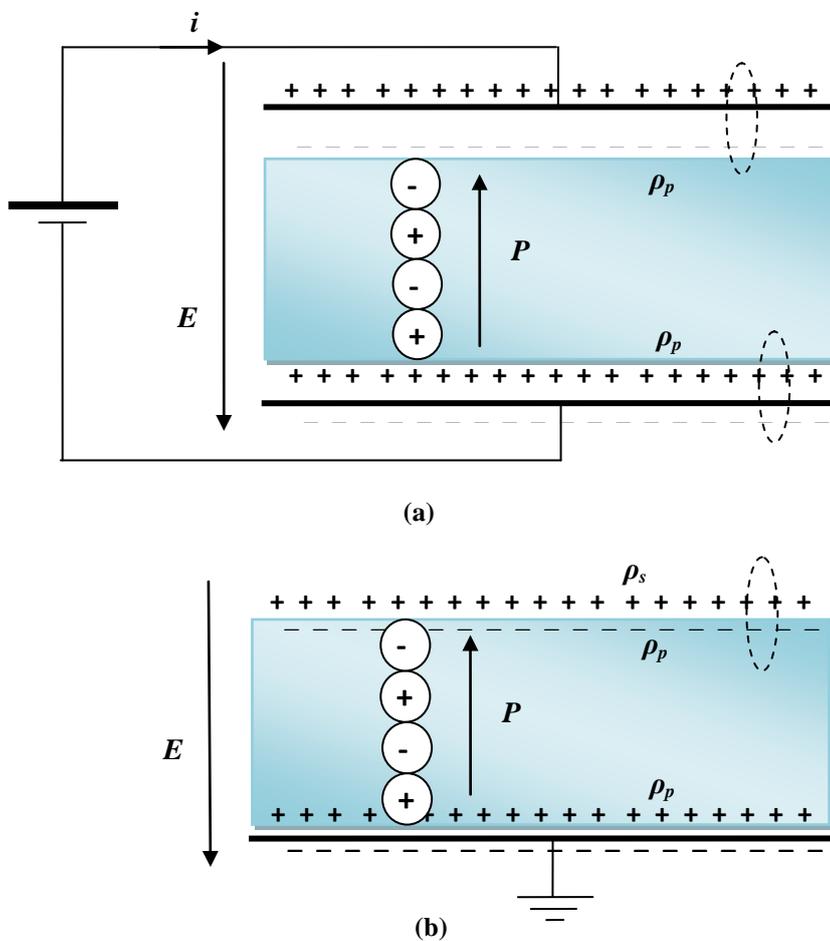


Figure 1.2. Phénomène de polarisation : (a) diélectrique sous tension, (b) diélectrique chargé en surface seulement

$$J_{ext} = \frac{\partial \bar{D}}{\partial t} + (\sigma + \sum_i \mu_i \rho_i) \bar{E} \quad (1.1)$$

Le premier terme $\partial \bar{D} / \partial t$ est appelé courant de déplacement et représente la variation de la polarisation en un point. Le second terme représente la densité de courant due à la conduction intrinsèque $\sigma \bar{E}$ et extrinsèque $\sum_i \mu_i \rho_i \bar{E}$, venant des charges de différentes espèces injectées dans le matériau. Supposant que seule la polarisation existe, la densité de courant devient :

$$J_{ext} = \varepsilon_0 \frac{\partial \bar{E}}{\partial t} + \frac{\partial \bar{P}}{\partial t} \quad (1.2)$$

La variation du potentiel sera alors :

$$\frac{\partial V}{\partial t} = - \int_0^L \frac{\partial E}{\partial t} dx = - \frac{1}{\varepsilon_0} \left(L \cdot J_{ext} - \int_0^L \frac{\partial P}{\partial t} dx \right) \quad (1.3)$$

Une partie de la charge appliquée sera donc compensée par les phénomènes de polarisation et, en conséquence, la variation du potentiel sera plus lente en présence de l'isolant. Lorsque le courant de charge est interrompu, on est en circuit ouvert (fig.1.2.b), et les phénomènes de polarisation lents, s'ils existent, entraîneront un déclin de potentiel donné par :

$$\frac{\partial V}{\partial t} = \frac{1}{\varepsilon_0} \int_0^L \frac{\partial P}{\partial t} dx \quad (1.4)$$

Le phénomène de polarisation est fonction de la structure interne des matériaux, qui peuvent être généralement séparés en matériaux polaires et apolaires [28-29].

Dans les matériaux polaires, tels que le polyamide, le polychlorure de vinyle ou la résine époxy, des dipôles existent même en absence de champ. Ces dipôles résultent de la déformation du nuage électronique le long d'une liaison chimique dissymétrique. En l'absence de champ, ces dipôles sont en règle générale orientés aléatoirement, et par conséquent, la polarisation macroscopique est nulle. Sous l'effet d'un champ électrique appliqué, ces dipôles sont soumis à un couple qui tend à les orienter dans sa direction. La polarisation produite par l'orientation dipolaire étant importante, la permittivité des matériaux polaires est supérieure aux matériaux apolaires.

Dans les matériaux apolaires, tels que le polyéthylène ou le polycarbonate, il y a absence de dipôles lorsque le champ est nul. Les dipôles se forment suite à un champ appliqué par les phénomènes suivants: (i) la déformation des nuages électroniques autour des noyaux, se traduisant par le déplacement relatif des nuages dans le sens inverse par rapport au centre du noyau (positive), et donc inversement au champ ; (ii) la liaison ionique (exemple le NaCl) se déforme et mènent au déplacement des centres de charges comme précédemment.

Le tableau 1.1 donne la permittivité relative de certains matériaux polymères employés dans cette thèse.

On distingue quatre types de polarisation (fig.1.3) [27-29] : électronique, atomique, d'orientation, dite de Debye, et interfaciale. Chacune de ces polarisations contribue à la valeur de la permittivité relative, les deux premières étant des polarisations de déformation.

Tableau 1.1 *Permittivité relative de certains polymères à 50Hz [29]*

<i>Polymère</i>	<i>Permittivité relative ϵ_r</i>
Polyéthylène	2.3
Polycarbonate	2.97
Polyamide 6-6	3.6 à 4.0
ABS	2.6 à 2.5

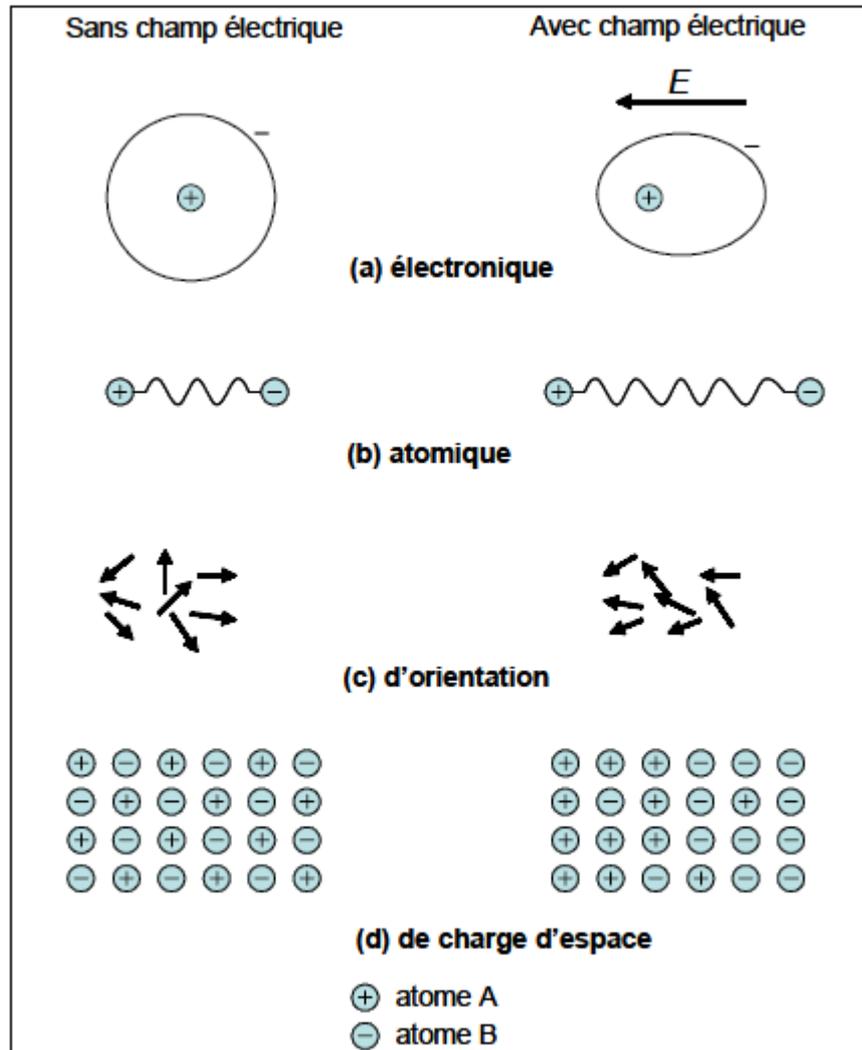


Figure 1.3. Représentation schématique des quatre types de polarisation

Polarisation électronique : quand un champ électrique constant est appliqué, le nuage électronique dans chaque atome est déplacé légèrement par rapport au noyau (fig.1.3.a), donnant un dipôle induit.

Polarisation atomique : lorsque différents atomes sont présents dans une molécule ne possédant pas de moment dipolaire permanent, les électrons participant aux liaisons de covalence se déplacent préférentiellement vers l'atome le plus électronégatif, créant ainsi, sans contrainte extérieure, un moment de liaison (moment dipolaire induit). Si l'on superpose un champ électrique, les atomes se déplacent les uns par rapport aux autres, donnant naissance à une polarisation atomique (fig.1.3.b) qui met en jeu le déplacement des atomes au sein de la molécule.

Polarisation d'orientation ou polarisation de Debye: Si la résultante des différents moments dipolaires est différente de zéro, la molécule possède un moment dipolaire permanent (fig.1.3.c). Lorsqu'on applique un champ électrique, la molécule tend à s'orienter dans le sens du champ. C'est le phénomène de polarisation d'orientation, étudié par Debye, qui apparaît lorsqu'une molécule ou un groupement d'atomes possède un moment dipolaire permanent.

Polarisation interfaciale ou de charge d'espace : effet Maxwell – Wagner – Sillars : Ce type de polarisation apparaît dans les matériaux hétérogènes. Il provient de l'accumulation des charges aux interfaces des différentes phases constituant les matériaux (fig.1.3.d) lorsque ces différentes phases ont des permittivités et des conductivités différentes. Ce type de polarisation est encore appelé effet Maxwell – Wagner – Sillars [29].

1.2.2. Phénomène de conduction

Toute charge électrique entraînée dans un mouvement ordonné par un champ électrique constitue ce que nous appelons la conduction électrique. Les charges susceptibles de donner ainsi naissance à un courant électrique sont des ions ou des électrons.

Le phénomène de conduction dans les matériaux polymères a été largement discuté dans la littérature [9-14, 30-34], notamment la dynamique de création et transport des charges d'espace, lequel est un phénomène complexe en raison de la multitude des paramètres et des mécanismes impliqués.

Puisqu'un isolant est sensé être dépourvu de charges libres de conduction, on imagine que les charges proviennent essentiellement de l'extérieur par phénomène d'injection. Cependant, l'isolant n'est pas parfait et possède alors une certaine conductivité due aux imperfections de la structure du matériau et aux impuretés qui peuvent se présenter. Ainsi, la conduction de charges sera contrôlée soit par des phénomènes d'interfaces électrodes/diélectrique ou air/diélectrique soit par des phénomènes de volume au sein du diélectrique.

Conduction contrôlée par l'interface : lorsque deux matériaux de différents niveaux de Fermi se mettent en contact, les charges libres s'écouleront d'un matériau à un autre jusqu'à ce que la condition d'équilibre soit remplie autrement dit l'égalité des niveaux de Fermi [35]. Ce flux de charges libres génère alors une charge positive d'un côté et une charge négative de l'autre entraînant, de ce fait, la création d'un champ électrique aux bornes de l'interface

appelé barrière de potentiel. Pour franchir cette barrière les charges doivent avoir suffisamment d'énergie, sous un champ électrique minimal, dit seuil d'injection.

Trois mécanismes peuvent décrire le phénomène d'injection à l'interface [35-37]: (i) l'effet Schottky (thermoélectronique) qui traduit le passage de l'électron (ou trou) au dessus de la barrière de potentiel sous l'effet combiné de la température et du champ électrique, (ii) l'effet tunnel (effet Fowler – Nordheim) un phénomène quantique qui définit le passage des charges au travers de la barrière de potentiel à énergie constante et se produit à faible température et (iii) l'effet tunnel assisté par la température qui consiste en l'acquisition d'une énergie (le plus souvent thermique) par l'électron (ou trou) permettant son passage au travers de la barrière sur une distance moins longue qu'à énergie constante.

Conduction contrôlée par le volume : la conduction est conditionnée par l'existence des charges et à leur aptitude à se déplacer. Les diélectriques polymères sont de bons isolants et donc ils possèdent très peu de charges. Cependant, les charges peuvent y exister pour différentes raisons : injection à l'interface, dissociation des molécules (vieillissements), ou encore suite aux inclusions et aux impuretés. Une fois les charges existent dans le volume de l'isolant, et sous l'effet du champ, elles se déplacent d'un piège à l'autre suite aux diverses mécanismes de piégeage – dépiégeage (effet Poole – Frenkel ou par saut).

Quelque soit le matériau solide considéré, il est soumis à la théorie des bandes d'énergie. Cependant, tous les matériaux n'ont pas les mêmes propriétés électriques. La classification des matériaux en 2 groupes principaux (isolants et conducteurs) est liée à une valeur d'énergie particulière appelée énergie de Fermi. Globalement, la probabilité de présence d'un électron à un niveau d'énergie E est estimée par la fonction de Fermi :

$$f(E) = \frac{1}{1 + \exp\left(\frac{E - E_f}{kT}\right)} \quad (1.5)$$

Cette fonction évolue très vite entre les bornes $f(E) = 0$ et $f(E) = 1$. E_f est l'énergie pour laquelle la probabilité de présence d'un électron s'approche très fortement de 0. Au contraire, en dessous de cette énergie, la probabilité de présence d'un électron est très proche de 1. La définition des deux grands groupes de matériaux vis-à-vis de leurs propriétés électriques est liée à cette énergie. Si le niveau de Fermi est situé au niveau d'une bande d'énergie autorisée, on obtient un matériau possédant une bande d'énergie partiellement remplie. Ainsi, n'importe

quel petit accroissement d'énergie peut suffire pour conduire un électron de son état d'origine vers un état d'énergie supérieur. Ceci est le cas des métaux.

Si le niveau de Fermi est situé dans la bande d'énergies interdites, alors la bande de valence est entièrement occupée. Il faut fournir une énergie au moins égale à $E_c - E_v = E_g$ pour qu'un électron puisse sortir de son état initial. Nous sommes dans le cas des matériaux isolants.

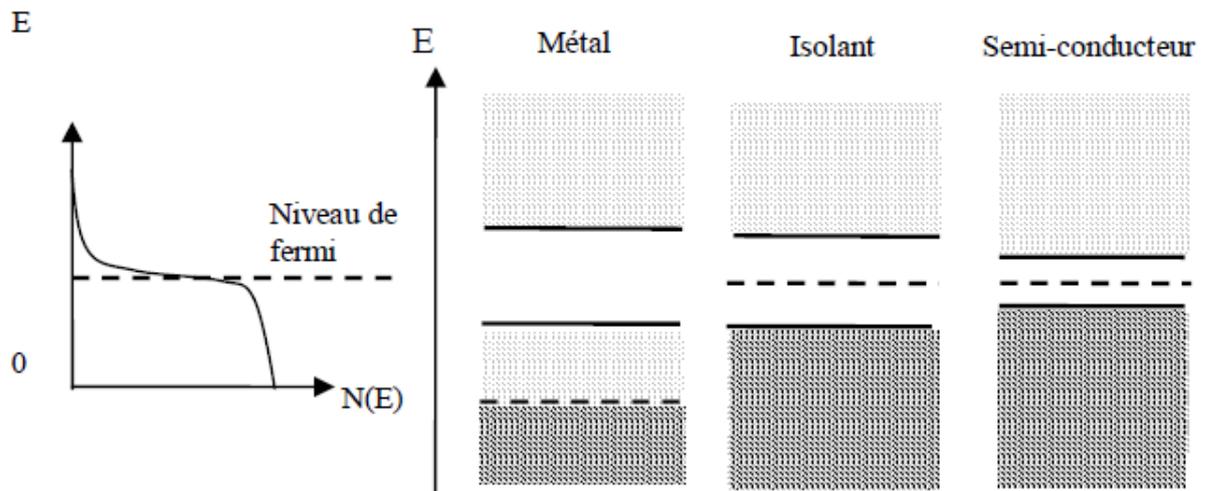


Figure 1.4. Représentation de diagramme de bande d'énergie pour différents matériaux

Pour le cas des solides réels, les matériaux peuvent contenir de multiples défauts qu'ils soient structurels (grains, joints de grain), cristallographiques (dislocations, lacunes, interstitiels, ...), ou chimiques (impuretés). Ces défauts ont nécessité un ajustement de la théorie des bandes pour le cas des solides réels. En effet, ils peuvent être à l'origine d'états d'énergie compris dans la bande interdite. Ces états d'énergie sont disponibles sous 2 formes dans la bande interdite (voir figure 1.5) :

- Lorsque les états d'énergie créés par des défauts et situés dans la bande interdite sont suffisamment nombreux pour que leurs orbitales électroniques se recourent, ils forment une bande d'énergie étroite. Cette bande d'énergie, appelée « bande d'impuretés », est située au sein de la bande interdite et fonctionne globalement comme une bande d'énergie à part entière.

- Lorsque qu'ils ne sont pas en nombre suffisant pour créer cette bande, on parle d'états localisés. Ces bandes ou états localisés ne sont pas dépendants de leur énergie (si ce n'est qu'ils sont compris dans la bande interdite). Ils dépendent uniquement de la densité des états.

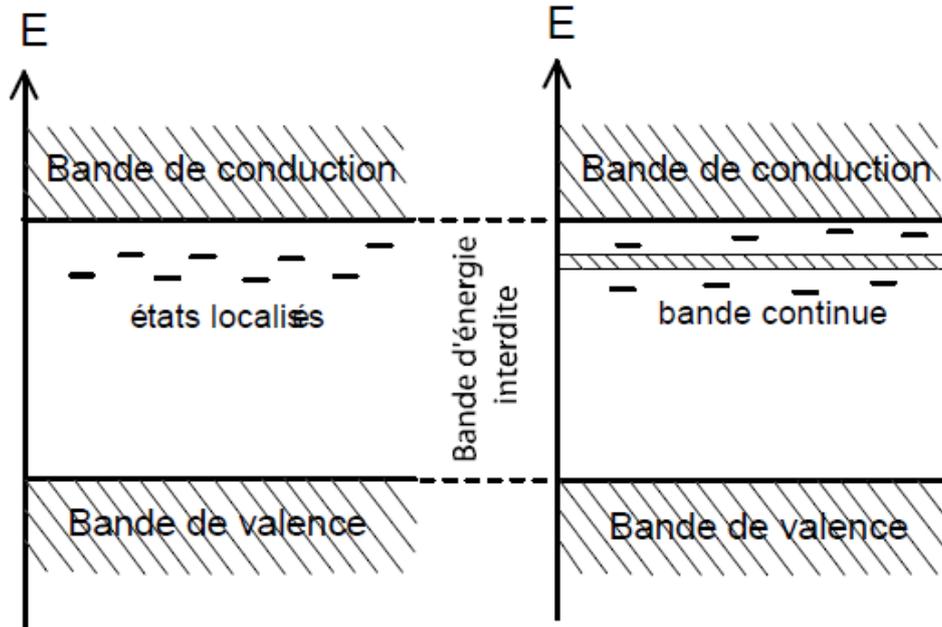


Figure 1.5. Schématisation de la présence d'état localisés (à gauche) ou d'une bande continue de conduction au sein de la bande d'énergie interdite.

Les polymères sont des isolants possédant généralement une bande interdite très large (6 à 8eV) [37]. Vue leur structure semi cristalline, ou amorphe, la notions de bandes séparées disparaît, puisque des états électroniques existent à tous les niveaux d'énergie. Ainsi pour les polymères des états localisés, appelés états d'Anderson, sont introduits au voisinage de la bande de valence et la bande de conduction [34, 38-39] (fig.1.6).

Il faut distinguer deux types d'états localisés [39]:

- les sites peu profonds, qui sont dus au désordre physique (distorsion de la maille cristallographique). Ces niveaux d'énergie sont proches des bandes de valence ou de conduction, et les porteurs de charges (électrons et trous) ayant acquis une faible énergie peuvent se mouvoir en « sautant » de site en site.

- les sites profonds, dus au désordre chimique. Ce sont des états isolés dans la bande interdite, dans lesquels les charges peuvent se piéger durablement. Ces niveaux d'énergie sont appelés pièges profonds, et ils participent peu au transport de charges.

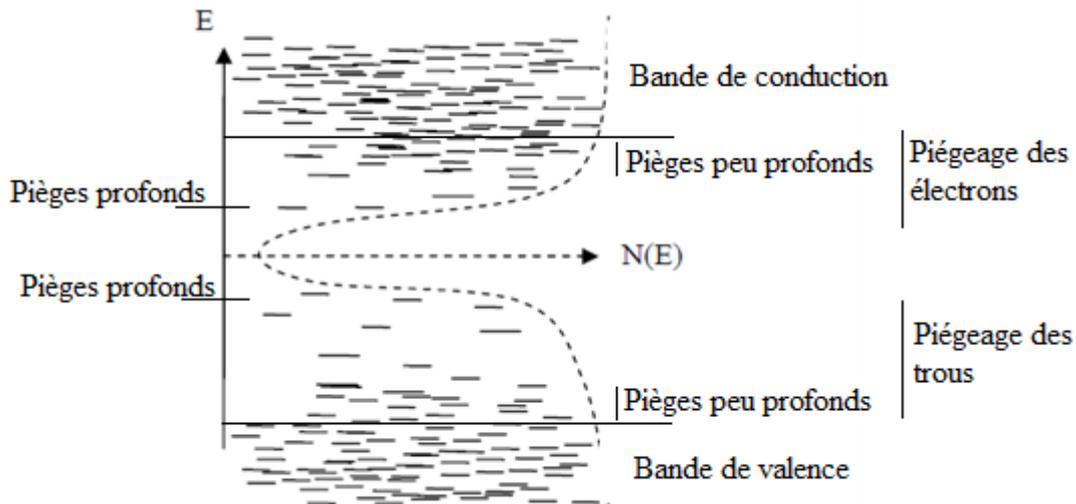


Figure 1.6. Diagramme de bande d'énergie pour le cas des matériaux polymères semi cristallin.

La conduction est dite ohmique si la vitesse d'injection de charges est égale à leur vitesse de déplacement dans le volume, il n'y a pas d'accumulation des charges au voisinage de l'interface. Ce type de conduction se produit lorsque le champ est faible. En champ relativement élevé, la conduction est limitée par charge d'espace où la dynamique de piégeage – dépiégeage contrôle l'écoulement des charges [35-37].

Un traitement détaillé du phénomène de conduction est donné par Segui [37].

Déclin de potentiel dû à la conduction

Dans le cas où la polarisation est stabilisée, elle peut être décrite par une constante diélectrique ϵ , et les variations de potentiel mesurées seront alors liées à des effets de conduction. A partir de l'équation du courant on a alors :

$$\epsilon \frac{\partial E}{\partial t} + \left(\sigma + \sum_i \mu_i \rho_i \right) E \quad (1.6)$$

Dans le cas où il n'y a pas d'effets de charge d'espace, le champ est homogène, et on a :

$$\frac{\partial V}{V \partial t} = -\frac{\sigma}{\varepsilon} \quad (1.7)$$

Une conductivité intrinsèque constante doit donc donner naissance, non seulement à un déclin de potentiel exponentiel mais également à un déclin exponentiel de toute densité de charge présente dans le matériau, avec une constante de temps égale au quotient de sa permittivité par sa conductivité.

La conduction intrinsèque est pratiquement nulle à température ambiante et champ modéré pour la plupart des polymères utilisés en isolation, qui présentent un grand gap et surtout une mobilité effective des porteurs extrêmement faible. Les phénomènes observables dans ce cas seront avant tout d'origine dipolaire, ou liés à une charge d'espace injectée. L'apparition d'une conduction intrinsèque volumique nécessite la génération d'une certaine quantité de porteurs mobiles, avec un renouvellement qui compense les recombinaisons.

1.3. Polymères granulaires

Les polymères sont en forme de granules généralement avant industrialisation, comme c'est le cas du polyéthylène (PE) lors de la fabrication des câbles, le polyamide (PA) pour les filtres [20] ou l'acétylène – butadiène - styrène (ABS) pour la fabrication des boîtiers et composants des ordinateurs. Inversement, les polymères sont ramenés à la forme granulaire, par broyage, lors du traitement des déchets contenant des plastiques [22].

La figure 1.7 montre trois matériaux polymères employés dans cette étude. Ces matériaux sont composés de grains en forme sphérique et cylindrique de 2 à 3 mm de diamètre. La taille et la forme des grains jouent un rôle très important dans le processus de charge et décharge des couches de granules. En effet, la forme des grains détermine la régularité de la surface de la couche et, par conséquent, l'amplification du champ à la surface. L'arrangement des grains dans la même couche influe sur le déclin des charges suite à la conduction de surface soit vers la masse soit latéralement (voir Chap.III).

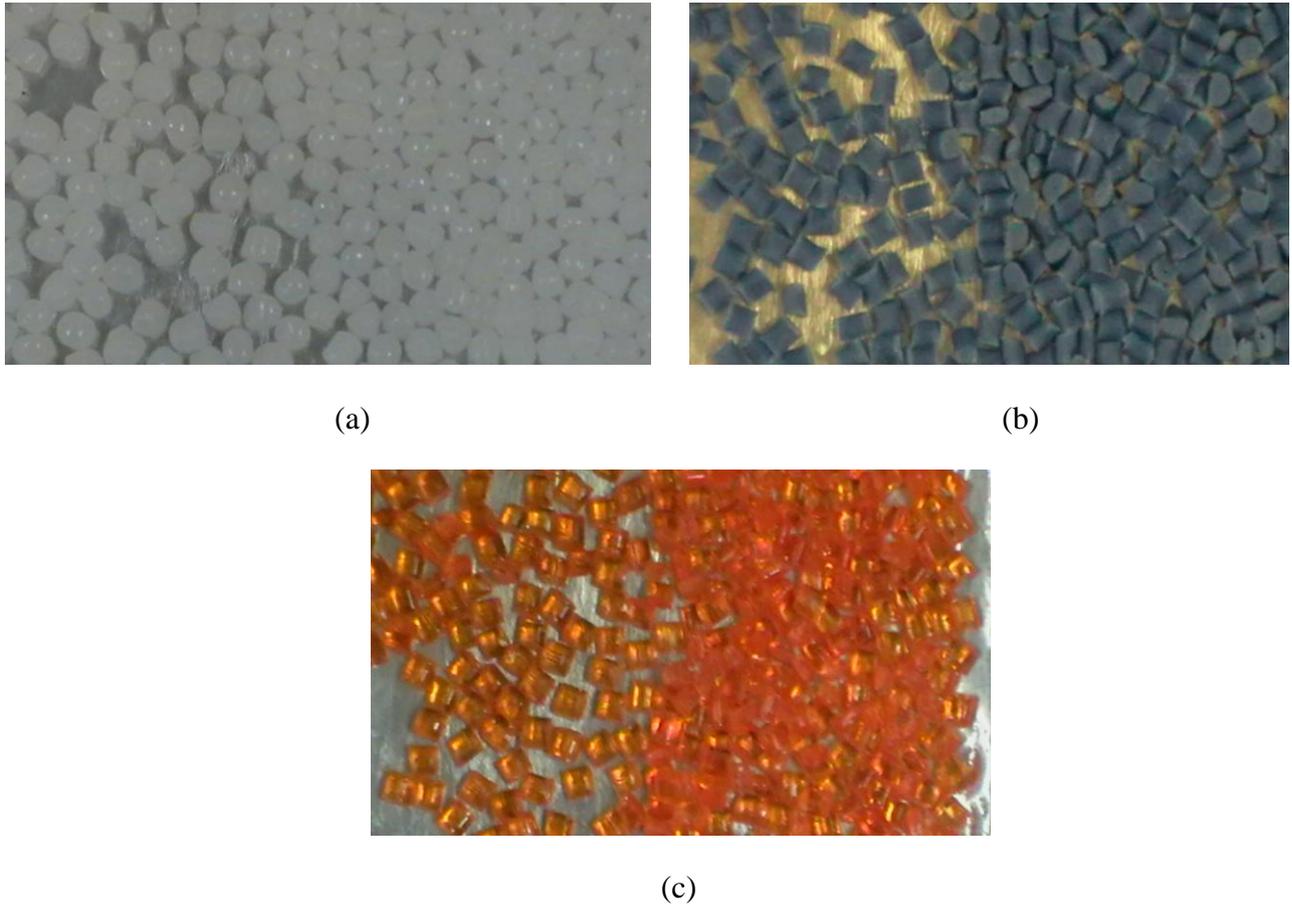


Figure 1.7. *Matériaux granulaires employés : (a) le polyéthylène, (b) le polyamide et (c) le polycarbonate*

1.4. Propriétés effectives des couches de granules

Les couches de granules comportent souvent un mélange de deux ou trois matériaux. Même pour le cas d'un seul matériau polymère, l'existence de l'air dans les interstices entre grains modifie les propriétés globales de la couche en constituant un mélange air - substance.

Le concept de la permittivité effective est pratiquement indispensable dans la modélisation des matériaux composites hétérogènes à basses fréquences. La permittivité effective (ou constante diélectrique macroscopique) peut servir à décrire des milieux qui restent homogènes tant que les effets de dispersion sont insignifiants lorsque les ondes radio pénètrent le matériau [40]. La permittivité effective dépend des permittivités des matériaux constituants, de leurs fractions volumiques, et de la forme des inclusions (mais non de la structure interne de ces inclusions). L'accès à la permittivité effective dépend du degré de complexité de la structure du composite. Si le mélange a une structure périodique, la permittivité effective peut

être évaluée analytiquement sous certaines conditions (formes des dispersions, orientation du champ électrique, ...) par des lois dites de mélanges. Par contre pour des milieux dont la structure est désordonnée, il n'existe pas de solutions analytiques, les méthodes numériques constituent la seule voie pour le calcul de la permittivité effective.

Plusieurs relations théoriques ont été établies pour la détermination des caractéristiques électriques effectives [40].

Böttcher a proposé une formule permettant de retrouver la permittivité effective des milieux où la concentration des particules est si élevée que chaque particule est entourée par le mélange plutôt que par un composant. Cette relation a pour expression:

$$\frac{(\varepsilon_{eff} - \varepsilon_2)}{\varepsilon_{eff}} = 3\theta \frac{(\varepsilon_1 - \varepsilon_2)}{(\varepsilon_1 + 2\varepsilon_{eff})} \quad (1.8)$$

où ε_1 est propre à la matrice et ε_2 est propre aux inclusions; θ est la fraction volumique du composant dispersé. Une formule semblable obtenue indépendamment par Landau et Lifchitz [41] :

$$\varepsilon_{eff(mélange)} = \varepsilon_1 + c \frac{3\varepsilon_1(\varepsilon_2 - \varepsilon_1)}{\varepsilon_2 + 2\varepsilon_1} \quad (1.9)$$

avec c la concentration du milieu dispersé, de permittivité ε_2 ; ε_1 permittivité du milieu hôte.

1.5. Chargement des polymères par décharge couronne

La création des charges sur la surface des isolants polymères peut être réalisée par plusieurs procédés : décharge couronne, triboélectricité, piézoélectricité ou par faisceaux d'électrons. Dans la plupart des applications électrostatiques actuelles, le chargement est réalisé soit par décharge couronne soit par triboélectricité, en raison de leur simplicité, sureté et faible coût.

La décharge couronne est une décharge autoentretenu non destructive qui peut apparaitre lorsqu'une différence de potentiel suffisamment élevée est appliquée entre des électrodes asymétriques, tels que fil - plan ou pointe - plan. La dissymétrie des électrodes conduit à un champ électrique inhomogène dans l'espace inter-électrodes. Au voisinage de l'électrode pointue, le champ peut être suffisamment élevé pour provoquer l'ionisation de l'air et les charges qui en résultent sont entraînées vers l'électrode à faible champ où se situe la surface à

charger. L'intervalle d'aire entre électrodes comporte deux zones : une zone ionisée et une zone de dérive (fig.1.8) [42].

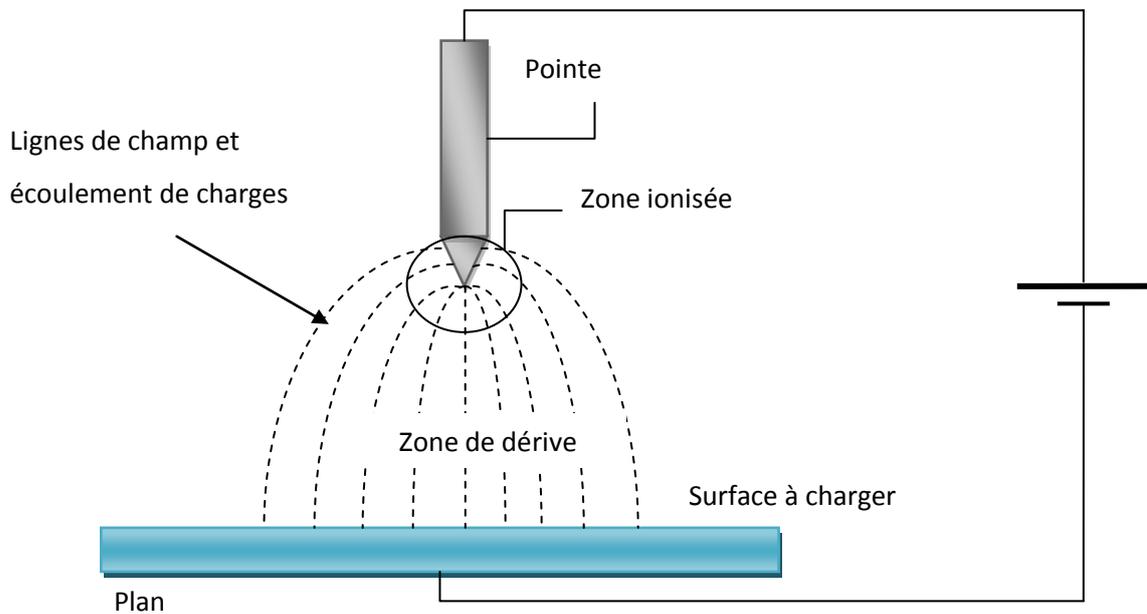


Figure 1.8. Décharge couronne dans une configuration pointe plan

Si la surface cible est un matériau isolant, les charges entraînées par le champ se déposent et s'accumulent en surface et donne lieu à un potentiel de surface exprimé en fonction de la densité de charge σ_s par :

$$V_s = \frac{\sigma_s}{\varepsilon} e \quad (1.10)$$

où e représente l'épaisseur de l'isolant et ε sa permittivité.

En progressant dans le volume de l'isolant, les charges forment une distribution volumique, nommée charge d'espace, et entraînent ainsi la distortion du champ au sein de l'isolant. Le potentiel à la surface de l'isolant déposé sur une électrode mise à la masse est donné par :

$$V_s = -\int_0^e E dx \quad (1.11)$$

Le signe de la charge déposée sur l'isolant dépend de la tension appliquée à l'électrode active. Par conséquent, la décharge couronne peut être positive ou négative selon la polarité de la tension appliquée à l'électrode à faible rayon de courbure.

1.5.1. Décharge couronne positive

La décharge couronne positive est celle qui se produit quand la pointe est portée à un potentiel positif et la plaque à la terre. Dans ce cas, dans la zone de champ intense autour de la pointe, des électrons sont produits par photo-ionisation et sont accélérés vers l'anode (la pointe). Autour de celle-ci, se développe alors une région de forte ionisation : zone en pointillé sur la figure 1.9. Les ions positifs ainsi créés sont repoussés par l'anode, sous l'effet des forces de Coulomb, jusqu'à une distance de la pointe (inférieure au millimètre) au-delà de laquelle le champ électrique trop faible (< 30 kV/cm dans l'air à pression atmosphérique) ne permet plus la création d'ions positifs. Les ions positifs migrent donc vers la cathode (la plaque).

Différents régimes existent pour la décharge couronne [42]. Juste au-delà du seuil d'apparition, la décharge couronne positive est pulsatoire. En augmentant la tension, la décharge positive devient une décharge lumineuse continue. Pour les tensions très élevées, la décharge se transforme en claquage (arc).

Dans l'air ambiant, les espèces dominantes, en décharge positive, sont des ions hydratés de formule générale $(\text{H}_2\text{O})_n\text{H}^+$, ou n est un entier qui augmente avec l'humidité. A faible taux d'humidité d'autres ions devient dominant tels que $(\text{H}_2\text{O})_n\text{NO}^+$ et $(\text{H}_2\text{O})_n(\text{NO}_2)^+$.

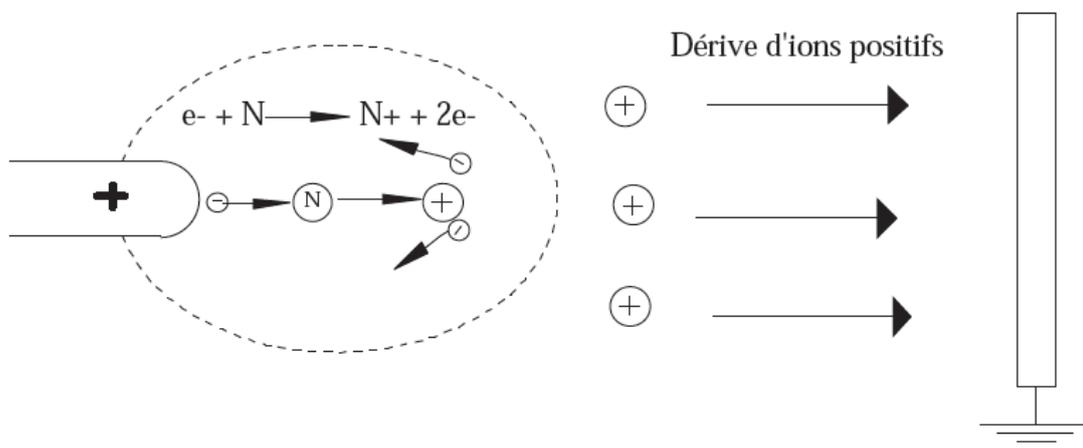


Figure 1.9. Description de la décharge couronne positive

1.5.2. Décharge couronne négative

Dans le cas où la pointe est portée à un potentiel négatif, il y a toujours création d'électrons par photo-ionisation et apparition de la zone d'ionisation autour de la pointe. Les ions positifs alors créés reviennent rapidement à la cathode (fig.1.10).

Au-delà du seuil d'apparition, la décharge couronne négative a un régime pulsateur. En augmentant la tension, la décharge négative atteint le régime d'impulsions de Trichel [42-44] dont la fréquence dépend de la tension appliquée. Ces impulsions sont régulières et sont dues au champ électrique qui s'affaiblit au voisinage de la cathode. Les ions négatifs empêchent en effet la multiplication des avalanches électroniques. Une fois ces ions migrés vers l'anode, de nouvelles avalanches apparaissent. L'intervalle entre deux pics de courant, impulsions de Trichel, dépend donc du temps nécessaire aux ions négatifs à atteindre l'anode [43].

En décharge couronne négative les ions les plus dominants sont les ions CO_3^- ; à 50% d'humidité relative environ 10% des ions sont hydratés $(\text{H}_2\text{O})_n \text{CO}_3^-$.

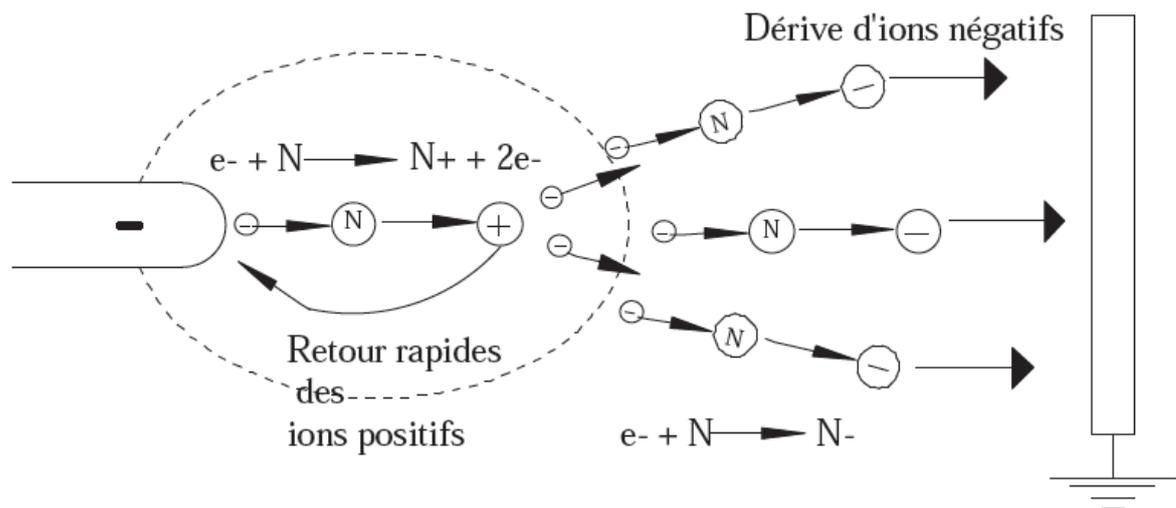


Figure 1.10. Description de la décharge couronne négative.

1.5.3. Décharge couronne alternative

Dans ce cas, le processus de la décharge soumise à une excitation alternative est identique à ceux décrits pour une excitation continue, dans la mesure où l'intervalle de temps entre les inversions de polarité est suffisamment long pour que toutes les charges résiduelles de l'alternance précédente soient écoulées. Ceci implique l'existence d'une fréquence f et d'une distance inter-électrodes d limites reliées par l'expression suivante [44]:

$$d_{\max} = \frac{\mu E}{\pi f} \Rightarrow f_{\max} = \frac{\mu E}{\pi d} \quad (1.12)$$

avec μ la mobilité des ions et E l'amplitude du champ électrique.

Tant que la fréquence est inférieure à f_{\max} la décharge couronne alternative se comporte comme en continu. Par contre si l'excitation est supérieure à cette fréquence f_{\max} , la charge d'espace va osciller et augmenter à chaque période. Cet effet cumulatif aura pour conséquence des passages à l'arc pour des potentiels plus faibles qu'en continu [43-44].

1.5.4. Systèmes d'électrodes

Le système d'électrodes élémentaire pointe - plan de la figure 1.8 est inapproprié pour le contrôle du dépôt de charge et donne souvent une distribution de charge surfacique non-uniforme, avec une forte densité au milieu et qui décroît en progressant vers les extrémités. L'insertion d'une grille, entre l'électrode active et le plan, portée à une tension de même polarité que l'électrode active permettra le contrôle du niveau de potentiel de la surface à charger et l'obtention d'un dépôt uniforme. Dans cette configuration d'électrodes, appelée système *triode* [42], les charges issues de l'ionisation de l'air sont accélérées sous l'action du champ électrique, passent à travers la grille et viennent se déposer sur la surface libre du diélectrique. Le potentiel de surface de diélectrique croît jusqu'au niveau du potentiel de la grille. A partir de ce moment là, le champ entre la grille et la surface du diélectrique est nul. Les ions ne traversent plus la grille. Ainsi le potentiel de surface est limité par le potentiel de la grille. Il existe plusieurs dispositifs à triode résumés sur la figure 1.11 [45]. La figure 1.12 montre le dispositif expérimental employé durant notre étude pour le chargement et des couches de granules. Dans le système triode de la figure 1.12.a la grille est reliée à la masse à travers une résistance, correspondant au schéma 1.11.d.

L'électrode « dual » de la figure 1.12.b est employée pour la neutralisation des charges à la surface des couches de granules (Chap. IV).

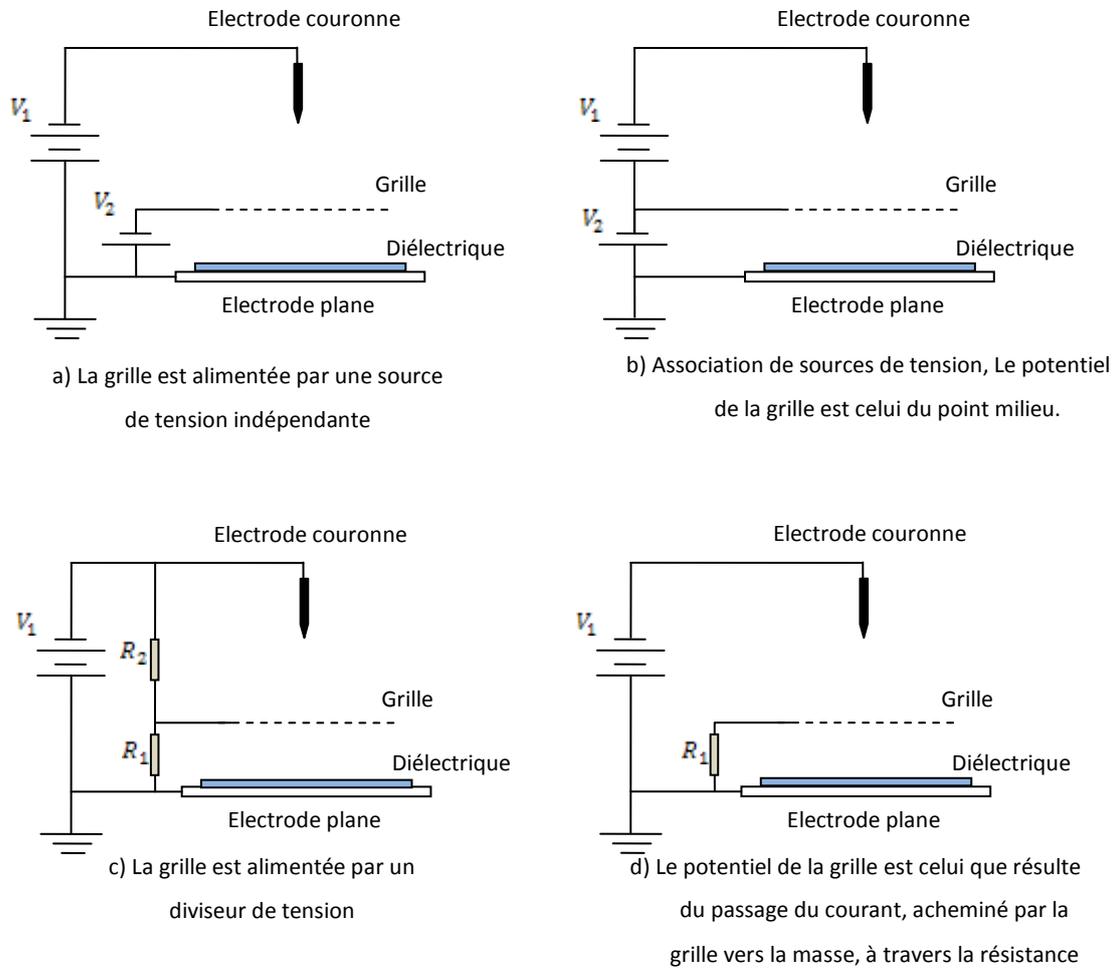
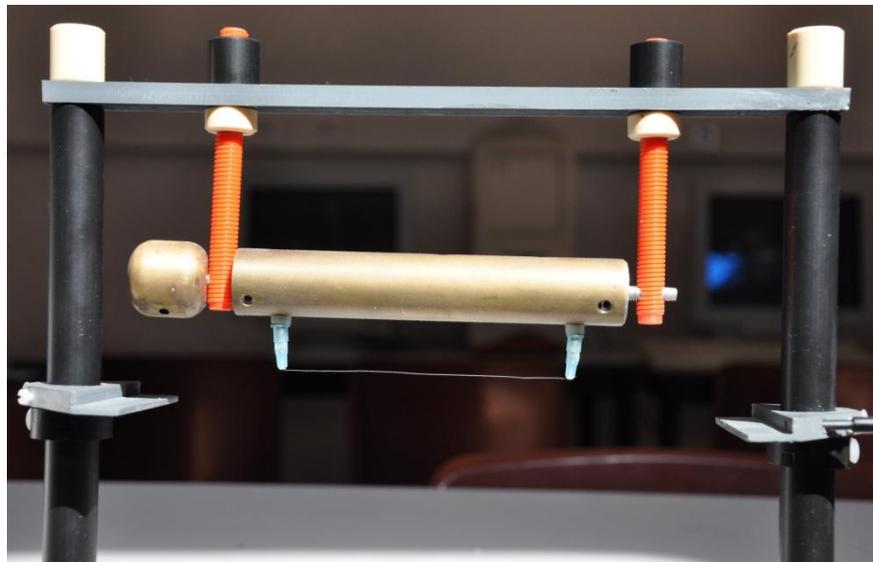


Figure 1.11. Dispositifs de charge par décharge couronne de type triode



(a)



(b)

Figure 1.12. Dispositif expérimental pour le chargement des couches de granules : (a) Système triode fil - grille - plan, (b) système dual (sans la grille) fil - plan

Conclusion

Le recours à la forme granulaire des polymères facilite leur moulage et industrialisation et rend possible l'utilisation des procédés électrostatiques (forces électrostatiques) durant le traitement de ces matériaux.

Quatre types de polymères granulaires ont été utilisés dans les études qui suivent : le polyéthylène, le polycarbonate, le polyamide et l'ABS. Les polymères choisis sont typiques de l'ensemble des matériaux isolants utilisés dans les différents secteurs industriels.

Le chargement constitue une étape primordiale au processus de traitement par voie électrostatique. La décharge couronne générée à l'aide d'un système triode est le moyen le plus efficace de chargement des granules. Le système triode permet le contrôle du flux des charges déposées et l'obtention d'une distribution de charge quasiment uniforme.

Les charges surfaciques, déposées par décharge couronne, sont influencées par la conduction et la polarisation du matériau et évoluent de ce fait dans le temps. Par les mesures électrostatiques il sera possible de caractériser l'état de charge du matériau et de suivre l'évolution de la charge déposée.

La génération des charges par décharge couronne peut servir non seulement au chargement des isolants mais aussi à leur neutralisation en éliminant les charges résiduelles non désirées qui peuvent s'accumuler.

Techniques de mesures électrostatiques

La mesure des grandeurs électrostatiques occupe une place importante dans la caractérisation des matériaux diélectriques et la compréhension des phénomènes qui en résultent. Ces grandeurs fixes, ou faiblement variables dans le temps, sont souvent de faibles quantités, rendant ainsi leur mesure une opération délicate. Dans ce cas, l'instrument de mesure doit être capable de quantifier la grandeur en question sans pour autant la perturber ni être influencé par les circonstances de la mesure.

La mesure du potentiel de surface, de la charge ou du champ électrique peut être réalisée par trois types d'instruments : sonde à induction (sonde capacitive), moulin à champ et sonde électrostatique à annulation du champ [46]. Tous trois sont basés sur le principe de l'induction électrostatique.

Ce chapitre présente les instruments et les méthodes de mesures électrostatiques utilisés dans la caractérisation des matériaux diélectriques.

2.1. Seau de Faraday

Le seau de Faraday permet la mesure directe de la charge totale des objets déplaçables et isolés de la masse, qu'ils soient conducteurs ou isolants. Cette technique est appropriée pour la mesure sur des liquides, sur des poudres dans les conduites ou sur des matériaux en pièces.

Le seau de Faraday est constitué d'une enceinte conductrice dans laquelle l'objet chargé est introduit de telle sorte que tout le champ créé par la charge sur l'objet soit capturé par la

surface de l'enceinte. Cette enceinte (le seau) doit être isolée par rapport à la masse et protégée contre le couplage au champ venant de l'extérieur. Pour l'isoler, le seau est placé dans une deuxième cage métallique de protection mise à la masse sans qu'il y ait une liaison entre les deux (fig.2.1.a).

En vertu du théorème de Gauss, les charges placées dans le seau créent un flux de lignes de champ à travers la surface, qui s'exprime par :

$$\oint E \cdot dS = \frac{\sum Q_i}{\varepsilon} \quad (2.1)$$

avec E : le champ électrique créé par la charge interne Q_i à travers la surface S . ε étant la permittivité.

Ce théorème de Gauss montre alors que la charge totale engendre, par induction, une charge image équivalente à la charge nette interne. De ce fait, la mesure de la charge portée par le seau permet la mesure de la charge sur l'objet se trouvant dans le seau.

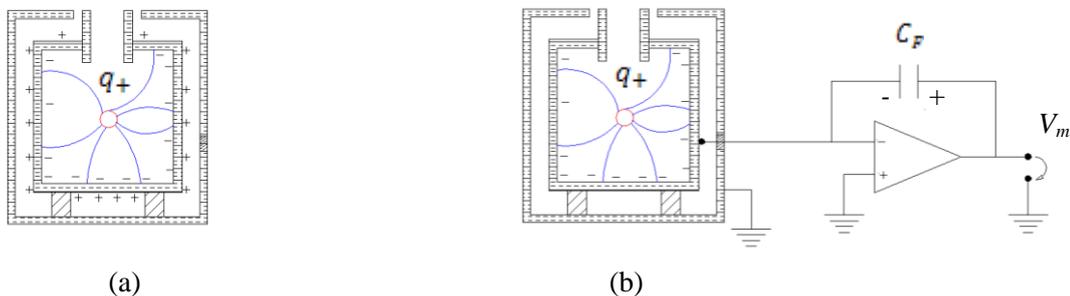


Figure 2.1. *Mesure de la charge à l'aide d'un seau de Faraday : (a) principe de la méthode et (b) circuit de mesure*

En connectant le seau à un circuit de mesure comportant une capacité C_f de valeur connue (fig.2.1.b), toute la charge portée par le seau apparaîtra sur la capacité C_f . La différence de potentiel entre le seau et la masse, mesurée à la sortie du circuit, permet la détermination de la quantité de charge à mesurer :

$$q = C_f \cdot V_m \quad (2.2)$$

Pour la fiabilité des mesures, le seau de Faraday doit satisfaire deux conditions essentielles [47] : (i) Le seau doit avoir une géométrie assurant un couplage parfait avec la charge interne. Cela implique que le seau doit être suffisamment profond et fermé (ii) Il doit

être bien protégé contre le couplage avec des champs externes, moyennant un écran métallique, et bien isolé par rapport à cet écran.

2.2. Sonde capacitive

Il est clair que le seau de Faraday n'est pas convenable à la mesure de la distribution des charges surfaciques notamment sur des objets dont le déplacement est délicat ou lorsque une résolution spatiale est nécessaire [48]. La sonde capacitive ou à induction est l'instrument le plus populaire pour la mesure de la charge surfacique et le potentiel de surface [49] et dont le principe est à la base de tous les autres instruments. La sonde capacitive, proposée par Lord Kelvin en 1898, possède un principe de fonctionnement similaire au seau de Faraday. Les mesures se font sans contact avec la surface chargée (fig.2.2), la sonde étant constituée d'une plaque métallique [49] ou d'un fil [48] reliés à une capacité de mesure [47-48] et positionnés à une faible hauteur au dessus de la surface chargée. Elle peut être aussi entourée d'une électrode de garde reliée soit à la masse soit portée au même potentiel que la sonde. Son principe de fonctionnement est simple, les charges à mesurer créent par influence électrostatique une charge sur la surface de la sonde, dont la différence de potentiel V par rapport à la masse est mesurée à travers la capacité de mesure C_{pg} (fig.2.2). La charge induite sur la plaque métallique est certainement différente de celle sur la surface chargée vue la hauteur de la sonde. Le potentiel mesuré est relié à la charge de surface par la relation :

$$V = \frac{AC_{ps}}{C_s C_{pg}} \sigma_s \quad (2.3)$$

où σ_s est la densité surfacique de charge, C_s la capacité du film déterminée par la surface A . De (2.3) il apparait que la maximisation du signal V récupéré peut être réalisée en maximisant le produit $A.C_{ps}$, autrement dit, en réduisant de la hauteur de la sonde ou en augmentant sa surface.

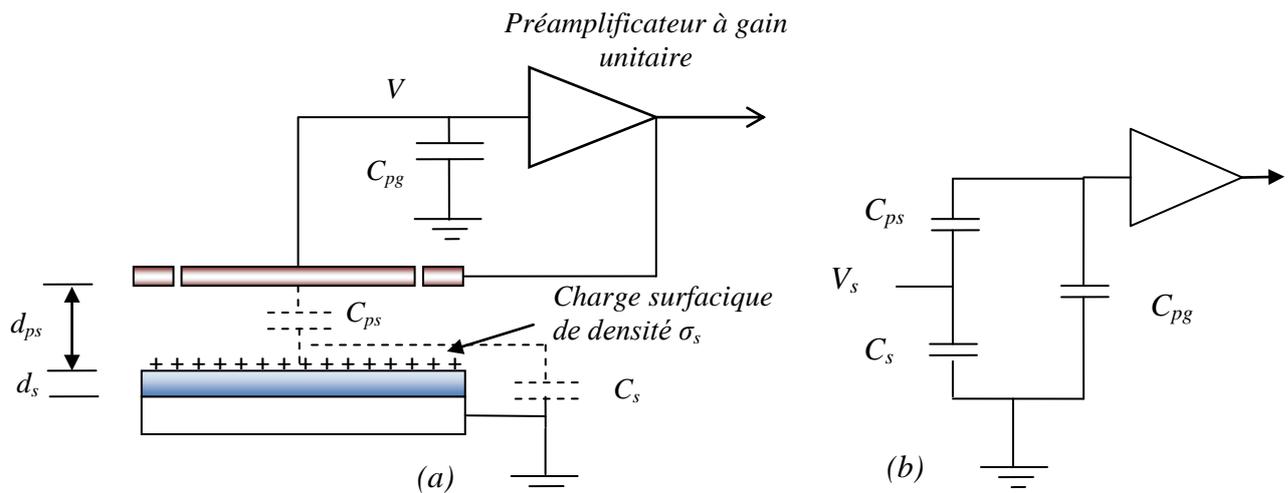


Figure 2.2. Schéma de principe de la sonde capacitive, d_s épaisseur du film, d_{ps} hauteur de la sonde (a) ; schéma équivalent, V_s potentiel de la surface chargée (b)

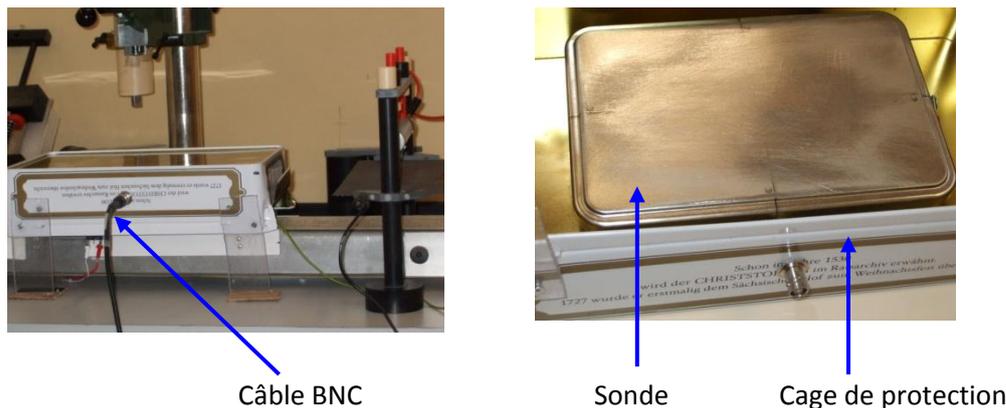


Figure 2.3. Capteur capacitif utilisé pour l'étude de déclin de la charge ; à gauche pendant la mesure placé au dessus d'une bande transporteuse et à droite vue de dessus.

La figure 2.3 montre le capteur capacitif utilisé pour l'étude de déclin de la charge à la surface des matériaux granulaires. Il est constitué d'une plaque métallique, jouant le rôle de l'élément sensible (sonde), suspendue à une hauteur d'environ 5 mm au dessus de la surface de la couche de granules. La plaque métallique est reliée par un câble BNC à un électromètre de type Keithly Model 6514 réglé en « mode mesure de charge ». Ce dernier transmet les mesures à un ordinateur via un système d'acquisition. La figure 3.4 schématise le montage utilisé pour la mesure de la charge.

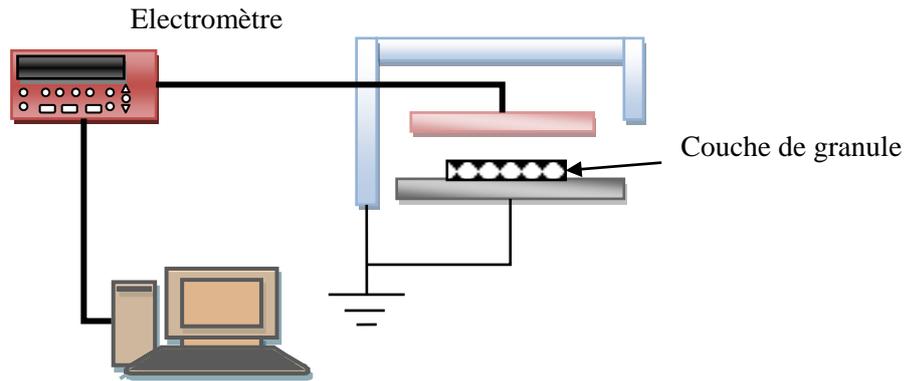


Figure 2.4. Schéma du montage de mesure de la charge par un capteur capacitif

La charge mesurée par le capteur capacitif ne représente qu'une fraction de la charge réelle sur la surface de la couche. Soit le capteur schématisé par la Figure 2.5. Le système capteur – couche constitue deux capacités en parallèle C_1 et C_2 , correspondantes respectivement à la couche et l'intervalle d'air entre la sonde et la couche (Figure 2.5.b).

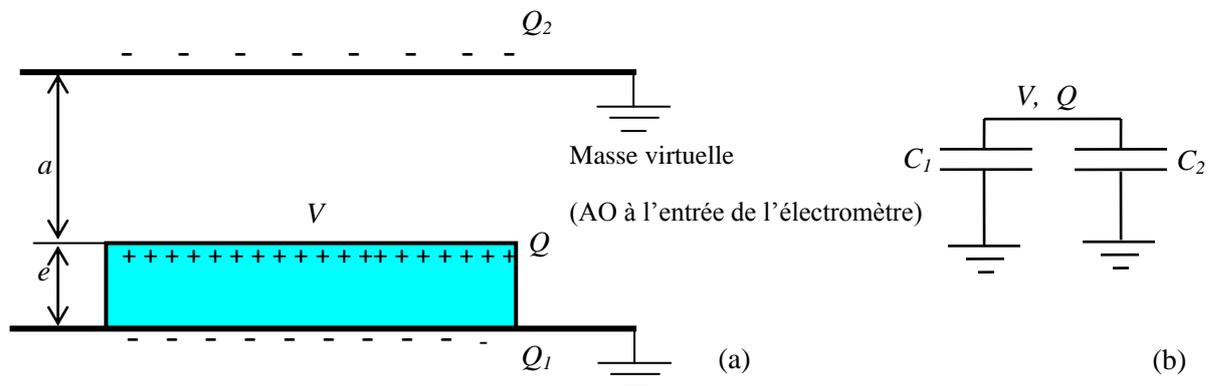


Figure 2.5. Grandeurs caractéristiques du capteur capacitif (a), et schéma équivalent (b)

Assimilant la couche de granules à un film, on a

$$Q + Q_1 + Q_2 = 0 \quad (2.4)$$

avec :

$$Q_1 = C_1 V ; Q_2 = C_2 V ; \text{ sachant que } C_1 = \epsilon A/e ; C_2 = \epsilon_0 A/a \quad (2.5)$$

Il s'en suit que le rapport entre Q_1 et Q_2 est :

$$\frac{Q_1}{Q_2} = \varepsilon_r \frac{a}{e} \quad (2.6)$$

Tenant compte de (2.4), la charge mesurée Q_2 est une fraction de la charge réelle Q :

$$Q_2 = - \frac{Q}{1 + \varepsilon_r \frac{a}{e}} \quad (2.7)$$

L'épaisseur " e " du film, équivalente à la couche, peut être calculée par :

$$e = 1 + \frac{r}{2} - \frac{\omega r}{2} \text{sinc}(2\omega D) \quad (2.8)$$

où D est le diamètre du grain. La largeur du gap " a ", entre la sonde et la surface chargée, est donnée par: $a = H - e$ (figure 2.5).

2.3. Sonde capacitive vibrante

En 1932 Zisman introduit la sonde capacitive vibrante [49]. La vibration de la sonde par mouvement perpendiculaire à la surface chargée entraîne la variation de la quantité de charge induite sur la sonde et ainsi la création d'un courant $i = dQ/dt$, dont la valeur est proportionnelle à l'amplitude et la fréquence de la vibration (Figure 2.6). La valeur de la charge est ensuite obtenue par intégration du courant induit à travers des circuits appropriés.

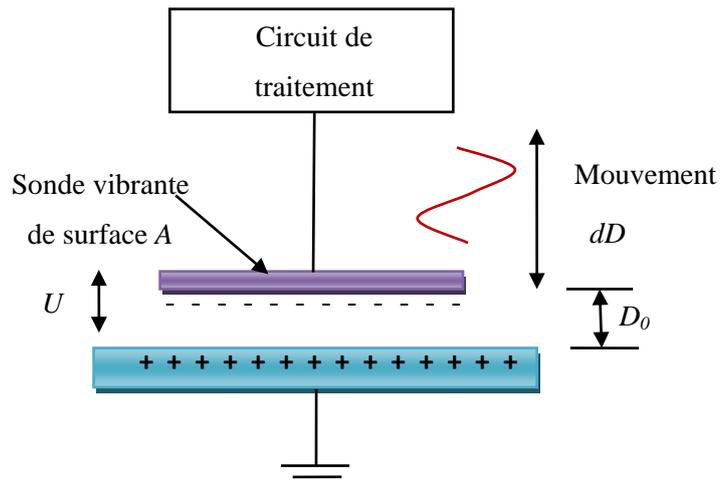


Figure 2.6. Sonde capacitive vibrante

Si le mouvement de la sonde est sinusoïdal, la distance D entre la sonde et la surface de la couche est égale à :

$$D = D_0 + D_1 \sin(\omega t) \quad (2.9)$$

avec D_0 la position de la sonde sans vibration et D_1 amplitude de la vibration [m], ω désigne la pulsation de la vibration.

La capacité du système sonde - couche est alors :

$$C = \frac{\varepsilon \varepsilon_0 A}{D_0 + D_1 \sin(\omega t)} \quad (2.10)$$

Le courant induit, dû au mouvement, peut être déterminé par $i = U \cdot dC / dt$:

$$i = U \cdot \frac{d}{dt} \left(\frac{\varepsilon \varepsilon_0 A}{D_0 + D_1 \sin(\omega t)} \right) \quad (2.11)$$

$$i = -U \cdot \varepsilon \varepsilon_0 A \cdot \frac{D_1 \cdot \omega \cdot \cos(\omega t)}{[D_0 + D_1 \sin(\omega t)]^2} \quad (2.12)$$

avec U différence de potentiel entre la sonde et la couche. A surface de la sonde.

2.4. Sonde capacitive pour la mesure du potentiel

Le principe de la sonde Kelvin, de type capacitive vibrante, est basé sur le fait que tout changement de la distance entre électrodes pendant un intervalle de temps dt nécessite une certaine quantité dQ à fournir ou à extraire de la sonde de sorte que la tension entre électrode reste constante. De l'expression de la charge $Q = U \cdot \varepsilon \varepsilon_0 A / D$, lorsque la sonde vibre on a :

$$i = \frac{dQ}{dt} = U \cdot \varepsilon \varepsilon_0 A \frac{d}{dt} \left(\frac{1}{D(t)} \right) \quad (2.13)$$

Connaissant la distance de vibration $D(t)$ et la valeur du courant i , la différence de potentiel U est donnée par :

$$U = \frac{i}{\varepsilon \varepsilon_0 \frac{d}{dt} \left(\frac{1}{D(t)} \right)} \quad (2.14)$$

Si la sonde est connectée à la masse de sorte que son potentiel soit nul, la tension U devient égale au potentiel à la surface sous test.

De manière similaire, la sonde capacitive vibrante peut être utilisée pour la mesure du potentiel de surface en utilisant la méthode d'annulation du courant [49]. Cette méthode consiste à appliquer une tension externe sur la sonde ajustable jusqu'au moment où le potentiel de la sonde soit égale à celui de la surface chargée, chose qui entraîne l'annulation du champ et ainsi le courant induit i . A ce moment, le potentiel de la sonde est égal au potentiel de la surface chargée.

2.5. Moulin à champ

On désigne par « moulin à champ » un capteur capacitif à induction dont la variation de la capacité entre la sonde et la surface est obtenue par mouvement mécanique, généralement rotatif [47, 50-51]. La Figure 2.7 montre le principe de fonctionnement d'un moulin à champ. Il est constitué de deux plaques métalliques, une mise à la masse et qui effectue le mouvement de rotation, servant comme vanne au passage du champ, et la seconde fixe, constitue l'élément sensible, et reliée à un ampèremètre. Lorsque la plaque métallique, appelée hacheur, se met en mouvement le champ incident sur la surface sensible entraîne un courant induit :

$$i = \frac{dQ}{dt} = \frac{d}{dt}(\sigma_s A) \quad (2.15)$$

avec A la surface de l'élément sensible couverte par le champ, $\sigma_s = \varepsilon \cdot E$ étant la densité de charge à la surface de l'élément sensible. Puisque le champ incident E est stationnaire, le courant induit est dû à la variation de la surface A :

$$i = \varepsilon \cdot E \cdot \frac{dA}{dt} \quad (2.16)$$

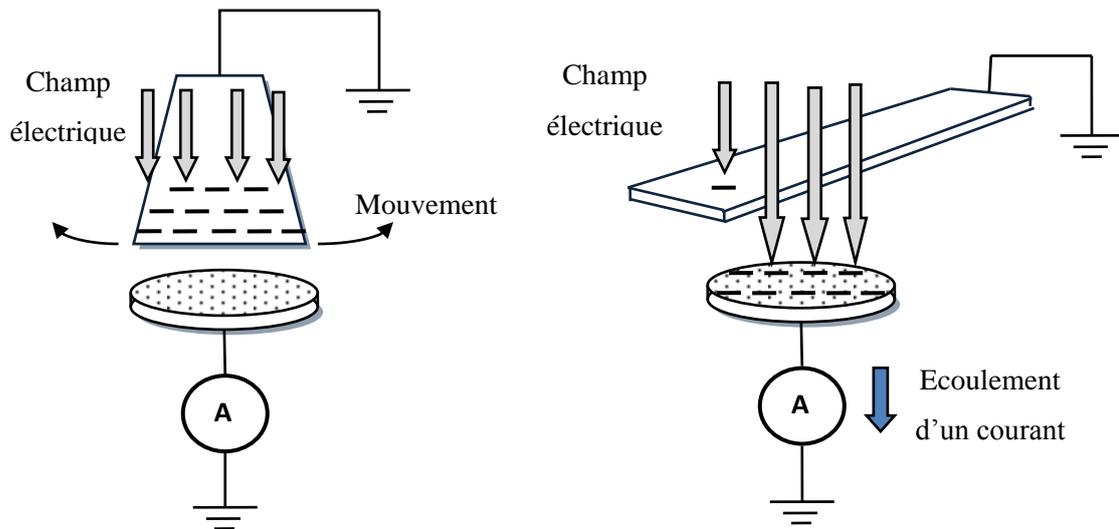


Figure 2.7. Principe de fonctionnement du moulin à champ

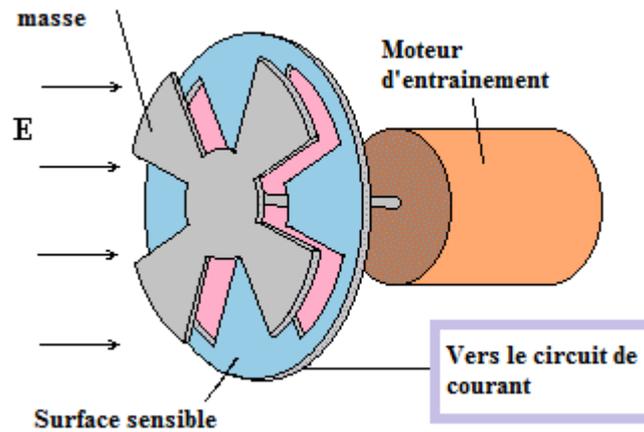


Figure 2.8. Constitution pratique d'un moulin à champ, et en dessous son image réelle

En pratique, l'hacheur et l'élément sensible possèdent une forme d'hélice et le mouvement de l'hacheur est réalisé pratiquement par un moteur d'entraînement (Figure 2.8). Ce système de rotation limite, cependant, le temps de réponse de l'instrument.

2.6. Voltmètre électrostatique

Le voltmètre électrostatique, nommé aussi « voltmètre sans contact », utilisant une boucle de retour d'annulation du champ, est un instrument versatile en électrostatique appliquée [50-51]. Ce voltmètre a été largement utilisé pour la caractérisation des isolants chargés [2-3, 8, 52-53]. Il peut être basé sur une sonde capacitive, comme nous l'avons déjà mentionné dans le paragraphe (*c.f.* §.2.3), ou sur un moulin à champ [49-51, 54-56]. La figure 2.9 montre le principe de fonctionnement d'un voltmètre électrostatique avec système suiveur (asservi).

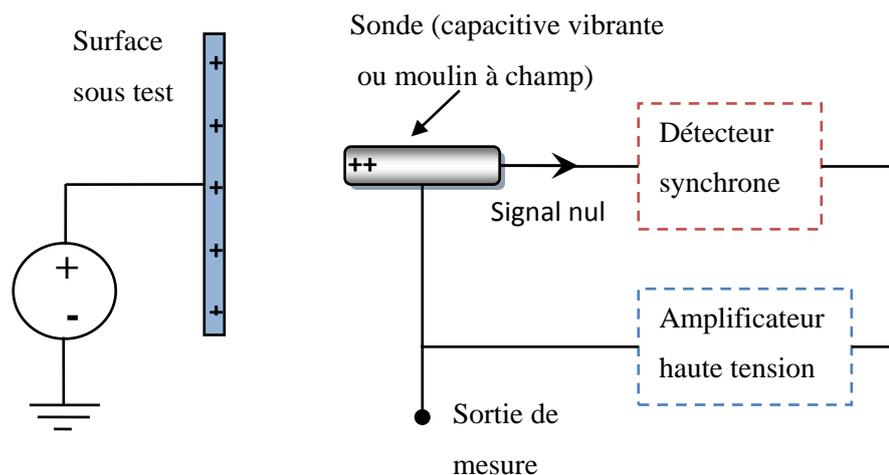


Figure 2.9. Principe du voltmètre électrostatique

Lorsqu'une surface chargée est exposée à la sonde, qu'elle soit capacitive ou moulin à champ, cette dernière délivre un courant induit vers un circuit qui le détecte et l'amplifie. La sortie de l'amplificateur est connectée à la sonde, formant ainsi une boucle à retour négatif. Le signal fourni par la sonde est détecté, amplifié et retourné à la sonde jusqu'à son quasi annulation. L'annulation du signal implique l'égalité des tensions, de la sonde et de la surface chargée, et de ce fait le champ incident sur la sonde est nul. En conditions d'équilibre, le signal de la sonde approche zéro, l'amplificateur fournit une tension à la sonde égale à celle sur la surface chargée. Le signal est d'autant plus petit que le gain de l'amplificateur est grand. Les limites du voltmètre sont dues à la saturation de l'amplificateur haute tension.

2.7. Technique de mesure du potentiel de surface

Durant les années 70 de nombreux travaux de mesure et caractérisation des matériaux isolants ont été réalisés grâce aux sondes électrostatiques, notamment celles utilisant la méthode d'annulation du champ [57].

Cependant, la difficulté d'interprétation des phénomènes observés, à partir d'une simple mesure du potentiel de surface, tel que l'énigmatique « cross- over », l'injection, la polarisation et la conduction surfacique, et d'autre part, la liaison entre les charges d'espace et le phénomène de vieillissement, ont permis l'émergence, durant les années 80, de nouvelles techniques de mesure de la charge à l'intérieur du volume de l'isolant [18, 57]. Ces techniques, dites perturbatrices, consistent à *perturber* les charges dans le volume de l'isolant, par un signal électrique ou à travers une onde thermique, et d'en mesurer les conséquences qui peuvent être une onde acoustique ou un potentiel de surface [10]. Ces techniques sont cependant très coûteuses, difficiles à mettre en œuvre et limitées aux échantillons relativement épais [58]. Souvent en pratique, la mesure des grandeurs surfaciques est suffisante à la caractérisation et au jugement des propriétés diélectriques des matériaux isolants. Par conséquent, la caractérisation des matériaux isolants par mesure du potentiel ou de la charge de surface occupe encore une place importante dans l'électrostatique appliquée en raison de sa simplicité et de son faible coût [1-3, 8, 46, 52-53, 58-60].

Le principe de la technique de mesure de Déclin de Potentiel de Surface (DPS) consiste à déposer une charge électrique à la surface de l'isolant, en le soumettant à une décharge couronne, à un faisceau d'électrons ou simplement à un frottement, puis par le biais d'une sonde, utilisant l'annulation du champ, on mesure l'évolution du potentiel dans le temps en un point, ou tout au long de la surface [57]. Les mesures sont effectuées dans des conditions proches de celles de fonctionnement du matériau. La figure 2.10 montre le schéma de principe de l'installation de mesure de déclin de potentiel de surface.

La figure 2.11 montre des courbes de déclin de potentiel à la surface d'un film de polyéthylène téréphtalate – PET d'épaisseur 0.5 mm chargé à trois niveaux de tension. Pour le cas des films, on remarque que le taux de déclin est d'autant plus important que le niveau de chargement est élevé. De ce fait, les courbes de -1500V et -1800V se chevauchent et traduisent ce qui est appelé le « cross- over ». Ce phénomène, largement discuté dans la littérature [61-66], est expliqué par l'existence d'un phénomène d'injection à la surface de l'isolant suite à l'augmentation du potentiel de chargement.

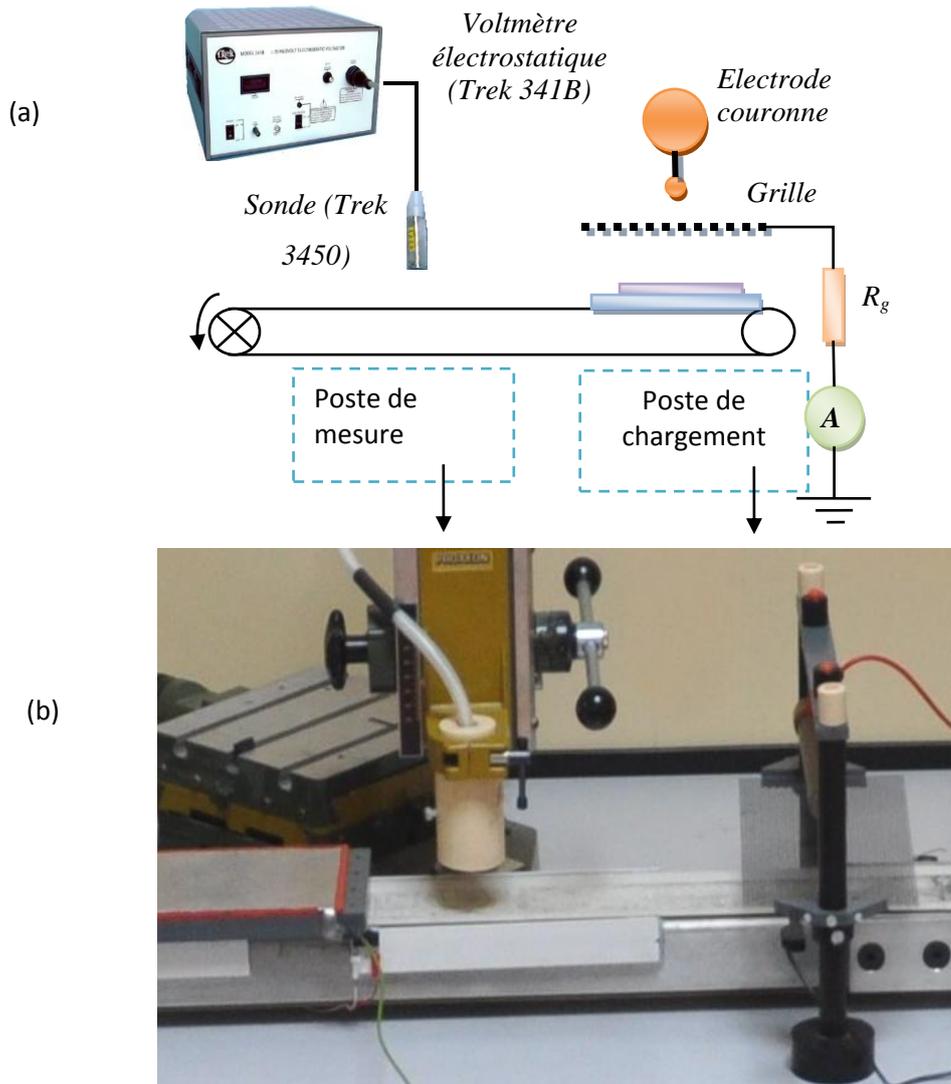


Figure 2.10. Schéma de principe de la mesure du potentiel de surface (a), et partie du montage pratique (b).

2.7.1. Mécanismes de déclin

La vitesse du processus de déclin est liée à différents facteurs tels que les propriétés électriques du matériau, ces dimensions, conditions ambiantes, processus de chargement (triboélectricité ou décharge couronne), niveau de chargement, temps de chargements...etc.

Un des problèmes rencontré avec les résultats obtenus est la détermination des mécanismes responsable du déclin du potentiel, ce qui constitue alors un point faible de la technique de DPS.

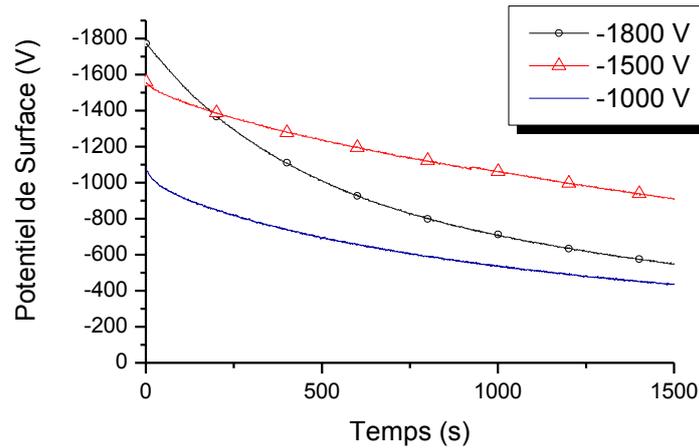


Figure 2.11. Courbes de déclin de potentiel à la surface d'un film de PET d'épaisseur 1mm, pour trois niveaux de tension de chargement -1000V, -1500V, -1800V.

Plusieurs mécanismes peuvent exister et causent la dissipation des charges à la surface de l'isolant. Dans la littérature on reporte principalement l'existence de quatre phénomènes derrière le déclin : injection, polarisation, conduction surfacique, neutralisation atmosphérique [6, 57, 67]. La figure 2.12 schématise les mécanismes possibles qui peuvent exister [57, 68]. Ces mécanismes peuvent coexister simultanément mais avec différentes proportions :

La polarisation interne : lorsque le matériau est chargé les molécules internes réagissent en s'orientant dans la direction du champ appliqué, constituant ainsi un dipôle électrique (voir Chap. I). Suite à la polarisation, les charges de signes contraires à ceux sur la surface mènent à la diminution du potentiel de surface (fig.2.12). Ce phénomène n'est important que dans le cas des matériaux polaires, comme la résine époxy [67]. Il peut être négligé dans le cas des matériaux non polaires. Par ailleurs, à cause de la résistivité finie de l'isolant, les charges peuvent être conduites dans le volume de celui-ci.

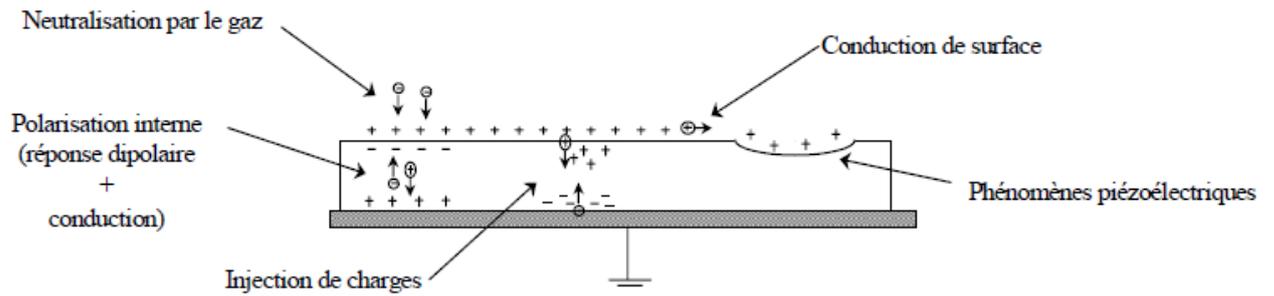


Figure 2.12. Différents mécanismes possible pour expliquer le déclin de potentiel [68] :

Injection de charge : L'injection c'est le phénomène de passage des charges extérieures dans le volume de l'isolant en franchissant la barrière de potentiel à la surface. La barrière de potentiel s'établit lors du contact de deux matériaux différents (air- isolant, métal- isolant. etc.). Soit le modèle simple issue des bandes d'énergie du contact air –isolant (fig.2.13). Le modèle le plus simple de l'isolant qui découle de la théorie de bandes, est un modèle avec une couche de surface où la densité de pièges est différente de celle du volume. Les impuretés, les terminaisons de chaînes moléculaires, l'oxydation de la surface provoquent l'existence de pièges de surface (fig.2.13.a).

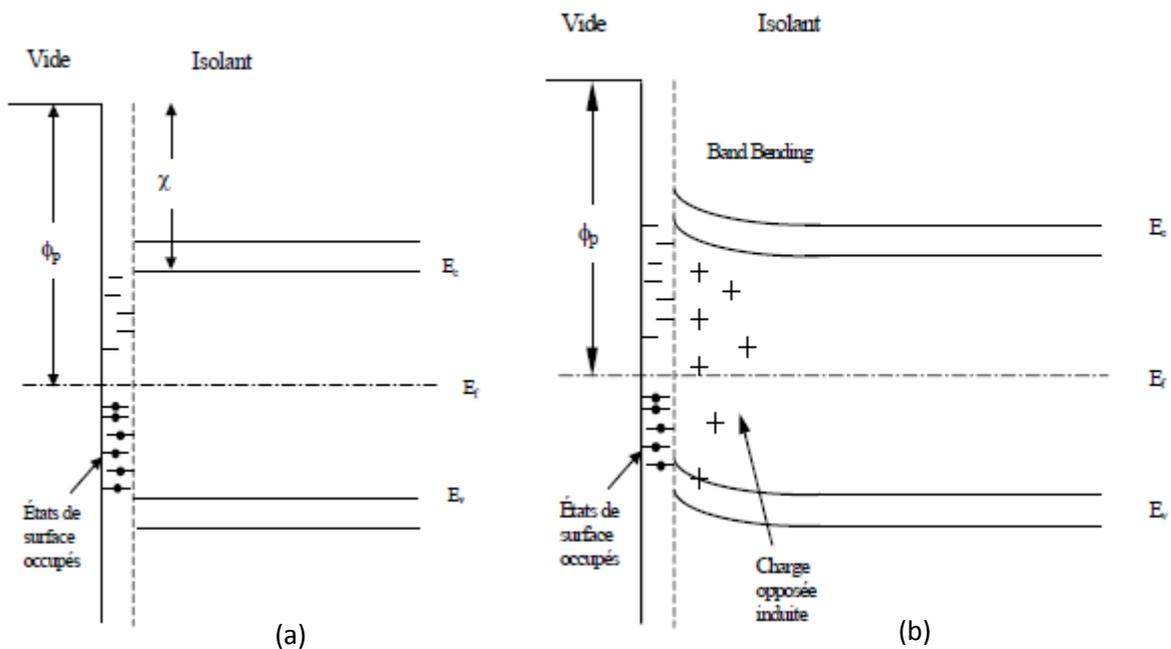


Figure 2.13. Modèle simplifié de bandes d'énergie à la surface de l'isolant

L'équilibre thermodynamique exige l'équilibre des niveaux de Fermi des deux matériaux en contacts. Ceci se traduit par un transfert de charges du niveau élevé au niveau bas. Avec l'existence de pièges à la surface il se forme une charge d'espace dans cette région donnant lieu à un potentiel électrostatique dans le matériau. Dans ce cas, la réaction du matériau entraîne une zone de charge de signe opposé. Le résultat de cette situation est que l'énergie est réorganisée et les bandes de valence et de conduction se courbent dans cette région, c'est le "band bending" représenté sur la figure 2.13.b.

Deux grandes théories sont souvent utilisées pour décrire le phénomène d'injection : l'effet Schottky et l'effet Fowler-Nordheim [35-36]. L'injection Schottky ou l'injection assistée thermiquement se produit sous l'effet combiné de la température et du champ électrique appliqué. L'effet tunnel ou effet Fowler-Nordheim est dû aux conséquences de la mécanique quantique. Un électron peut atteindre une position sans surmonter la barrière de potentiel qui le sépare. Il a une certaine probabilité de présence de l'autre côté de la barrière de potentiel comme une onde plus ou moins amortie en fonction de l'épaisseur de la barrière.

Pour le cas des charges surfaciques, l'injection peut apparaître sur les deux faces de l'échantillon [69] et dépend des caractéristiques des interfaces et du champ appliqué.

L'injection des charges peut se mettre en évidence dans le cas de la mesure de déclin de potentiel de surface principalement par :

- Mesure de déclin en double polarité : Pour le même niveau du potentiel initial V_0 , une dissymétrie des courbes est observé si l'injection prédomine.
- Apparition du cross-over

Facteurs d'activation de l'injection

L'injection de charge ne s'établit que lorsque la valeur du champ est assez importante. En effet, la mesure de la distribution des charges dans le volume de l'isolant par des méthode de perturbation [10, 70] indique une valeur de seuil de 25kV/mm [69] comme valeur minimale à l'injection de charge dans le volume de l'isolant. D'autre part, le processus de chargement par décharge couronne semble jouer un rôle important dans le processus de déclin. *Baum* [65, 71] avait montré le rôle des photons et des espèces neutres excitées, générés par la décharge couronne, dans l'injection de charge en polarité négative dans le cas du polyéthylène. Ce rôle d'accélérateur de l'injection de la décharge couronne s'observe également lorsque des films

de PET sont chargés par frottement et par décharge couronne [72]. La figure 2.14 montre les courbes de déclin du potentiel à la surface des films de PET chargés par frottement contre des tissus de laine. Aucun phénomène de « cross-over » n'est observé, ce qui peut être justifié par l'absence de l'influence de la décharge couronne sur l'injection de charges. On note cependant que le chargement par frottement contre des tissus de laine diminue considérablement la conduction surfacique, ce qui peut encore expliquer le résultat observé.

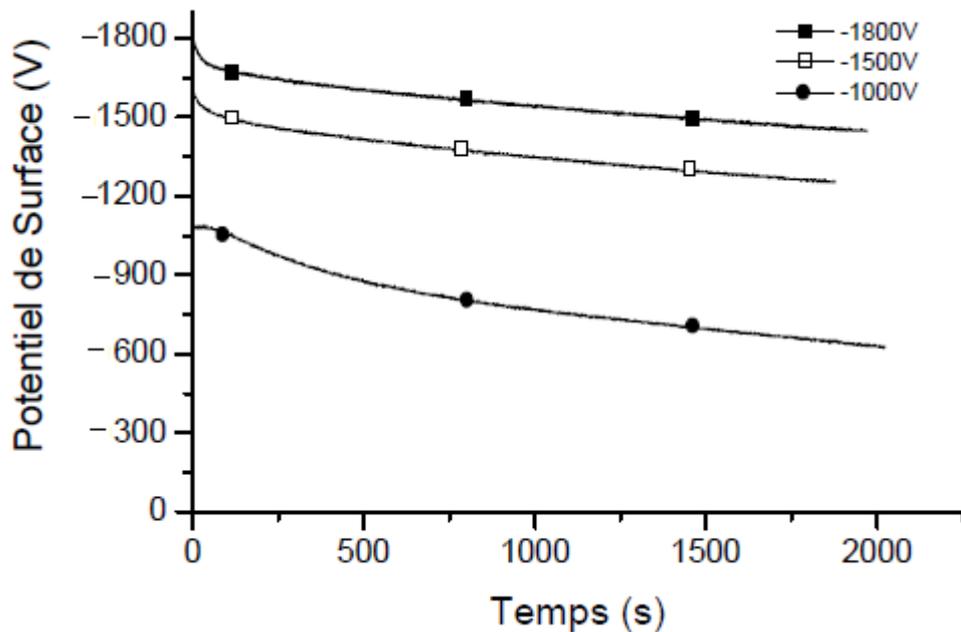


Figure 2.14. Courbes de déclin du potentiel à la surface des Films de PET d'épaisseur 1mm chargés par frottement [72].

Conduction surfacique : Les propriétés conductrices de la surface ont été souvent étudiées. On décrit deux modes de conduction sur la surface. Un mode "extrinsèque" où la conduction s'effectue sur une mince couche déposée sur la surface du matériau, ce qui est très souvent le cas lorsqu'une couche d'eau se forme [57, 73]. Dans ce cas, ce sont les propriétés de cette couche et la valeur du champ tangentiel à la surface qui déterminent le courant. Les mécanismes de saut entre pièges énergétiques sont aussi possibles le long de la surface et suivent les mêmes principes que dans le volume, c'est à dire l'activation thermique et l'activation par champ électrique. Si la surface a été vieillie, par exemple par traitement corona, la quantité de pièges pour les porteurs de charge et leur proximité augmente,

notamment grâce à la déposition avec la décharge couronne de nodules d'eau sur la surface, tout cela donnant lieu à une conduction accrue. Si la conduction de surface devient prédominante, la courbe de décharge se rapproche de l'exponentielle. La présence de la conduction surfacique peut être décelée par une mesure cartographique de la distribution du potentiel à la surface afin de vérifier l'étalement latéral des charges suite à la conduction [58, 74-75]. Généralement, la conduction surfacique ne prend place qu'à partir d'une certaine épaisseur de l'isolant [57].

Neutralisation atmosphérique : à l'air ambiant ce mécanisme est négligeable, puisque les échantillons de polymère peuvent acquérir et conserver la charge à leurs surfaces pendant plusieurs jours. Ce mécanisme n'existe alors que sous des conditions particulières.

2.7.2. Outils d'analyse des courbes de déclin

Les courbes de déclin en tant que telles ne donnent qu'une simple idée sur la caractéristique de transport des charges par l'isolant. Un traitement et analyse appropriés des courbes est nécessaire afin d'en extraire les informations relative aux mécanismes physiques responsables du déclin.

Représentation V/V_0 : la représentation des courbes relativisées (normalisées) $V(t)/V_0$ permet de juger la dépendance du déclin de la valeur de champ suite à la variation du potentiel initial V_0 . Des courbes superposées $V(t)/V_0$, effectuées à différentes valeurs de V_0 , traduisent une relation linéaire en fonction du champ, notamment lors d'un changement de polarité. Dans ce cas il est possible que la polarisation dipolaire ou la conduction intrinsèque soit la cause de déclin.

Représentation $\log(dv/dt)=f(\log(t))$: Arkhipov [6, 68], en supposant une forme exponentielle de la distribution de pièges, il a montré que le déclin de potentiel en représentation $\log(dV/dt)=f(\log t)$ présentait deux asymptotes de pentes différentes, qui se croisaient à une valeur représentant le temps de transit moyen (fig.2.15). Le taux de déclin (dV/dt) est un moyen commode de mettre en évidence la nature de la conduction, et notamment de déterminer le temps de transit t_T du paquet de charge transféré en volume [76]. Ce temps correspond en effet à un changement de pente sur l'évolution du taux de déclin en fonction du temps comme présenté sur la figure 2.15.

Molinié [67] avait montré que si la représentation $\log(dv/dt)=f(\log(t))$ était une droite alors le phénomène de polarisation est prédominant.

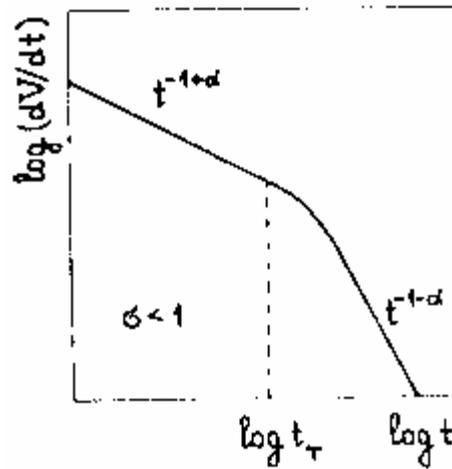


Figure 2.15. Représentation $\log(dv/dt)=f(\log(t))$, phénomène d'injection dans le volume

Représentation $t dv/dt$: cette représentation proposée au début par Watson [14, 77], puis reprise par Llovera et Molinié [58, 73] permet la séparation des différentes composantes de la réponse. La représentation des courbes brutes $V(t)$ par la transformation $t.dV/dt$ se traduit par l'apparition de pics à des instants caractéristiques. La figure 2.16 montre les courbes de déclin brutes $V(t)$ et la représentation $t.dV/dt$ correspondante. Chaque pic, qu'il soit au début, au milieu ou à la fin de la courbe, traduit un mécanisme donné [58, 73].

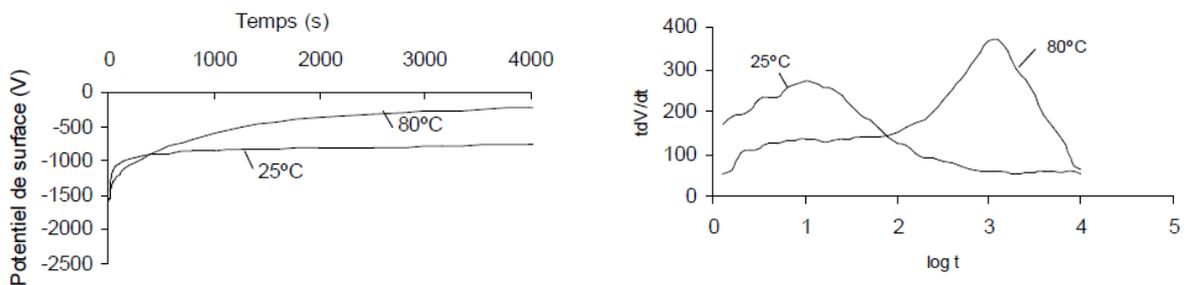


Figure 2.16. Représentation $V(t)$ et $t dV/dt=f(\log t)$ (2 films différents de polypropylène chargés par corona $V_0=-2000V$)[58]

Chargement en double polarité : le chargement en double polarité mais au même niveau, peut renseigner sur l'injection de charges. La représentation des courbes relativisées $V(t)/V_0$, pour les deux polarités permet de juger la dominance de l'injection si les courbes présentent une asymétrie.

Une méthodologie de traitement des résultats est présentée en détails dans [68].

2.8. Modélisation du déclin dans l'hypothèse de la conduction volumique

Pour tenter d'expliquer et d'exploiter les courbes de déclin de potentiel dans chaque situation de mesure, les chercheurs ont développé beaucoup de modèles théoriques partant du fait que l'évacuation des charges peut être effectuée à travers la surface et/ou le volume du matériau. Cependant, la majorité des modèles ont été développés en supposant la dominance du transport des charges à travers le volume via l'injection à la surface [30-31, 61-64, 78-80]. Par contre peu de modèles traitent la conduction surfacique et la polarisation où les travaux les plus remarquables dans ce cas sont les travaux de Crisci [74] et Molinié [67] respectivement.

Nous présentons dans ce qui suit les équations nécessaires à la description de l'écoulement des charges à travers le volume de l'isolant en supposant une structure en film.

2.8.1. Evolution des charges volumiques

La mesure du potentiel de surface en circuit ouvert implique un courant nul et permet d'écrire dans la zone chargée:

$$\varepsilon \frac{\partial E}{\partial t} = -\mu \rho E \quad (2.17)$$

Sachant que la densité des charges libres est donnée par :

$$\rho = \varepsilon \frac{\partial E}{\partial x} - \rho_i \quad (2.18)$$

Il vient alors que

$$\frac{\partial E}{\partial t} + \mu E \frac{\partial E}{\partial x} - \frac{\mu}{\varepsilon} E \rho_i = 0 \quad (2.19)$$

où ρ_i : est la densité des charges piégées dont la dynamique est exprimée par l'équation différentielle :

$$\frac{\partial \rho_t}{\partial t} = \frac{\rho}{\tau_n} - \frac{\rho_t}{\tau_f} \quad (2.20)$$

où τ_n et τ_f respectivement constantes de piègeage et de dé-piégeage.

En substituant (2.18) on obtient :

$$\frac{\partial \rho_t}{\partial t} + \left(\frac{1}{\tau_n} + \frac{1}{\tau_f} \right) \rho_t = \frac{\varepsilon}{\tau_n} \frac{\partial E}{\partial x} \quad (2.21)$$

La solution du système d'équations (2.20) et (2.21) décrit l'évolution des charges à l'intérieur de l'isolant. La tension aux bornes de l'isolant est obtenue par l'intégrale $V_s = -\int_0^d E dx$.

Pour pouvoir résoudre l'équation (2.20) nous devons obtenir d'abord la solution de (2.21) donnant la quantité des charges piégées. Considérons la forme implicite de l'équation différentielle on peut la discrétiser pour obtenir :

$$\rho_t = \frac{1}{C_t} \left(\frac{\varepsilon}{\tau_n} \frac{\partial E}{\partial x} + \frac{\rho_t^0}{\Delta t} \right) \quad (2.22)$$

avec $C_t = \frac{1}{\Delta t} + \frac{1}{\tau_n} + \frac{1}{\tau_f}$

ρ_t^0 : Densité des charges piégées à l'instant $t-\Delta t$.

Remplaçant (2.22) dans (2.21) on aura une équation dont le seul inconnu est le champ électrique:

$$\frac{\partial E}{\partial t} + \left(1 - \frac{C_e}{\tau_n}\right) \mu E \frac{\partial E}{\partial x} - \frac{C_e}{\varepsilon \Delta t} \mu E \rho_t^0 = 0 \quad (2.23)$$

avec : $C_e = \frac{1}{\frac{1}{\Delta t} + C_t}$

Supposons que la mobilité est constante, deux approches existent pour le traitement de l'équation (2.23) : une solution directe donnant le champ électrique, ou par intégration directe ce qui nous donne la dérivée de la tension.

2.8.2. Distribution du champ

La distribution du champ est fonction de la progression des charges à l'intérieure de l'isolant. Avant le temps de transit l'isolant est séparé en deux régions : une région contenant des charges et une région dépourvue de charges. Dans la première zone le champ est donné

par la solution de l'équation (2.23) tandis qu'il est égale à V_0/d (V_0 tension de chargement, d épaisseur) dans le reste de l'échantillon. Après le temps de transite le champ devient complètement régie par l'équation (2.23).

La solution analytique de (2.23) est possible uniquement si on considère que la mobilité est une grandeur constante. Dans ce cas, la méthode de séparation des variables permet d'obtenir la solution comme suit :

$$E(x,t) = \frac{x+A}{\frac{k_1}{k_2 \rho_i^0} + B \exp(-k_2 \rho_i^0 t)} \quad (2.24)$$

avec :

$$k_1 = \left(1 - \frac{C_e}{\tau_n}\right) \mu \quad \text{et} \quad k_2 = \frac{C_e}{\varepsilon \Delta t} \mu.$$

A et B étant des constantes d'intégration déterminées à partir des conditions initiales.

Souvent le dépôt de charge se fait sur un isolant dépourvu de toute charge résiduelle. De ce fait on peut supposer que $\rho_i^0(0) = 0$ et ainsi les constantes d'intégration A et B sont indépendantes de la charge piégée.

On sait que $E(0,0) = V_0/d$ d'où on obtient $\frac{A}{B} = \frac{V_0}{d}$, d'autre part on a $\left. \frac{\partial E}{\partial x} \right|_0 = \frac{\rho(0,0)}{\varepsilon}$, avec

$\rho(0,0)$ est la première quantité de charge injectée dans le matériau déterminée par la loi

d'injection (voir ci-dessous). Cette dernière condition donne $B = \frac{\varepsilon}{\rho_{inj}(0)}$ d'où $A = \frac{\varepsilon V_0}{d \rho_{inj}(0)}$.

La tension aux bornes de l'échantillon est évaluée par l'intégration du champ le long de l'épaisseur en considérant la distribution du champ avant et après le temps de transite.

$$V_s = \int_0^{z_f} E(x) dx + \int_{z_f}^d \frac{V_0}{d} dx \quad \text{Si } t < t_f \quad (2.25)$$

$$V_s = \int_0^d E(x) dx \quad \text{Si } t > t_f \quad (2.26)$$

Z_f étant la distance de front à partir de la surface d'injection égale pour une vitesse $vt = \mu \frac{V_0}{d}$

et à l'instant t à $Z_f = \mu \frac{V_0}{d} t$. Il vient alors que le temps nécessaire au transit des charges le

long de l'épaisseur d est égale $t_f = \frac{d^2}{\mu V_0}$.

2.8.3. Taux de déclin à mobilité constante

L'intégration de l'équation (2.23) le long de l'épaisseur permet l'obtention du taux de variation du potentiel. Cette approche a été utilisée précédemment mais sans considération du phénomène de piégeage [30]. Dans le cadre d'une mobilité constante, en intégrant

directement l'équation (2.23) le long de l'épaisseur et sachant que $V_s = -\int_0^d E dx$ nous

obtenons :

$$\frac{dV_s}{dt} = \frac{k_1}{2} (E_d^2 - E_0^2) - k_2 \int_0^d \rho_t^0 E dx \quad (2.27)$$

avec $k_1 = \left(1 - \frac{C_e}{\tau_n}\right) \mu$, et $k_2 = \frac{\mu C_e}{\varepsilon \Delta t}$

Le problème est dans ce cas réduit à l'évaluation de l'intégrale $\int_0^d \rho_t^0 E dx$. Von Berlepsch [64]

pour évaluer cette intégrale prend les limites supérieures et inférieures correspondant respectivement à la disparition complète et chevauchée des fonctions ρ et ρ_t . Nous proposons ci-dessous une approche pour l'évaluation de l'intégrale.

L'équation de poisson permet d'écrire :

$\varepsilon (E(x) - E_0) = \int_0^x \rho(x) dx + \int_0^x \rho_t(x) dx = q(x) + q_t(x)$, donc $\rho_t^0(x) dx = dq_t(x)$. De là l'intégrale

devient : $\int_0^d \rho_t^0 E dx = \int_0^d \left(\frac{1}{\varepsilon} (q + q_t) + E_0 \right) dq_t$

La densité des charges libres q peut être obtenue à partir de la dynamique de piégeage (2.20) où on a :

$$q = \tau_n \frac{dq_t}{dt} + \frac{\tau_n}{\tau_f} q_t \quad (2.28)$$

En substituant dans la relation ci-dessus $\int_0^d \rho_t^0 E dx = \frac{1}{\varepsilon} \left[\int_0^{Q_t} \left(1 + \frac{\tau_n}{\tau_f} \right) q_t dq_t + \int_0^{Q_t} \tau_n \frac{dq_t}{dt} dq_t \right] + E_0 Q_t$

Par interversion de l'intégrale et la dérivée dans le second terme et en effectuant l'intégration on obtient :

$$\frac{1}{\varepsilon} \left[\left(1 + \frac{\tau_n}{\tau_f} \right) \frac{Q_t^2}{2} + \frac{\tau_n}{2} \frac{dQ_t^2}{dt} \right] + E_0 Q_t = \frac{1}{\varepsilon} \left[\left(1 + \frac{\tau_n}{\tau_f} \right) \frac{Q_t^2}{2} + \tau_n Q_t \frac{dQ_t}{dt} \right] + E_0 Q_t \quad (2.29)$$

Avec Q_t représente la somme des charges piégées $Q_t = \int_0^d q_t dx$. L'intégration de l'équation

(2.21) de 0 à x donne $\frac{dq_t}{dt} = \frac{\varepsilon}{\tau_n} (E(x) - E_0) - \left(\frac{1}{\tau_n} + \frac{1}{\tau_f} \right) q_t$, puis intégrons de nouveau le long de

l'épaisseur on aura :

$$\frac{dQ_t}{dt} = -\frac{\varepsilon}{\tau_n} (V_s + E_0 d) - \left(\frac{1}{\tau_n} + \frac{1}{\tau_f} \right) Q_t \quad (2.30)$$

Substituant la dérivée dans le temps de Q_t dans l'équation (2.29) on obtient finalement :

$$\int_0^d \rho_t^0 E dx = -Q_t V_s + (1-d) Q_t E_0 - \left(1 + \frac{\tau_n}{\tau_f} \right) \frac{Q_t^2}{2\varepsilon} \quad (2.31)$$

Par substitution de la valeur de l'intégrale dans l'équation (2.27) le taux de déclin de la tension devient:

$$\frac{dV_s}{dt} - k_2 Q_t V_s = \frac{k_1}{2} (E_d^2 - E_0^2) - k_2 (1-d) Q_t E_0 + \left(1 + \frac{\tau_n}{\tau_f} \right) k_2 \frac{Q_t^2}{2\varepsilon} \quad (2.32)$$

Supposons une forme implicite de l'équation différentielle, le potentiel de surface est égale à :

$$V_s(t) = \frac{1}{\left(\frac{1}{\Delta t} - k_2 Q_t \right)} \left[\frac{V_s^0}{\Delta t} + \frac{k_1}{2} (E_d^2 - E_0^2) - k_2 (1-d) Q_t E_0 + \left(1 + \frac{\tau_n}{\tau_f} \right) k_2 \frac{Q_t^2}{2\varepsilon} \right] \quad (2.33)$$

avec $k_1 = \left(1 - \frac{C_e}{\tau_n} \right) \mu$, et $k_2 = \frac{\mu C_e}{\varepsilon \Delta t}$.

Dans les mesures pratiques le potentiel de surface est prélevé pour chaque seconde ce qui nous permet de mettre le pas d'échantillonnage de temps $\Delta t = 1s$.

Après avoir établi l'expression de la tension nous constatons l'apparition de la valeur du champ à la face chargée E_0 et à la face mise à la terre (face arrière) E_d . Le problème devient

alors la détermination de la valeur de chacun des ces champs. Le champ à la face arrière (mise à la masse) est égale V_0/d avant le temps de transit. Par contre le champ à la face chargée est relié à la charge surfacique $E_s = \frac{\sigma_s}{\varepsilon}$.

2.8.4. Taux de déclin à mobilité dépendante du champ

La dépendance de la mobilité du champ électrique vient de la nature même du phénomène de transport. Dans les matériaux polymères le transport de charge est souvent décrit par un mécanisme de saut dans lequel les charges se déplacent d'un site à un autre au dessus des barrières de potentiel.

Dans plusieurs travaux la dépendance est souvent exprimée en relation de puissance [61, 63, 79-80]

$$\mu(E) = \mu_0 \frac{E^n}{E_0} \quad (2.34)$$

avec μ_0 la mobilité à faible valeurs de champ et correspondant à E_0 , l'exposant n étant de valeur supérieure à l'unité (>1).

Le phénomène de transport observé dans les polymères est bien décrit par le modèle Poole Frenkel

$$\mu = \mu_0 \exp\left(\frac{-(\phi_0 - \Delta\phi)}{K_b T}\right) \quad (2.35)$$

Ce modèle prend en considération l'activation thermique caractérisée par la profondeur du piège Φ_0 (0.9 – 1.2 eV). Les barrières de potentiel sont abaissées sous l'effet du champ

appliqué dont la variation est évaluée par : $\Delta\phi = \beta_{pf} E^{1/2}$ avec $\beta_{pf} = \left(\frac{e^3}{\pi\varepsilon}\right)^{1/2}$.

En prenant la relation de puissance $\mu = \mu_0 E^n$ et en l'injectant dans (2.23), après intégration on obtient :

$$\frac{dV_s}{dt} = \frac{k_1}{(n+2)} (E_d^{n+2} - E_0^{n+2}) - \frac{k_2}{(n+2) \left(1 - \frac{\tau_n}{\tau_f}\right)} \left[\tau_n \frac{dQ_i}{dt} + \left(1 - \frac{\tau_n}{\tau_f}\right) Q_i \right]^{(n+2)} \quad (2.36)$$

Avec :

$$\frac{dQ_t}{dt} = -\frac{\varepsilon}{\tau_n}(V_s - E_0d) - \left(\frac{1}{\tau_n} + \frac{1}{\tau_f}\right)Q_t \quad (2.37)$$

on obtient finalement :

$$\frac{dV_s}{dt} = \frac{k_1}{(n+2)}(E_d^{n+2} - E_0^{n+2}) - \frac{k_2}{(n+2)\left(1 - \frac{\tau_n}{\tau_f}\right)}[-\varepsilon(V_s + E_0d)]^{n+2} \quad (2.38)$$

2.8.5. Détermination de la charge injectée

Dans plusieurs modèles l'injection Schottky a été retenue comme un mécanisme le plus probable [30, 34]. La charge injectée dans ce cas peut être obtenue en égalisant le courant de conduction et d'injection à la surface :

$$\rho_{inj} = \frac{AT^2}{\mu E} \exp\left(\frac{-(\phi - \beta E^{1/2})}{KT}\right) \quad (2.37)$$

avec A constante de Richardson, K constante de Boltzmann, T la température, Φ barrière de

potentiel (e.V), $\beta = \sqrt{\frac{e^3}{4\pi\varepsilon_0\varepsilon_r}}$.

Coelho [62-63] de sa part propose la relation suivante pour le calcul de la charge injectée :

$$\frac{d\rho_{inj}}{dt} = f(E(0)) \quad (2.38)$$

où $E(0)$ est le champ à la surface. La fonction f représente un des mécanismes suscités.

Cependant quelque soit le mécanisme, le phénomène d'injection est non linéaire et dépendant de la charge surfacique. Dans ce cas nous pouvons décrire l'injection simplement par une loi de puissance abstraction faite du mécanisme en jeu et on peut écrire :

$$\rho_{inj} = \frac{\beta}{d} \sigma_s^\alpha \quad (2.39)$$

avec β représente la fraction injectée, d l'épaisseur de l'échantillon et α l'exposant décrivant le degré de non linéarité (vitesse d'injection). Il est possible également d'écrire cette relation en terme de champ électrique à la surface.

2.9. Déclin de potentiel à la surface des couches de granules

Nous présentons dans ce qui suit la mesure du déclin du potentiel de surface sur des matériaux granulaires ayant différentes caractéristiques diélectriques et granulométriques. Les mesures ont été effectuées moyennant le dispositif de la figure 2.10 avec l'objectif d'analyser l'effet de certains paramètres sur le taux de déclin. D'autres résultats et analyse des mécanismes de déclin de la charge à la surface des couches de granules sont présentés dans le chapitre III.

2.9.1. Influence de la nature du matériau

La figure 2.17 montre les courbes, brutes et relativisées, de déclin de potentiel à la surface des couches de granules de polyamide, polyéthylène et polycarbonate. Ces courbes traduisent la différence des taux de déclin due à la différence des caractéristiques physiques des matériaux. A première lecture, les matériaux se chargent à des niveaux différents, le polyéthylène est plus résistant que le polyamide et se rapproche du polycarbonate vue le faible taux de déclin (fig.2.17.b). La différence pour ces trois matériaux est due essentiellement à la différence des caractéristiques physiques, puisque leurs tailles granulométriques se rapprochent.

L'effet de la taille des grains peut être élucidé par les mesures effectuées sur l'Acrylonitrile Butadiène Styrène « ABS » montrées sur la figure 2.18. Le déclin se fait de manière relativement rapide du fait de la taille des grains et des caractéristiques physiques. Notons que plus les grains sont petits plus le comportement de la couche se rapproche de celui d'un film (fig.2.11).

Une des caractéristiques de la mesure du potentiel de surface sur des couches de granules est la non reproductibilité des courbes et ce du fait de la distribution des grains et la différence des niveaux de chargement dans chaque cas, à cause notamment des décharges partielles à la surface. Les trois mesures de potentiel de surface effectuées sur des couches d'ABS en fournissent un exemple (fig.2.18).

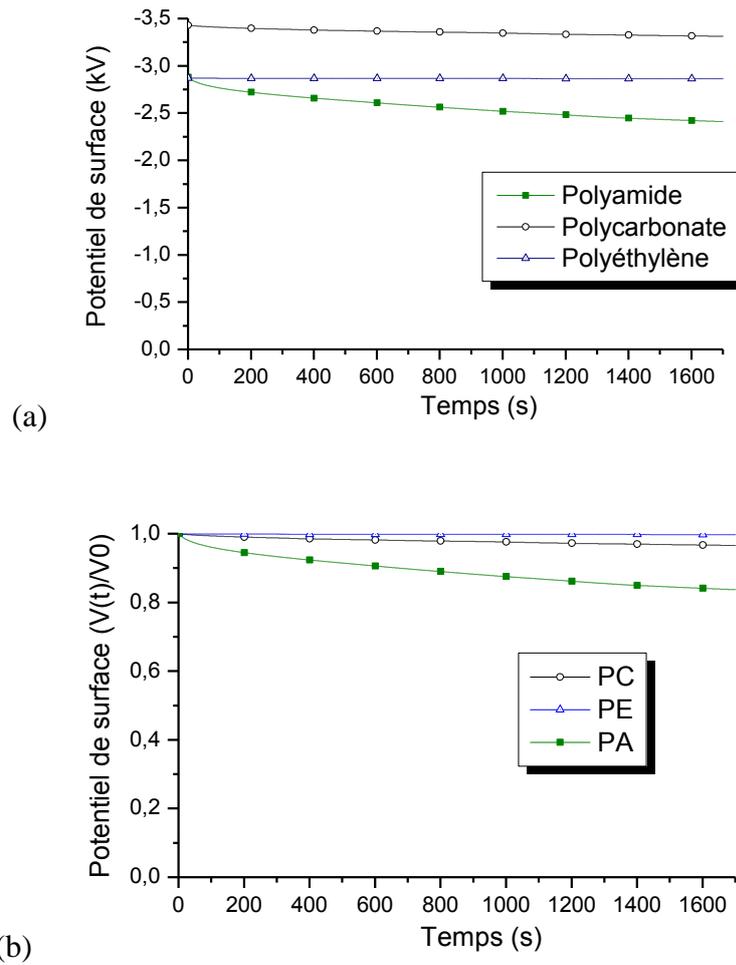


Figure 2.17. Déclin de potentiel de surface sur des couches de granules de polyamide, polyéthylène et polycarbonate. (a) courbes brutes, et (b) courbes relativisées V/V_0 .

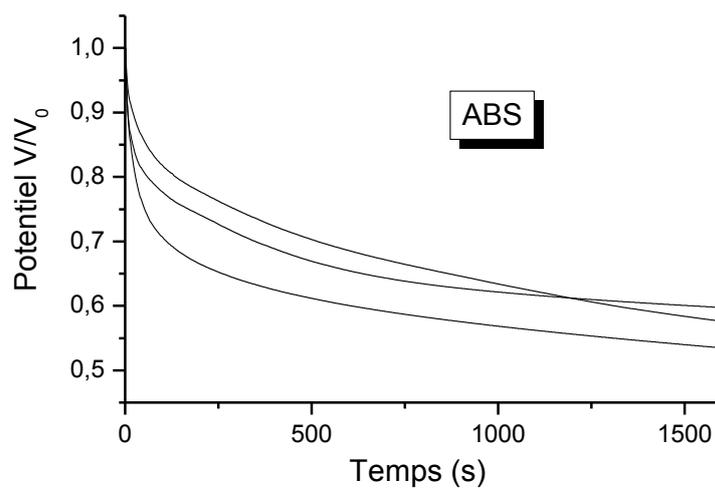


Figure 2.18. Trois de mesures de déclin de potentiel de surface sur des couches d'ABS

2.9.2. Influence de la polarité

Des mesures de DPS ont été effectuées sur des granules de polyéthylène chargés positivement et négativement. La figure 2.19 présente des résultats typiques de la mesure en double polarité. Ces résultats montrent qu'en moyenne le déclin en polarité positive se fait plus rapidement que celui en polarité négative. Cette différence est due à la nature des porteurs de charge générés lors de la décharge couronne. Cependant la différence est minime ce qui signifie que les deux polarités sont régies par des processus similaires, au moins dans les conditions des expériences présentées par la figure 2.19.

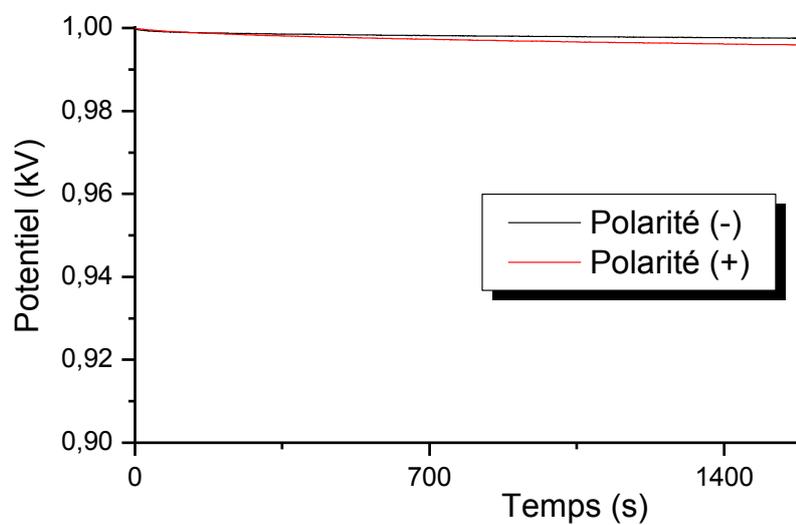


Figure 2.19. Déclin de potentiel de surface des couches de polyéthylène chargées positivement et négativement

2.9.3. Effet des nombres de couches

La figure 2.20 représente les courbes de déclin de potentiel, brutes et relativisées, dans le cas des mono- et double-couches de polyéthylène. Les couches doubles sont constituées d'une double quantité de grains déposés sur la même surface que pour le cas des monocouches. Ce résultat montre que les couches doubles acquièrent plus de charge et dont le déclin se fait relativement plus lentement par rapport aux monocouches.

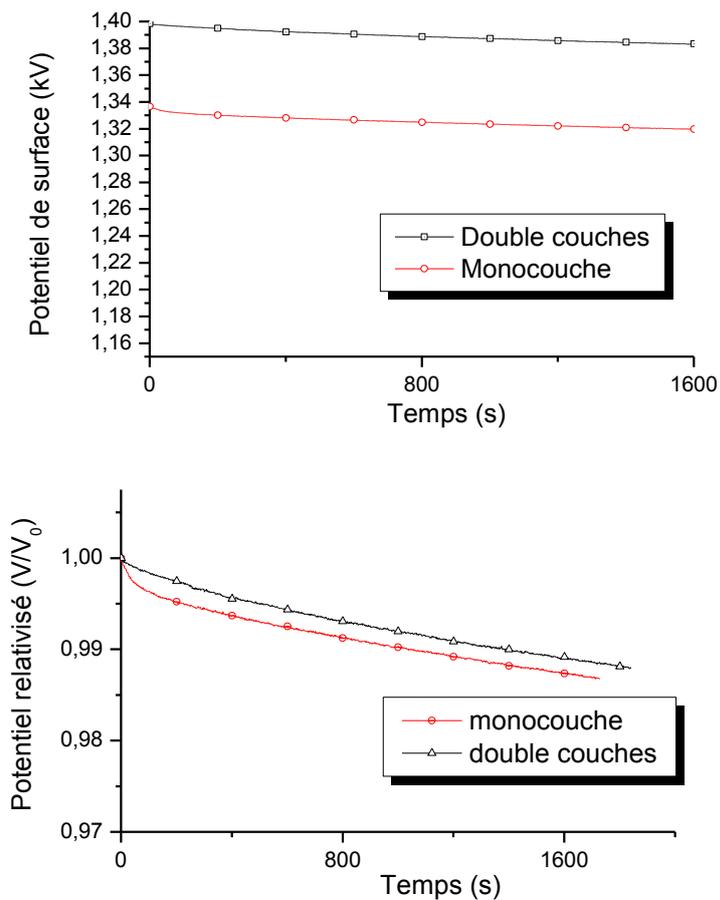


Figure 2.20. Déclin de potentiel pour le cas des mono et double couches.

Conclusion

Les mesures électrostatiques sont des outils très fiables et très convenables à l'analyse des processus impliquant des grandeurs surfaciques et invariables dans le temps. Le couplage électrostatique constitue la base des instruments de mesure du champ, de la charge et du potentiel. Les instruments utilisant la méthode d'annulation du champ permettent la mesure du champ ou du potentiel sans influencer la surface testée.

La mesure du déclin de potentiel de surface est une méthode simple pour la caractérisation de l'état de charge des isolants et à l'évaluation de leurs propriétés à travers les mécanismes d'évacuation de la charge surfacique. Les résultats brutes issues de cette technique donnent très peu d'information et il est alors nécessaire d'effectuer un traitement ultérieur afin d'en extraire les informations requises.

Le déclin de potentiel à la surface des couches de granules est tributaire de plusieurs paramètres. En plus des conditions environnantes, la vitesse de déclin peut être liée à la taille des grains, à leur forme, au nombre de couches...etc

Caractérisation des matériaux granulaires chargés par mesures électrostatiques sans contact

La caractérisation d'un matériau chargé est une démarche nécessaire à la connaissance de la réponse de ce matériau à une charge fixe ou faiblement variable dans le temps. De telles connaissances sont d'une importance capitale pour la conception et à l'optimisation des installations électrostatiques, aux études de l'élimination des charges, aux études de chargement des matériaux (les électrets)...etc. Dans toutes ces applications, l'objectif est d'évaluer convenablement la charge portée par le matériau et sa variation dans le temps. Simple est l'objectif, sa réalisation est plutôt difficile car, en coutume, la charge est estimée indirectement à travers la mesure du potentiel ou le champ, laquelle est plus accessible. En effet, la seule méthode utilisée pour la mesure directe de la charge est l'emploi d'un seau de Faraday. Or, cette technique est, parfois, difficile à mettre en œuvre, ou inadéquate, vue la nécessité du maniement du matériau chargé pour le mettre dans le seau, ce qui peut altérer la valeur de la charge et sa distribution [47]. On préfère, alors, l'utilisation notamment des sondes de potentiel, sans contact, pour estimer indirectement la charge ainsi que sa variation spatiotemporelle. Avec ces mesures indirectes le problème se pose de deux façons : d'une part, on s'intéresse à la charge, qui est la grandeur d'action exploitée, et non pas le potentiel. D'autre part, ces mesures indirectes du potentiel ou du champ traduisent-elles fidèlement les variations de la charge dans le temps et dans l'espace ?

A travers les travaux présentés dans ce chapitre, nous comparons les trois techniques de mesures, du potentiel, du champ et de la charge, par la mesure de leurs déclin. Les trois sondes utilisées sont propres à chaque méthode et diffèrent par leurs tailles et par leurs principes. Les mesures ont été réalisées sur quatre matériaux de différentes tailles granulométriques. Une interprétation est donnée aux résultats, en termes de mécanismes régissant le déclin de la charge dans le cas des couches de granules. La mesure de la distribution spatiotemporelle du potentiel est également présentée et sert d'argument pour l'interprétation des résultats.

3.1. Considérations théoriques

Avant de présenter les résultats expérimentaux, on montre à travers un simple modèle théorique, en assimilant la couche de granule à un film, que les sondes utilisées pour la mesure du potentiel, du champ et de la charge indiquent un taux de déclin différent. La figure 3.1 montre les trois sondes considérées et leurs dimensions. Le capteur de la charge confectionné au laboratoire est constitué d'une plaque métallique reliée à un électromètre fonctionnant en coulomb mètre. Ce capteur est de type capacitif, il représente une version plane du seau de Faraday, et permet la mesure de la charge à la surface de la couche de granules sans contact.

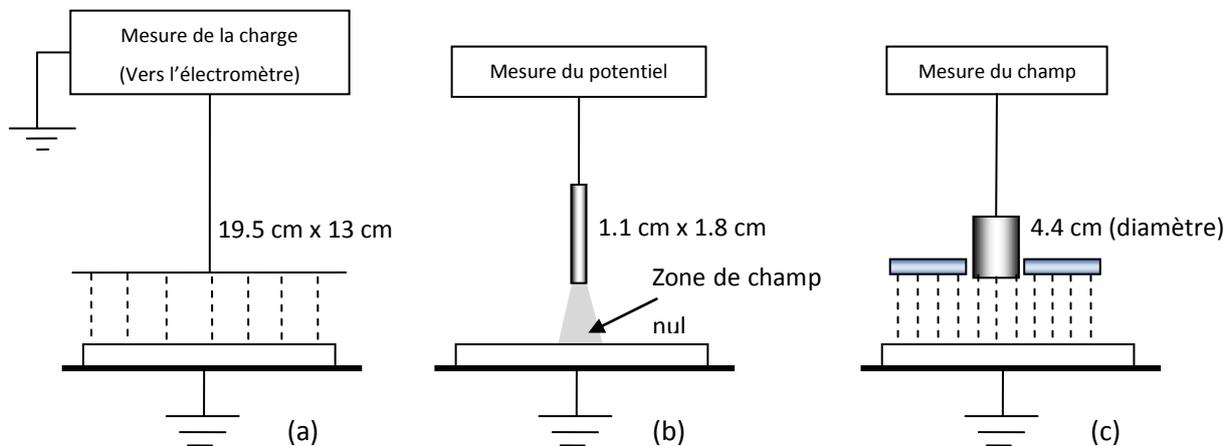


Figure 3.1. Sonde de mesure : (a) de la charge, (b) du potentiel et (c) du champ

Nous négligeons les effets de bords et nous considérons que la couche, d'épaisseur d , est un film de permittivité ϵ_d équivalente au mélange air-granule. Les sondes des trois instruments

peuvent être représentées par des plaques conductrices situées à une hauteur h au dessus de la surface de la couche (fig.3.2.a)

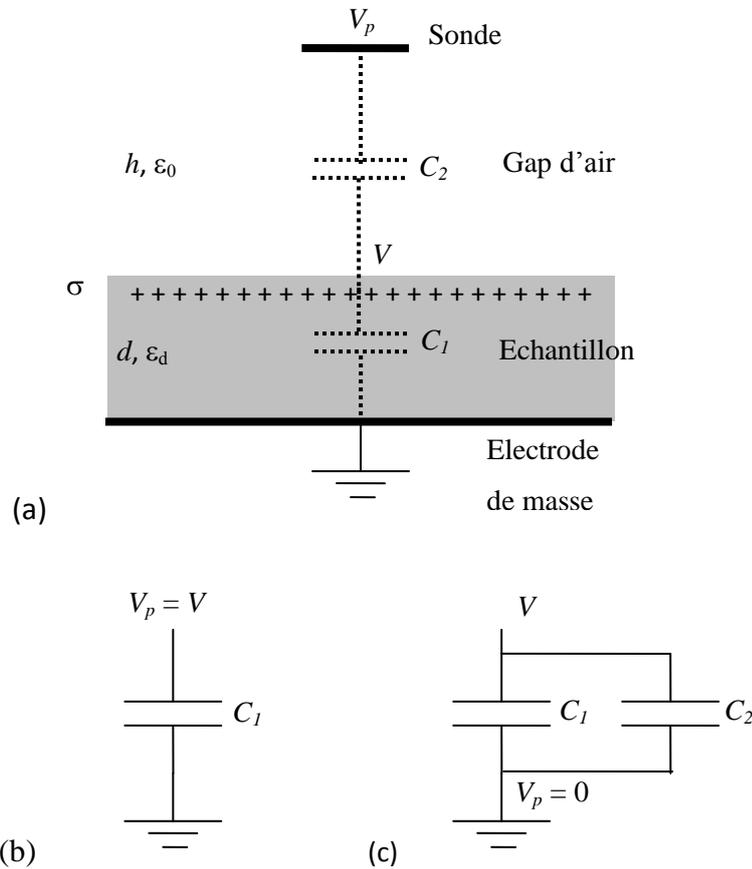


Figure 3.2. (a) Représentation simplifiée des sondes de mesure du potentiel et du champ électrique d'un échantillon en contact avec une électrode mise à la masse ; (b) circuit équivalent de la sonde de potentiel ; (c) circuit équivalent de la sonde de champ et de la charge.

Le potentiel V_p mesuré par la sonde de potentiel est contrôlé par le circuit électronique du voltmètre de telle sorte qu'il soit égal au potentiel de surface V ($V_p=V$, fig.3.2.b). Ainsi le champ électrique dans le gap entre la couche et la sonde est nul. Le système sonde- couche est équivalent à une capacité :

$$C_1 = \frac{Q}{V} = \epsilon_d \frac{A}{d} \quad (3.1)$$

où Q est la charge portée par la surface A de l'échantillon. De (3.1) la densité surfacique de charge σ , supposée uniformément distribuée, est alors :

$$\sigma = \varepsilon_d \frac{V}{d} \quad (3.2)$$

Le potentiel à la surface de l'échantillon dépend de la densité surfacique de la charge σ , de l'épaisseur d et de la permittivité ε_d :

$$V = \sigma \frac{d}{\varepsilon_d} \quad (3.3)$$

Le corps de la sonde du mesureur de champ est connecté à la masse. La sonde de charge est également connectée à la masse à travers l'électromètre, puisque celui-ci possède une impédance d'entrée nulle lorsqu'il est en mode mesure de charge. On pourra alors modéliser la configuration de la mesure du champ et de la charge par deux capacités en parallèle (figure 3.2.c) telles que :

$$C_1 + C_2 = \left(\varepsilon_d \frac{A}{d} \right) \left[1 + \left(\frac{\varepsilon_0}{\varepsilon_d} \right) \left(\frac{d}{h} \right) \right] = \frac{Q}{V} \quad (3.4)$$

Le champ électrique est supposé uniforme entre la sonde et la surface de la couche de granules chargée, les deux supposées de dimensions infinies. Le champ électrique est calculé à partir de l'expression de V , déduite de (3.4), où Q/A représente la densité surfacique de charge σ :

$$E = \frac{V}{h} = \frac{\left(\sigma \frac{d}{\varepsilon_d} \right)}{\left[h + d \frac{\varepsilon_0}{\varepsilon_d} \right]} \quad (3.5)$$

La quantité de charge Q_p mesurée par la sonde de charge peut être obtenue à partir de l'expression de C_2 et V :

$$Q_p = C_2 V = \frac{\left(\varepsilon_d \frac{A}{h} \right) Q}{\left\{ \left(\varepsilon_d \frac{A}{d} \right) \left[1 + \left(\frac{\varepsilon_0}{\varepsilon_d} \right) \left(\frac{d}{h} \right) \right] \right\}} = \frac{Q}{\left[1 + \left(\frac{\varepsilon_d}{\varepsilon_0} \right) \left(\frac{h}{d} \right) \right]} \quad (3.6)$$

Supposons que la charge évolue dans l'espace et se déplace de Δd dans le volume de l'échantillon, comme le montre la figure 3.3.a, la valeur du potentiel V^* mesurée par le

voltmètre électrostatique est déterminée à partir de la valeur de la capacité C_{11} dans la figure 3.3.b :

$$V^* = \frac{\sigma}{\epsilon_d}(d - \Delta d) \tag{3.7}$$

La configuration pour la mesure du champ et de la charge peut être représentée par deux capacités en parallèle, figure 3.3.c, telles que :

$$C_{11} + \left[\frac{C_2 C_{12}}{C_2 + C_{12}} \right] = \frac{\epsilon_d A}{(d - \Delta d)} + \frac{\left(\frac{\epsilon_d A}{\Delta d} \right) \left(\frac{\epsilon_0 A}{h} \right)}{\left[\left(\frac{\epsilon_d A}{\Delta d} \right) + \left(\frac{\epsilon_0 A}{h} \right) \right]} = \frac{Q}{V^*} \tag{3.8}$$

Le potentiel V^* en fonction de la densité surfacique de charge σ est donné, à partir de (3.8) :

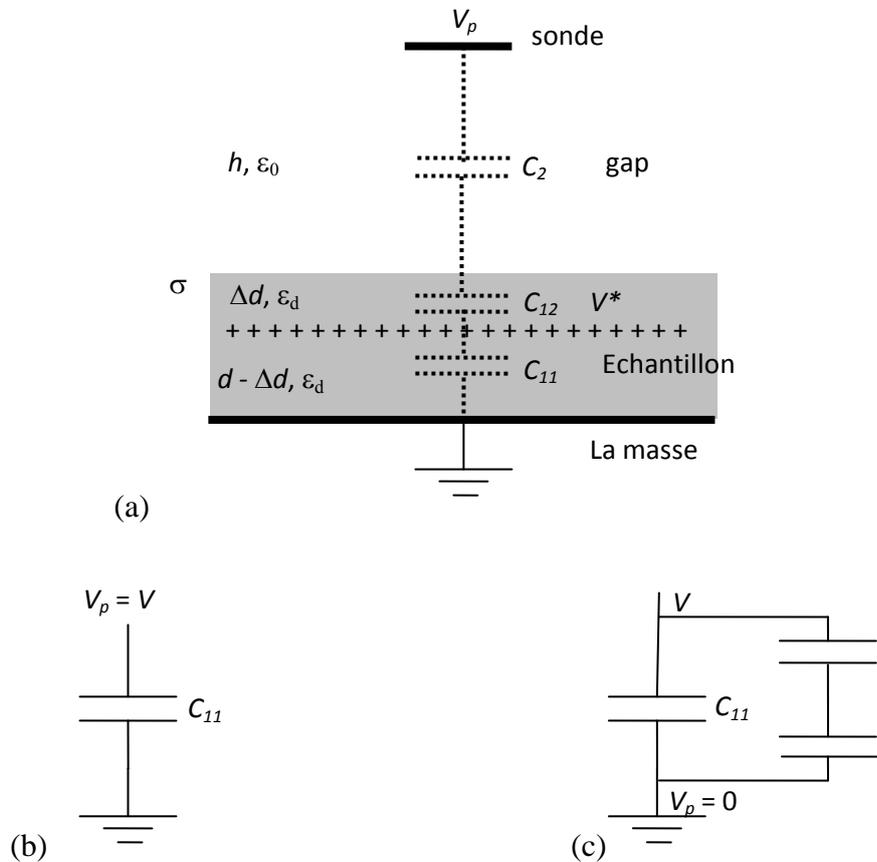


Figure 3.3. (a) Représentation simplifiée des sondes de mesure du potentiel et du champ électrique lorsque la charge se déplace de Δd dans le volume de la couche; (b) circuit équivalent de la sonde de potentiel ; (c) circuit équivalent de la sonde de champ et de la charge.

$$V^* = \left(\frac{\sigma}{\varepsilon_d} \right) \frac{\left[(d - \Delta d) \left(\frac{\varepsilon_d}{\Delta d} + \frac{\varepsilon_0}{h} \right) \right]}{\left[\left(\frac{\varepsilon_d}{\Delta d} + \frac{\varepsilon_0}{h} \right) + \left(\frac{\varepsilon_0}{\Delta d \cdot h} (d - \Delta d) \right) \right]} \quad (3.9)$$

Soit E_0^* et E_d^* , respectivement, le champ électrique dans le gap entre la sonde et la surface de la couche et le champ à l'intérieur de la couche de granule où la charge existe. A partir du potentiel on a :

$$E_0^* h + E_d^* \Delta d = V^* \quad (3.10)$$

avec

$$E_0^* \varepsilon_0 = E_d^* \varepsilon_d \quad (3.11)$$

La valeur E^* mesurée avec le mesureur de champ est égale à l'intensité du champ E_0^* dans l'intervalle d'air sous la sonde :

$$E^* = E_0^* = \frac{V^*}{\left[h + \left(\frac{\varepsilon_0}{\varepsilon_d} \right) \Delta d \right]} \quad (3.12)$$

où V^* est donné par (3.9).

Dans ce cas la charge mesurée par le capteur capacitif est obtenue à partir de l'expression de la capacité C_2 en série avec C_{12} et le potentiel V^* comme suit :

$$Q_p = \frac{V^* \left(\frac{\varepsilon_d A}{\Delta d} \right) \left(\frac{\varepsilon_0 A}{\Delta d} \right)}{\left[\frac{\varepsilon_d A}{\Delta d} + \frac{\varepsilon_0 A}{h} \right]} = \frac{Q}{\left\{ 1 + \left[\frac{\Delta d}{(d - \Delta d)} \right] \left[\left(\frac{\varepsilon_d}{\varepsilon_0} \right) \left(\frac{h}{\Delta d} \right) + 1 \right] \right\}} \quad (3.13)$$

Ainsi, le rapport des potentiels, des champs et des charges mesurés dans les deux situations (avant et après déplacement de la charge) sont les suivants:

$$\frac{V}{V^*} = \frac{d}{(d - \Delta d)} \quad (3.14)$$

$$\frac{E}{E^*} = \frac{d}{(d - \Delta d)} \left\{ \frac{1 + (d - \Delta d)}{\left(\frac{\varepsilon_d}{\varepsilon_0}\right)\left(\frac{h}{\Delta d}\right) + 1} \right\} > \frac{d}{(d - \Delta d)} \quad (3.15)$$

$$\frac{Q_p}{Q_p^*} = \frac{\left\{ 1 + \left[\frac{\Delta d}{(d - \Delta d)} \right] \left[\frac{\varepsilon_d}{\varepsilon_0} \left(\frac{h}{\Delta d}\right) + 1 \right] \right\}}{\left[1 + \frac{\varepsilon_d}{\varepsilon_0} \left(\frac{h}{d}\right) \right]} = \frac{d}{d - \Delta d} \quad (3.16)$$

Ce calcul préliminaire montre que le taux de déclin indiqué diffère d'une méthode à une autre.

Le modèle présenté ci-dessus est valable pour un diélectrique de surface lisse, tels que les films, ce qui n'est pas le cas pour les granules. La forme des grains est soit de forme sphérique ou cylindrique, selon le matériau. Si on considère le cas sphérique, la surface active qui supporte la charge est composée de demi-sphères, suite à l'agencement des grains (fig.3.4). Dans ce cas la taille des grains r est beaucoup plus petite que la taille de la sonde L_p . En conséquence, les mesures ne sont pas affectées significativement par l'aspect irrégulier de la surface de la couche de granules. Ce modèle peut alors révéler, même qualitativement, la différence entre les trois types d'instruments de mesure quant au taux de déclin du potentiel, du champ et de la charge.

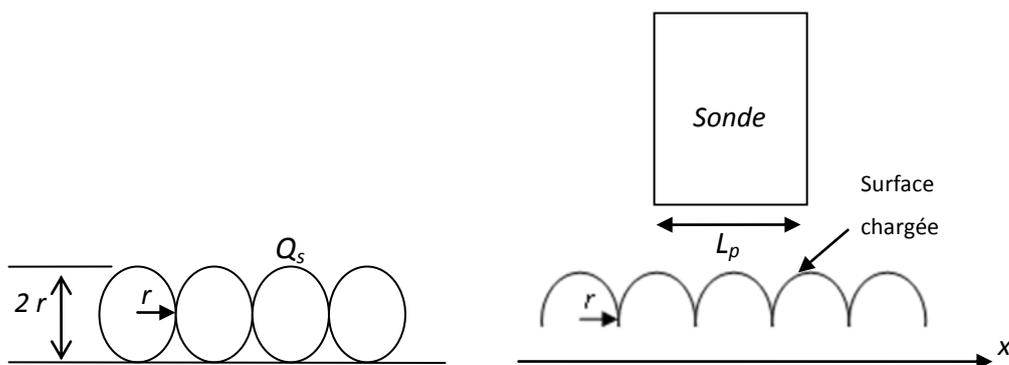


Figure 3.4. Représentation de la couche de granule et forme de la surface active.

3.2. Matériaux et protocole expérimental

Les mesures ont été réalisées sur quatre types de matériaux de différentes formes et tailles, dont la schématisation des grains relatifs à chaque matériau est représentée par la figure 3.5.

Les mesures ont été réalisées sur des échantillons constitués d'une monocouche de granules (poids : 11 grammes), déposés sur une aire de 7.5cm x 8cm sur la surface d'une plaque d'aluminium mise à la masse. Notons que l'obtention des couches ayant rigoureusement les mêmes caractéristiques de surface (même distribution des grains) est quasiment impossible. La figure 3.6 illustre le schéma de principe de l'installation utilisée. Une bande transporteuse, qui supporte le porte-échantillon, déplace celui-ci du poste de chargement (1) vers les postes de mesures : du potentiel (2), du champ (3) et de la charge (4). Les échantillons ont été chargés avec une décharge couronne négative générée par une électrode de type triode, composée de fil de tungstène suspendu au dessus d'une grille métallique, placée entre l'électrode et l'échantillon, afin d'uniformiser et contrôler le chargement. Les dimensions en millimètre sont indiquées sur la figure 3.6. Le chargement dure 10s sous une tension de 20.6 kV et un courant de grille de 100 μ A. Sachant que la résistance de grille est $R_g = 50 \text{ M}\Omega$ le niveau de chargement maximal est limité à la tension de grille $V_g = R_g \cdot I_g$ et se situe à environ 5 kV. Dès l'achèvement du processus de chargement, la bande transporteuse transmet l'échantillon au poste 2 pour la mesure du déclin de potentiel. La distance entre la sonde de potentiel et la surface de l'échantillon est fixée à 5 mm.

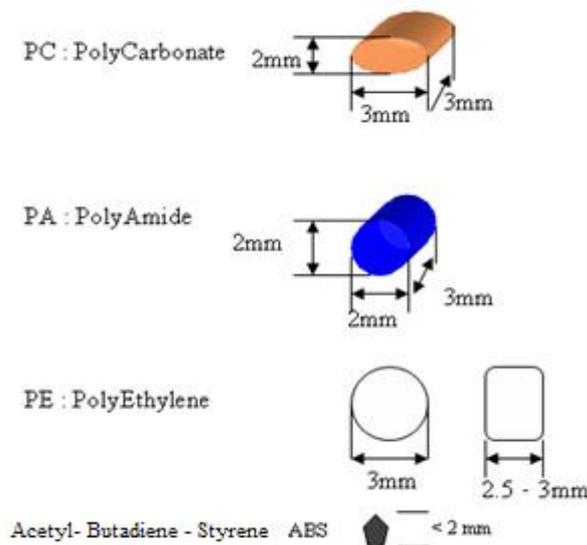


Figure 3.5. *Forme et taille des grains des matériaux utilisés*

Le déclin de potentiel de surface a été mesuré pendant 30 minutes, répété trois fois, et pendant 2 minutes, répété deux fois, donnant un total de cinq expériences pour chaque matériau. Après achèvement de chaque série de mesures de potentiel de surface, de nouveaux échantillons ont été préparés et chargés comme expliqué ci-dessus, en vue de mesurer le champ de surface. La bande transporteuse transmet le matériau à la position 3 sous la sonde à lame vibrante d'un mesureur de champ. Dans toutes les expériences (3 fois 30 min et 2 fois 2 min), la distance entre la sonde et la couche de granule était 5 mm.

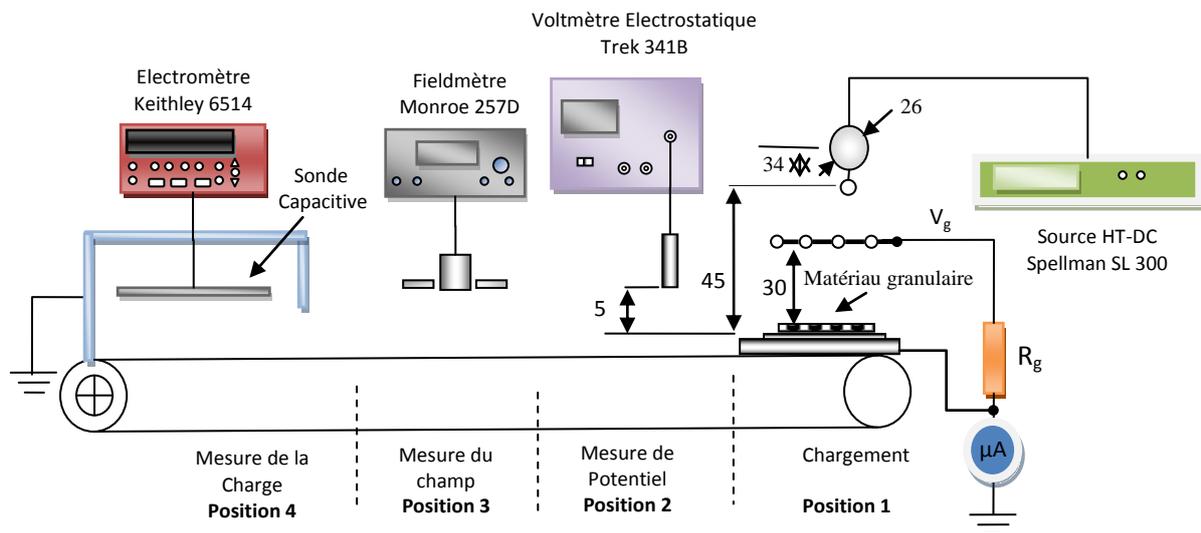


Figure 3.6. Montage expérimental utilisé pour la comparaison des méthodes de mesure

La même procédure est suivie pour la mesure de déclin de la charge (fig. 3.6, position 4) par le capteur capacitif confectionné au laboratoire de l'IUT d'Angoulême (fig. 3.7). La sonde de charge de type capacitive est constituée d'une plaque métallique, de dimensions 13 cm x 19.5 cm, incorporée dans une boîte métallique de protection sans qu'il y ait un contact entre eux. La plaque métallique est reliée à un électromètre Keithly 6514 réglé en mode mesure de charge. Ainsi toutes les mesures sont automatiquement enregistrées sur ordinateur à travers le système d'acquisition géré par le logiciel LabView. Il convient de signaler que les expériences ont été réalisées à l'air libre à une température entre 17°C et 19°C et une humidité entre 37% et 40%.

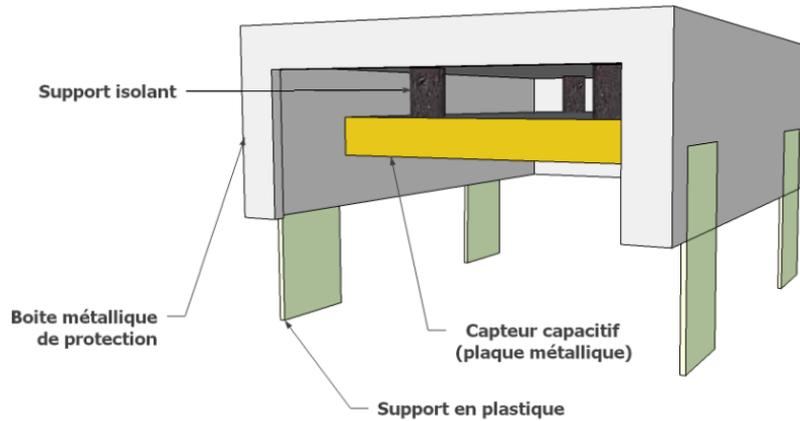


Figure 3.7. Capteur capacitif pour la mesure de la charge

3.3. Comparaison des méthodes de mesure

La figure 3.8 montre les résultats de mesure de déclin de la charge, du champ et du potentiel à la surface de quatre matériaux : le polyamide, le polyéthylène, le polycarbonate et l'ABS. Les courbes représentent la moyenne des cinq expériences faites pour chaque type de matériau, exprimés par rapport aux valeurs initiales (premières valeurs enregistrées) Q_0 , E_0 et V_0 . Les valeurs initiales mesurées et estimées à partir du modèle théorique sont données dans le tableau 3.1. En dépit des approximations, les résultats des calculs s'approchent de ceux mesurés ce qui implique que le modèle théorique est plutôt acceptable.

Les trois techniques indiquent des taux de déclin différents pour chaque type de matériau. Cependant, comme première observation, le déclin de potentiel est plus rapide que celui de la charge ou du champ. Le déclin de ces derniers est rapproché (fig.3.8). Cette différence peut être expliquée par l'influence du capteur lui-même sur le mécanisme de déclin et la différence des zones de couplage due à la taille des capteurs.

En plus de la différence entre leurs caractéristiques physiques (conductivité et permittivité), l'effet de la nature du matériau est plutôt relié à la taille et la forme des grains. Plus les grains sont petits et bien arrangés plus le comportement de la couche se rapproche de celui des films.

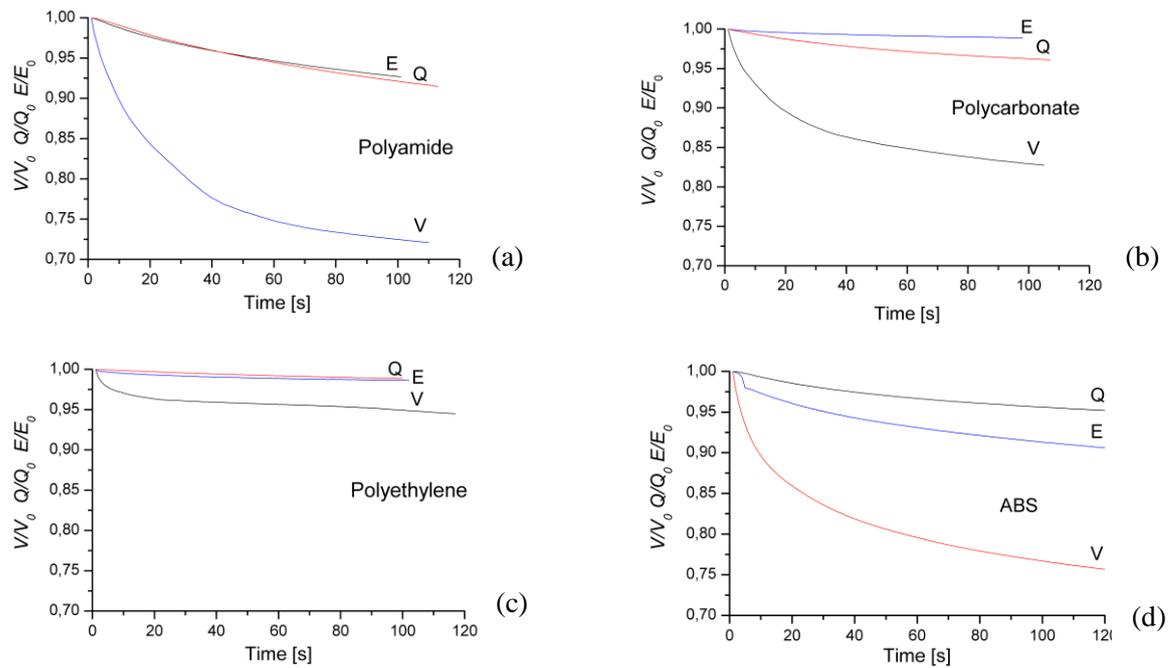


Figure 3.8. Courbes de déclin de potentiel V , du champ E et de la charge Q à la surface des quatre matériaux : (a) polyamide, (b) polycarbonate, (c) polyéthylène et (d) ABS. Les courbes sont en valeurs relatives par rapport aux premières valeurs enregistrées V_0 , E_0 et Q_0 .

Tableau 3.1. Valeurs initiales V_0 , E_0 , Q_0 enregistrées par les instruments de mesure du potentiel, du champ et de la charge à la surface de des couches de granules. Ces valeurs sont la moyenne d'au minimum cinq expériences (écart type < 5%).

Granules	Q_0 [C]		V_0 [kV] (mesurée)	E_0 [kV/mm] (mesurée)
	mesurée	calculée avec (3.6) *		
PE	-5.13E-08	-4,89E-08	-4.59543	-0.553398
PA	-4.58E-08	-4,46E-08	-4.19564	-0.568656
PC	-4.85E-08	-4,80E-08	-4.51688	-0.577018
ABS	-6.07E-08	-5,02E-08	-5.03462	-0.633165

* $\epsilon_d/\epsilon_0 \cong 2.3$; $h = 5$ mm; $d = 2.5$ mm, pour PE; $d = 2$ mm pour PC et PA; $d = 1.5$ mm, pour ABC

3.4. Mécanismes de déclin des charges à la surface des granules

Plusieurs mécanismes peuvent exister durant le processus de déclin de la charge à la surface des couches de granules comme expliqué dans le chapitre 2. Parmi ces mécanismes, l'injection de charge et la conduction surfacique peuvent être considérées dans le cas des granules comme dominants, étant donné la nature non polaire des matériaux étudiés. La figure 3.9 illustre les mécanismes de déclin de la charge dans le cas des matériaux granulaires. L'injection de charge dans le volume du grain ne peut être activée que lorsque le champ appliqué est suffisamment élevé. Avec un potentiel de surface inférieur à 5kV pour le cas de tous les matériaux, la valeur moyenne du champ qui apparaît aux bornes de la couche de granule d'épaisseur 2mm est environ $E=V/d = 2.5 \text{ kV/mm}$, ce qui représente une valeur nettement inférieure au seuil d'activation indiqué dans la littérature : 25 kV/mm [69, 81]. En dépit de l'amplification du champ par les aspérités à la surface de granule, le phénomène d'injection peut être écarté de l'interprétation des courbes de déclin.

En raison de la nature granulaire des matériaux et la structure de la couche, le mécanisme dominant, et qui peut expliquer les courbes de déclin, est la conduction surfacique.

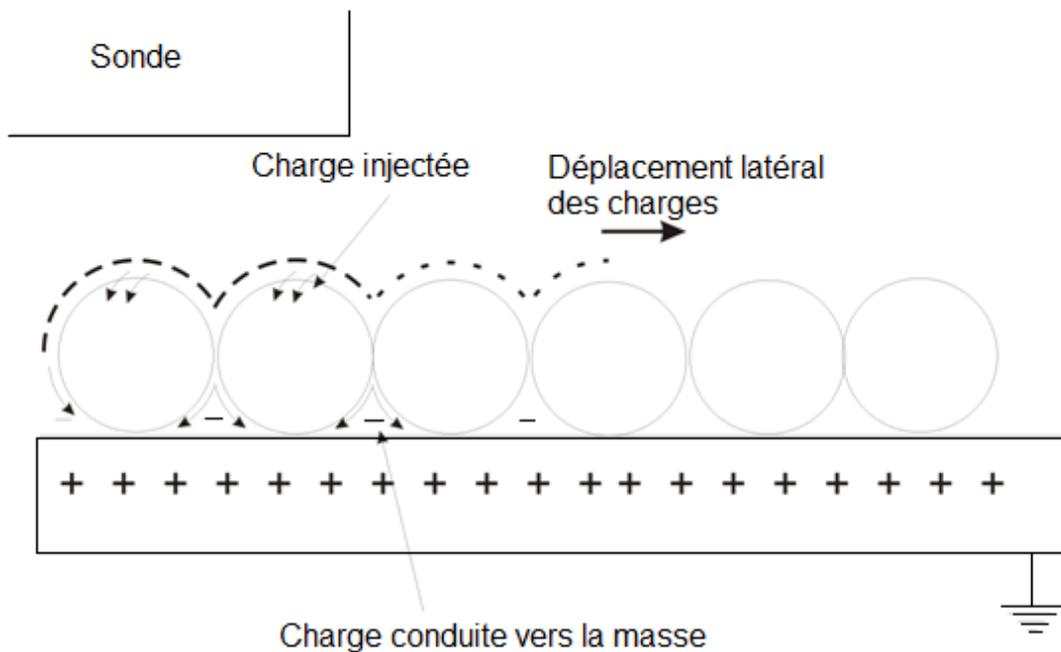


Figure 3.9. Schéma de principe du mécanisme de déclin des charges dans le cas des couches de granules

En effet, en se déplaçant à la surface de chaque grain, et à la surface de la couche entière, les charges peuvent emprunter deux voies : une partie de la charge se déplace latéralement à la surface de la couche en s'éloignant de la sonde et une autre partie est conduite vers la masse à travers la couche des grains où elle sera neutralisée (fig.3.9). A travers ses travaux sur la conduction surfacique dans le cas des films, Crisci [74] avait montré la propagation des charges par la mesure de la distribution spatiotemporelle du potentiel de surface comme le montre la figure 3.10.

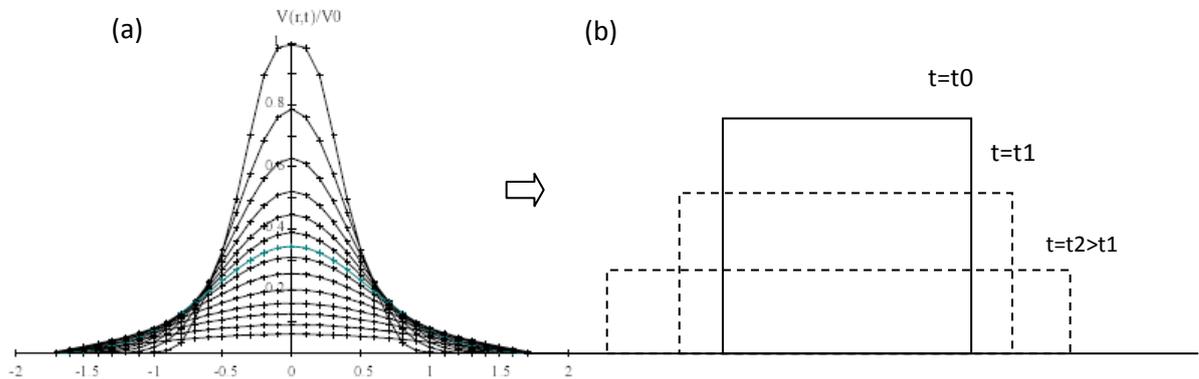


Figure 3.10. Effet de la conduction surfacique sur la distribution des charges : (a) évolution de la distribution du potentiel calculée par [74] et (b) représentation simplifiée du déplacement des charges suite à la conduction surfacique

3.5. Influence de la taille du capteur sur le taux de déclin

Pour montrer l'influence de la taille du capteur sur la mesure du taux de déclin, et suite à l'analyse présentée au §3.4, on suppose la coexistence des deux phénomènes, injection dans le volume et conduction surfacique.

Dans le cas de la sonde de potentiel, le déclin de potentiel mesuré est dû à l'injection des charges dans le volume, dont la partie de charge injectée est notée Q_{inj} , mais aussi à la conduction surfacique vers la masse Q_{scg} et à la conduction surfacique latérale Q_{disp} . Mathématiquement, le taux de déclin de potentiel V_p mesuré par le voltmètre électrostatique peut être exprimé comme suit :

$$\frac{dV_p}{dt} = f(Q_{inj}, Q_{scg}, Q_{disp}) \quad (3.17)$$

Le taux de déclin mesuré inclut alors la variation due aux trois voies possibles (Q_{inj} , Q_{scg} , Q_{disp}).

La sonde capacitive de mesure de la charge, qui est une plaque métallique de larges dimensions, mesure la réduction de la charge Q_{ch} due à l'injection et à la conduction surfacique vers la masse. Dans ce cas, le déplacement latéral des charges n'affecte pas la quantité de charge en couplage avec la sonde car, en raison des larges dimensions, la quantité de charges qui se déplace est encore sous la sonde et en couplage avec elle. La sonde voit alors la charge sur toute la surface sans être affectée par le déplacement loin du centre, ce qui peut être exprimé par :

$$\frac{dQ_{ch}}{dt} = f(Q_{inj}, Q_{scg}) \quad (3.18)$$

Il s'ensuit alors que la grande taille du capteur de charge et la petite taille de celui du potentiel peuvent expliquer, même partiellement, la différence observée sur les taux de déclin indiqués par les trois mesures. Ce résultat se justifie encore par les courbes de champ qui se rapproche de ceux de la charge et ce du fait de la taille relativement grande du capteur du mesureur de champ.

3.6. Distribution du potentiel à la surface des couches de granules

La mesure de la distribution spatiale du potentiel à la surface de la couche de granule à des temps différés permet de quantifier l'importance, ou non, de la conduction surfacique ce qui peut expliquer même partiellement les courbes de déclin.

Nous avons réalisé des expériences de mesure de la distribution spatiotemporelle sur deux types d'échantillons, uniformes et non uniformes. Les échantillons non uniformes sont formés de deux régions, de 4cm d'étendue chacune, représentant les zones de faibles et fortes densités. La région de forte densité contient une quantité de 6 grammes de granule tandis que la région de faible densité ne contient que 3 grammes. Les figures 3.11 et 3.12 montrent les résultats de mesure de la distribution du potentiel sur la surface des couches de polyéthylène et polyamide. Notons que les résultats du polycarbonate sont identiques à ceux du polyéthylène de la figure 3.11.

Comme nous l'avons déjà expliqué, la conduction surfacique latérale et la conduction vers la masse peuvent expliquer l'évolution spatiotemporelle du potentiel. Les résultats du polyéthylène montrent que le potentiel diminue quasiment sur toute la surface avec le même taux. En écartant l'injection, la conduction des charges des grains vers la masse, à travers la surface des grains et passant par les interstices dans la couche, explique les résultats du polyéthylène. La conduction latérale sur les couches du polyéthylène est négligeable puisque la distribution du potentiel après 10sec s'étend plus que celle après 15min (fig.3.11). La non-uniformité de l'échantillon n'a pas d'influence majeure sur le taux de déclin car la vitesse de diminution du potentiel est quasi la même sur la zone de forte densité que sur la zone de faible densité (fig.3.11.b).

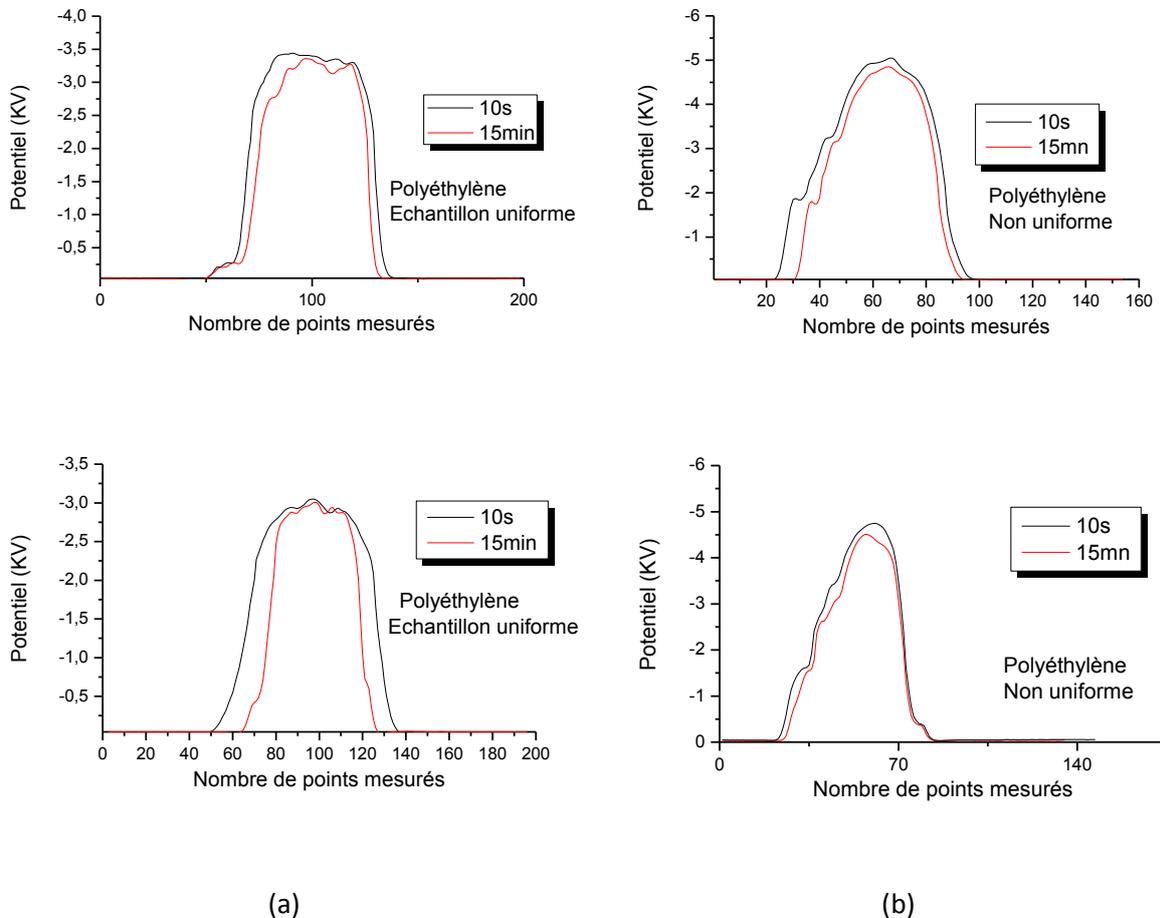


Figure 3.11. Distribution du potentiel sur la surface des couches de polyéthylène à 10 sec et 15 min après chargement : (a) échantillons uniformes, (b) échantillons non uniformes.

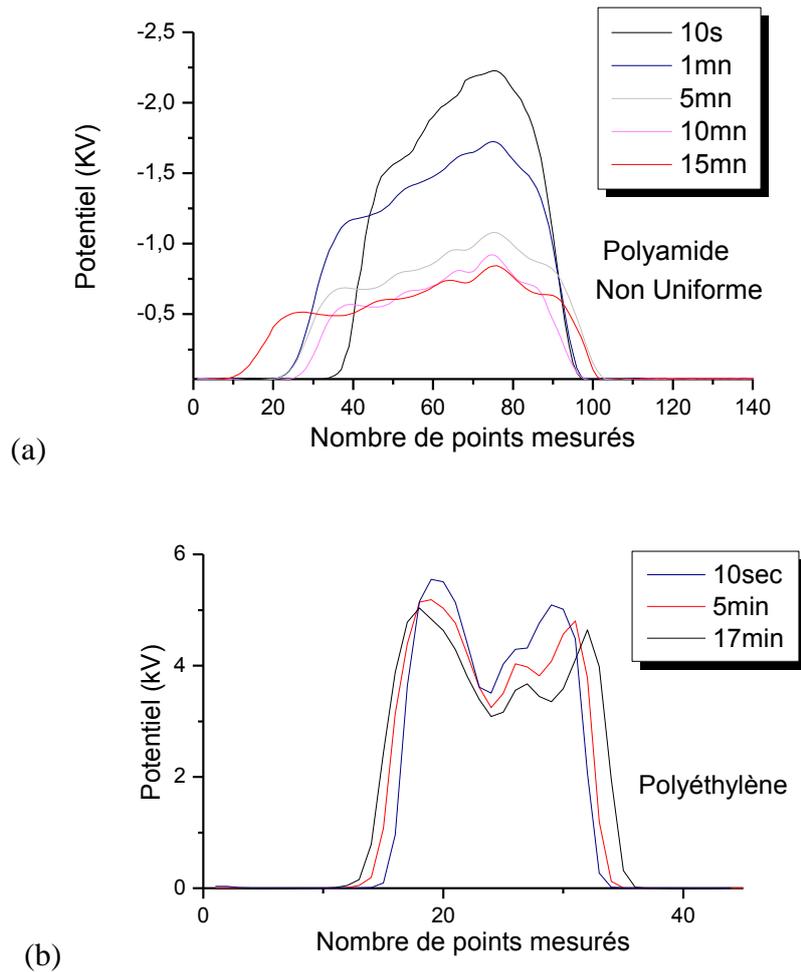


Figure 3.12. *Distribution du potentiel sur la surface des couches de (a) polyamide et (b) polyéthylène à plusieurs instants.*

Le cas de la figure 3.12, qui montre des mesures sur le polyamide et d'autres expériences sur le polyéthylène, est plutôt différent puisque l'évolution du potentiel se fait dans les deux directions, latérale et transversale (conduction vers la masse) comme le montre la figure 3.12. L'évolution bidirectionnelle dans le cas des résultats de la figure 3.12 implique l'existence, à la fois, de la conduction surfacique latérale et la conduction surfacique vers la masse, en plus du phénomène de l'injection qui peut s'établir suite à l'amplification du champ.

La figure 3.13 montre la distribution du potentiel de surface sur des couches de *PE* chargées avec deux niveaux de tension 18 kV et 20 kV. Les courbes montrent l'élargissement de l'étendue de la surface chargée avec une irrégularité de la distribution lorsqu'on augmente la tension de chargement. Cet effet peut être due au fait que la décharge couronne en DC est de nature filamentaire [43, 82] et qui peut s'élargir en augmentant la tension. D'autre part, une

tension élevée produit autant de charges que les forces de répulsion entre elles deviennent importantes ce qui élargi la surface de dépôt. Il est encore possible que les décharges partielles apparaissent à la surface de la couche à cause de la forte densité de charges juste au dessous de l'électrode, chose qui mène à la distribution irrégularité du potentiel.

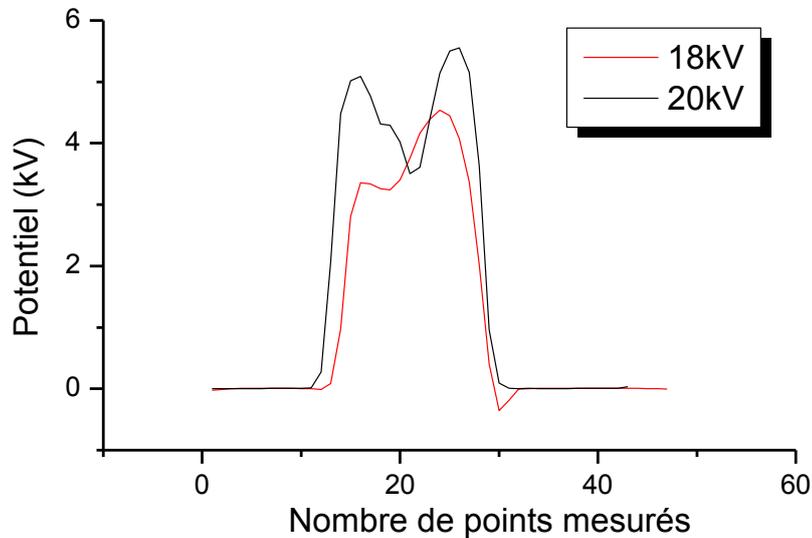


Figure 3.13. Influence du niveau de la tension de chargement sur la distribution du potentiel à la surface de la couche de PE: $t_{ch}=5\text{sec}$, $I_g=40\mu\text{A}$ (18kV) et $I_g=100\mu\text{A}$ (20kV).

3.7. Influence du capteur capacitif sur le taux de déclin

Une série d'expériences faites sur des couches de polyéthylène PE a permis de mettre en évidence l'effet du capteur capacitif sur le déclin de la charge. Dans ces expériences, les couches chargées ont été transférées sous la sonde de potentiel pour la mesure du déclin pendant 25 s (position 2, fig.3.6). Après, l'échantillon est directement déplacé sous la plaque métallique, servant comme sonde capacitive pour la mesure de la charge, pendant 30 s. A la fin le potentiel est mesuré encore une fois.

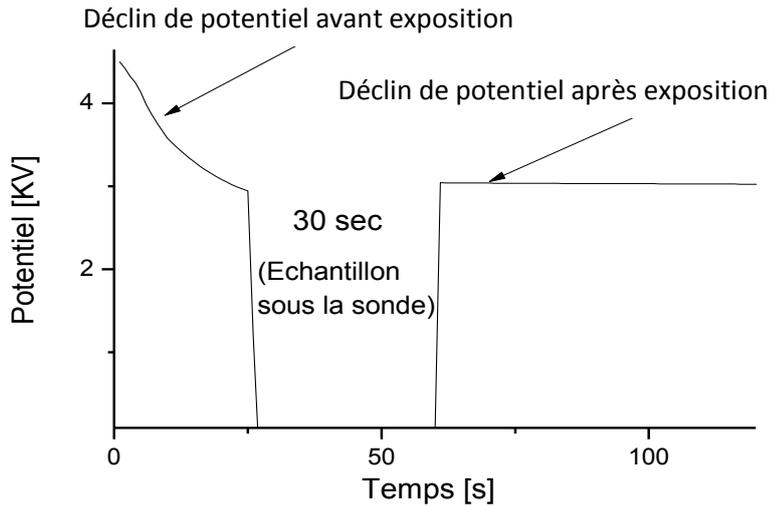


Figure 3.14. Déclin de potentiel à la surface des couches de PE enregistré avant et après exposition à l'effet du capteur capacitif pendant 30sec.

Lorsqu'une couche précédemment chargée est exposée à une plaque métallique (sonde capacitive) le taux de déclin de la charge est nettement altéré par la présence de la plaque métallique comme le montre la figure 3.14. En effet, le couplage capacitif entre les charges surfaciques de la couche et leurs images sur la plaque diminue le champ électrique à l'intérieur et à la surface de la couche. La réduction du champ entraîne alors la réduction des phénomènes d'injection et de la conduction surfacique, ce qui explique le faible taux de déclin mesuré par le capteur capacitif

Les considérations évoquées ci-dessus expliquent le fait que le potentiel diminue plus rapidement que la charge et le champ : à cause de sa faible taille, la sonde de potentiel est plus sensible au déplacement latéral des charges que la sonde capacitive employée pour la mesure de la charge. Cette explication s'applique aussi à la sonde du mesureur de champ, plus large que la sonde de potentiel.

Conclusion

Cette étude a montré l'importance des caractéristiques, notamment géométriques, de la sonde utilisée pour la mesure du déclin de potentiel, de la charge et du champ. Les mesures de déclin des trois grandeurs indiquées, par trois instruments différents et sur quatre matériaux, ont montré que le taux de déclin indiqué par chaque instrument est différent des deux autres. Il est observé que le potentiel décroît rapidement en comparaison avec le déclin de la charge et du champ. Le déclin de ces deux derniers est plutôt rapproché. On explique cette différence par, d'une part, la taille de la sonde et, d'autre part, l'influence du couplage capacitif entre la charge et la sonde. En effet, la sonde de charge de larges dimensions, et selon le principe de couplage électrostatique, est capable de modifier l'évolution des charges à la surface de la couche et ainsi les mesures sont altérées. Par ailleurs, les sondes de larges dimensions ne sont pas affectées par la composante latérale de la conduction surfacique, ce qui peut faciliter l'interprétation des courbes de déclin. On en déduit alors que les courbes de déclin sont mieux traduites par la mesure du potentiel en utilisant une sonde électrostatique à lame vibrante, puisque l'influence du capteur est minime. Par contre, la sonde de potentiel de petites dimensions mesure l'évolution de la charge dans toutes les directions, chose qui rend difficile l'interprétation des résultats.

Contrôle de l'état de charge des granules par décharge accélérée

Les matériaux isolants granulaires peuvent acquérir une grande quantité de charge qu'ils peuvent garder pour une durée beaucoup plus longue que nécessaire au bon déroulement d'un processus électrostatique. En effet, la majorité des applications (pour ne pas dire toutes les applications) ne durent que quelques minutes tandis qu'un isolant peut conserver une charge pendant des heures voire même des jours. A cet effet, la charge initialement utilisée pour effectuer une action donnée (générer une force ou un champ électrique, par exemple) peut devenir, à l'issue de l'application, une source de problèmes multiples, qui touchent à la fois aux performances et à la sécurité de l'installation. De tels problèmes vont de la perturbation des faibles signaux électriques à l'endommagement des composants électroniques ou plus gravement à l'amorçage d'incendies dans les milieux inflammables [83-85].

Le chargement des matériaux isolants est souvent non souhaité. Involontairement, les granules peuvent se charger par effet tribo-électrique et collent aux parois des canalisations lors du transport pneumatique. Par ailleurs, si la charge accumulée est assez importante, des décharges peuvent apparaître entraînant en conséquence des perturbations au niveau des appareillages électronique de commande et éventuellement l'endommagement de ceux-ci [86].

Il apparaît alors nécessaire de contrôler la charge accumulée à la surface des matériaux isolants et la maintenir à des niveaux non dangereux ou simplement non gênants aux processus.

Les charges de surface peuvent être réduites et éliminées par plusieurs procédés et techniques que nous exposons brièvement dans le paragraphe suivant.

4.1. Techniques de neutralisation des charges de surface

La façon la plus simple pour éliminer une charge à la surface d'un isolant est d'augmenter la conductivité de l'isolant [87]. Quand c'est possible, la conductivité surfacique de l'isolant est augmentée par l'ajout d'une couche conductrice. Le matériau peut être couvert par un autre matériau pulvérisé afin de créer une voie de faible résistivité vers la masse. Un exemple est celui des vêtements spéciaux des ouvriers intervenant sur les lignes de fabrication des composants microélectroniques.

Cette méthode est cependant inefficace et inexploitable lorsque le matériau isolant, susceptible d'être chargé, doit conserver ses caractéristiques ou lorsque le volume d'air ou la surface à contrôler sont assez grands, tel est le cas des usines à semi-conducteurs.

D'autres techniques permettent l'élimination des charges surfaciques par la création d'une charge de signe contraire à celles portées par la surface de l'isolant. Les dispositifs matérialisant ces techniques, appelés éliminateurs statiques ou simplement ioniseurs, utilisent pour la génération des ions des rayons X, une matière radiante ou une décharge couronne. Nous nous intéressons dans ce qui suit qu'à l'ioniseur à décharge couronne qui est le plus utilisé vue sa simplicité et surtout sa sûreté de fonctionnement.

Les ioniseurs utilisant la décharge couronne sont classés en deux types : passifs et actifs.

Ioniseur statique passif

L'ioniseur passif est une électrode de faible rayon de courbure, reliée à la masse et placée à proximité de la surface chargée. Lorsque cette dernière s'approche de l'électrode passive, des charges de signe contraire sont créées sur cette électrode par influence électrostatique. Plus la charge sur la surface à neutraliser est importante, ou plus la distance entre celle-ci et l'électrode est petite, la charge image sur l'électrode neutralisante devient importante et de ce fait l'air entourant l'électrode peut s'ioniser. Ainsi des ions sont créés qui, sous l'effet du

champ électrique, sont attirés par la surface chargée où les charges de signe contraire seront neutralisées par recombinaison et ceux de même signe seront repoussés.

Ioniseurs statiques actifs

Les ioniseurs actifs utilisent une source de haute tension extérieure pour la création des charges. Dans cette catégorie on distingue deux types de neutralisateurs statiques : ceux qui utilisent le champ électrique pour entrainer le nuage ionique de l'électrode ionisante vers la surface cible, et ceux qui utilisent un flux de gaz (de l'air) pour entrainer les charges (fig.4.1).

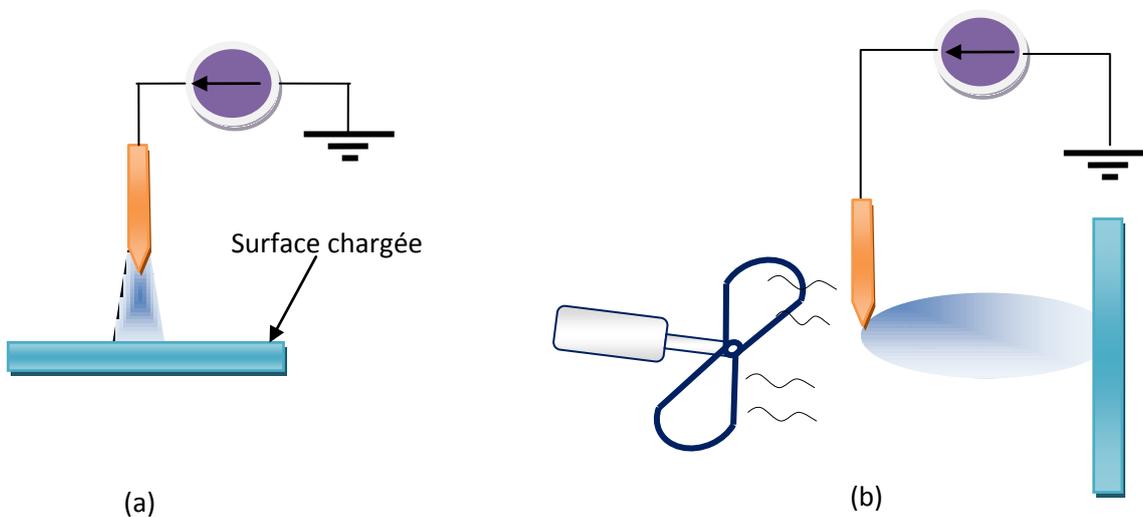


Figure 4.1. *Types d'ioniseurs statiques actifs: (a) charges entrainées par le champ, (b) charges entrainées par un flux d'air*

4.2. Neutralisation par décharge couronne – état de l'art

Les ioniseurs statiques utilisant la décharge couronne pour créer les ions neutralisants, qu'ils soient actifs ou passifs, avec ou sans flux d'air, sont les plus utilisés, principalement, à cause de leur simplicité, faible coût mais aussi la non émission de radiations [88-89]. La neutralisation par décharge couronne consiste à créer un nuage ionique bipolaire qui, sous l'effet du champ ou par un flux d'air, se propage vers la surface chargée où les charges se neutralisent sélectivement. Suite aux forces de coulomb, les charges de même signe se repoussent et les charges de signe contraire sont attirées et se neutralisent par recombinaison (fig.4.2).

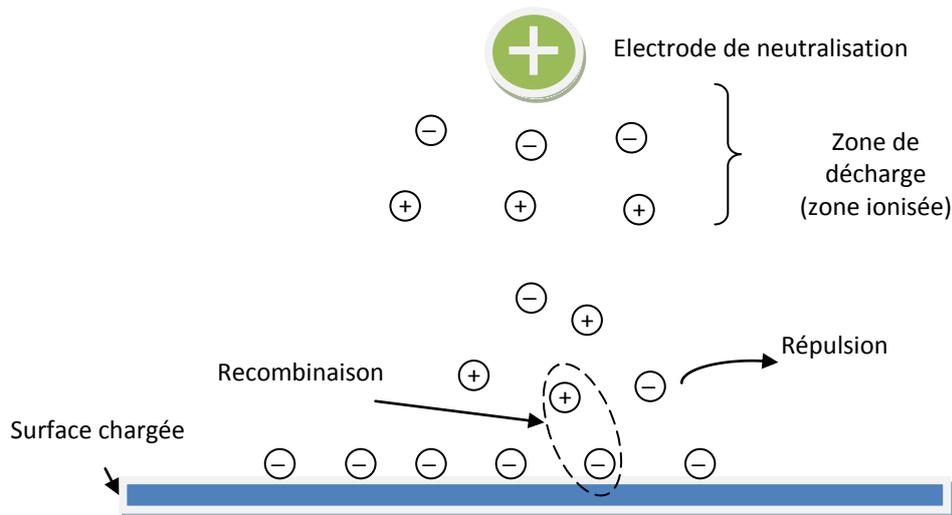


Figure 4.2: Principe de la neutralisation par décharge couronne

Ce simple principe constitue la base du processus de neutralisation mais ne traduit pas réellement la complexité du phénomène de neutralisation. Cette complexité vient en premier lieu de la décharge elle-même, puis de l'interaction des charges aussi bien le long de la zone de dérive que sur la surface de l'isolant chargé. De ce fait, de multiples paramètres entrent en jeu et influent sur le processus de neutralisation. Il est bien établi que la décharge couronne, et la distribution de la densité de charges dans l'intervalle d'air, sont tributaires de la tension appliquée, de la fréquence, de la distance, de l'humidité et de la pression. D'autre part, l'exposition d'une surface chargée à une décharge couronne peut effectivement la neutraliser mais elle peut aussi être rechargée ou faiblement neutralisée du fait, par exemple, de la durée d'exposition ou suite à l'amplitude inadéquate de la tension appliquée. La corrélation entre ces paramètres, pour une meilleure neutralisation, et la connaissance de leurs effets constituent globalement les objectifs des études menées dans ce domaine.

Ohsawa [89], par exemple, a étudié l'influence de la forme d'onde : sinusoïdale, sinusoïdale décalée (lui ajouter une constante) ou impulsions rectangulaires positive et négative sur le contrôle de la neutralisation. Dans cette étude Ohsawa propose trois méthodes pour le contrôle et l'équilibrage de la neutralisation :

- Le contrôle de la forme d'onde de la tension :

- Par superposition d'une tension continue à la tension sinusoïdale pour augmenter ou diminuer la quantité de charge positive et négative produite respectivement par l'alternance positive et négative ;
- Imposer un cycle d'impulsions positives et négatives de forme rectangulaire
- Le contrôle du flux des ions vers la cible
 - Par installation d'une grille sous tension continue contrôlable.

De plus, le contrôle peut s'effectuer par le réglage de la tension et le courant de décharge afin d'ajuster la quantité de charge neutralisante. La figure 4.3 illustre le schéma de principe des moyens possibles pour le contrôle de la neutralisation par décharge couronne. Le même auteur [88] menant des études complémentaires expérimentales et de modélisation des ioniseurs à décharge couronne alternative avec flux d'air, montre que l'efficacité de la neutralisation dépend de la relation fréquence-débit d'air.

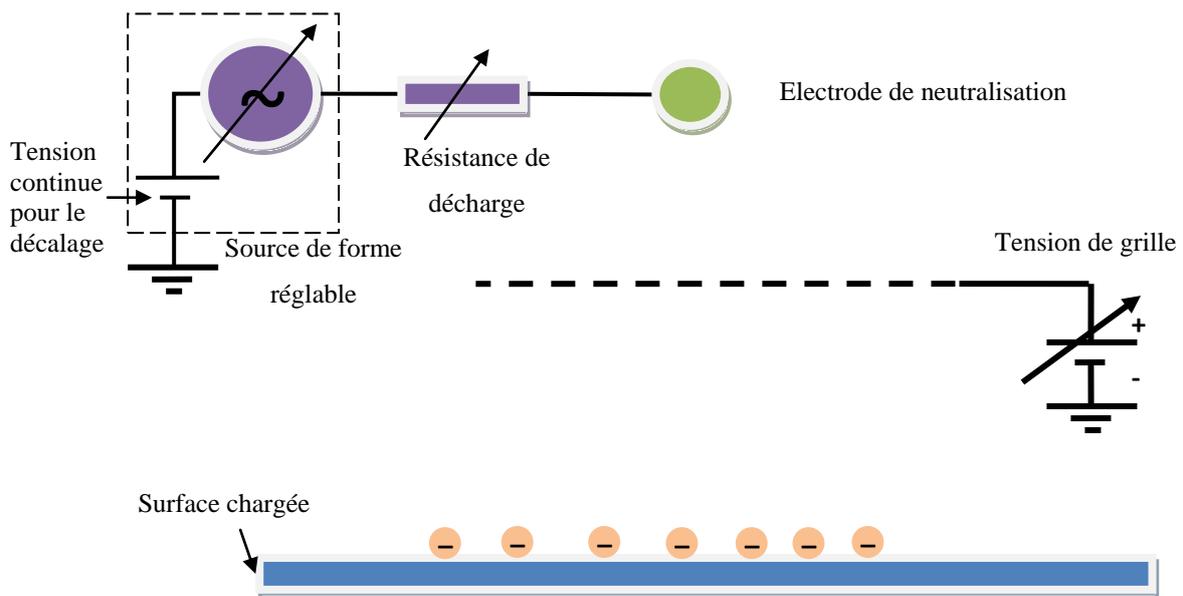


Figure 4.3. Techniques de contrôle de la neutralisation

En règle générale, on recommande d'augmenter la fréquence afin d'améliorer la neutralisation. Asano *et al* [90] ont étudié l'influence des trois facteurs : tension, fréquence et pression à travers la mesure des courants issus de la décharge couronne en utilisant une cage de Faraday. Ils préconisent également l'augmentation de la fréquence pour l'amélioration du processus de neutralisation. Ils notent cependant l'effet de la pression plus prépondérant que celui de la tension. D'autres études ont été menées dans un environnement particulier

contenant le gaz de nitrogène [91-92]. A. Antoniu *et al* [52] utilisant un ioniseur commercial à décharge couronne avec flux d'air ont montré l'effet de la hauteur de l'ioniseur par rapport à la surface cible ainsi que le temps de neutralisation. Puis, en utilisant un ioniseur à simple électrode le même groupe de recherche a étudié l'influence de la forme d'onde, sinusoïdale et triangulaire, sur le taux de neutralisation [86]. Ils montrent que lorsque la tension et la fréquence sont les mêmes la forme sinusoïdale donne des résultats meilleurs que la forme triangulaire.

Malgré les efforts des chercheurs pour mettre en évidence l'influence de certains facteurs, et la justification physique des résultats, le phénomène de neutralisation semble encore loin d'être parfaitement maîtrisé. Toutes les études mentionnées ont été réalisées sur des matériaux souvent de surface lisse et utilisant des ioniseurs à décharge couronne avec flux d'air.

Ce chapitre présente les résultats des travaux de neutralisation des charges à la surface des couches de polyéthylène granulaire en utilisant seulement une décharge couronne alternative. Deux études différentes ont été menées :

- Evaluation des facteurs qui peuvent influencer la neutralisation, par décharge couronne alternative, des granules en position fixe. En utilisant la méthodologie des plan d'expérience, quatre facteurs contrôlables ont été considérés: l'amplitude et la fréquence de la tension sinusoïdale, la durée d'exposition à la décharge couronne et la hauteur de l'électrode de neutralisation par rapport à la surface chargée.
- Mesure de la distribution du potentiel à la surface de la couche de granule avant et après neutralisation pour différentes tensions et fréquences. L'amélioration de la neutralisation à 50 Hz est obtenue en utilisant la tension optimale et puis par la neutralisation multiple de la couche.

4.3. Matériaux étudiés et méthodes expérimentales

Pour l'étude de la neutralisation nous avons utilisé le polyéthylène en forme de granules ayant une taille moyenne de 3 mm. Le polyéthylène est un matériau largement utilisé dans l'isolation des câbles et dans les médias filtrants fibreux. Le polyéthylène granulaire a été déposé en forme de monocouche sur une électrode en aluminium mise à la masse (surface : 7.5 cm x 8 cm). Chaque couche constitue un échantillon ayant une masse de 11 gramme. Durant toutes les expériences la température et l'humidité enregistrées sont respectivement entre 17°C à 21°C et 30% à 43%.

Les figures 4.4 et 4.5 illustrent le montage expérimental utilisé dans cette étude.

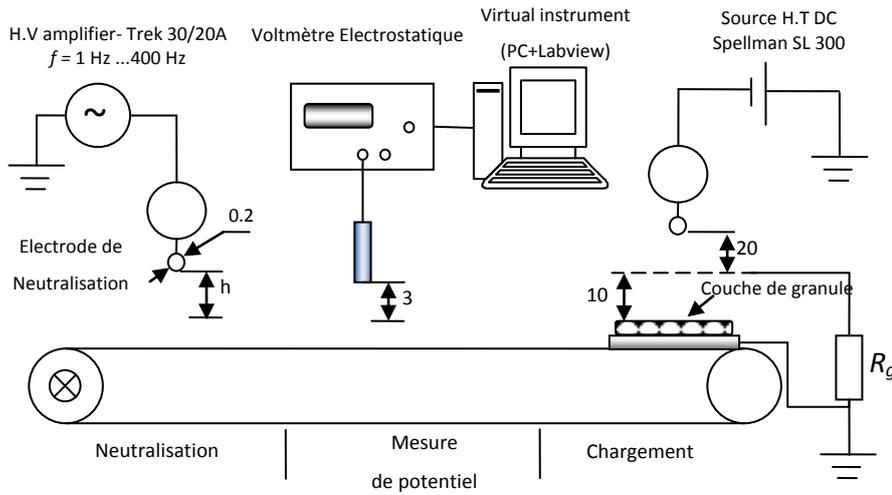


Figure 4.4. Schéma du montage expérimental pour l'étude de la neutralisation des granules par décharge couronne alternative.

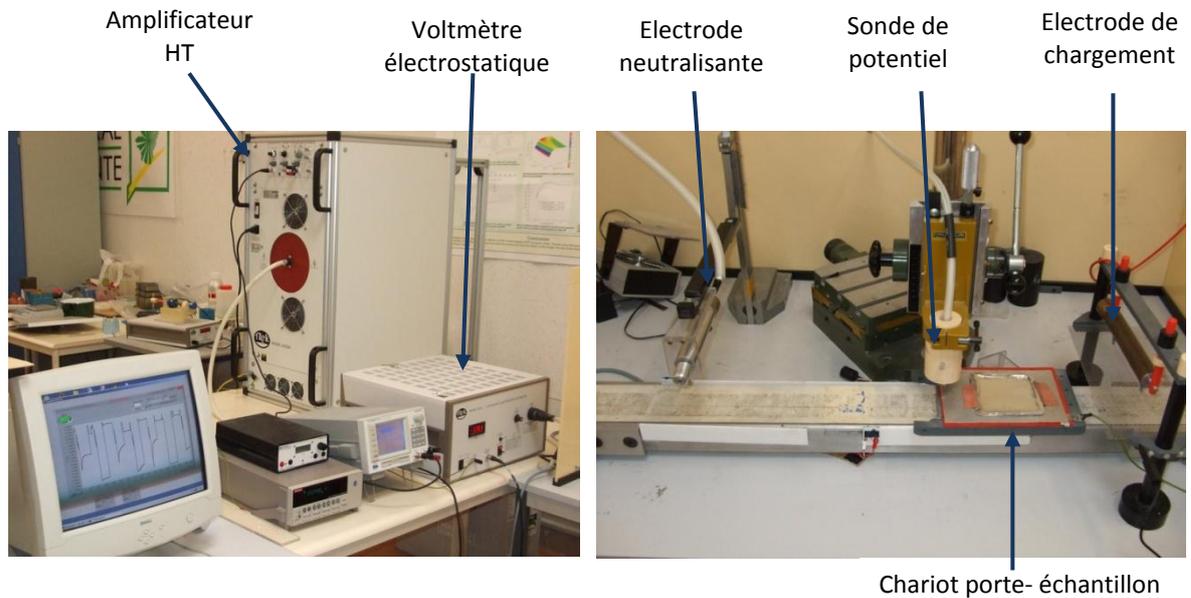


Figure 4.5. Montage expérimental pour l'étude de la neutralisation des granules par décharge couronne

L'échantillon pesé est déposé sur le chariot et déplacé sous l'électrode de chargement de type « triode ». Cette dernière est constituée d'un fil de tungstène (0,2 mm de diamètre) attaché à une cylindre métallique (25 mm de diamètre) et distant de 35 mm de son axe.

L'électrode de chargement est connectée à une source de haute tension continue (modèle Spellman SL300). Une grille métallique connectée à la masse à travers une résistance $R_g \cong 50M\Omega$ est installée entre la couche de granule et l'électrode afin d'uniformiser la distribution des charges à la surface de l'échantillon. Les charges générées par la décharge couronne passent à travers la grille et sont ensuite entraînées par le champ électrique vers la surface de la couche. Lorsque les charges accumulées sur la couche produisent un potentiel qui s'approche de celui de la grille le champ électrique dans le gap entre la couche et la grille devient alors nul et ainsi l'échantillon ne peut plus être chargé d'avantage. Tous les échantillons ont été chargés pendant 10 s. Le processus de chargement est commun à toutes les expériences.

a. Neutralisation en position fixe

Après chargement, l'échantillon est transféré sous une sonde électrostatique afin de mesurer le déclin potentiel de surface en un seul point (au milieu de la couche). Le déclin de potentiel est mesuré pendant 2 min, une durée que nous considérons suffisante pour caractériser le pouvoir de stockage des charges par l'isolant d'une part et d'autre part elle correspond à la durée souvent nécessaire pour une application électrostatique. Après, l'échantillon est déplacé sous une électrode de neutralisation possédant les mêmes caractéristiques que l'électrode de chargement. L'électrode neutralisante est alimentée par un amplificateur haute tension (model Trek 30/20A) dont le signal d'entrée est fourni par un générateur de fonction (Yokogawa FG300) permettant ainsi le réglage de l'amplitude et de la fréquence de la haute tension. La hauteur de l'électrode est réglable grâce à un support gradué. Le système de neutralisation réalisé permet le réglage de la tension, la fréquence, la hauteur de l'électrode et la forme d'onde.

Les échantillons ont été exposés à la décharge couronne alternative durant le temps de neutralisation t_n qui peut varier d'une expérience à l'autre. A la fin de la phase de neutralisation, l'échantillon est déplacé sous la sonde encore une fois pour la mesure du potentiel juste après neutralisation. On quantifie alors le taux de neutralisation de la charge neutralisée en calculant le rapport du potentiel juste avant et après la neutralisation avec la formule :

$$N_r (\%) = \left(1 - \frac{V_{\text{après}}}{V_{\text{avant}}}\right) 100 \quad (4.1)$$

Dans cette étude, visant la neutralisation en position fixe, l'objectif était de connaître l'influence de la tension, la fréquence, le temps de neutralisation et la hauteur de l'électrode neutralisante mais aussi les conditions à remplir pour aboutir à une meilleure neutralisation possible en fonction de ces paramètres. Un plan d'expériences de type composite a été utilisé à cette fin dont on donne les détails et les résultats plus loin.

b. Neutralisation en mouvement

Après chargement de la couche de granule, comme indiqué précédemment, l'échantillon est déplacé sous la sonde de potentiel pour la mesure de la *distribution* du potentiel avant neutralisation. La couche est scannée avec une vitesse constante de 2,73cm/s. Après la mesure du potentiel, l'échantillon est neutralisé en le déplaçant sous la décharge couronne avec une vitesse constante, la même que celle de mesure du potentiel 2,73cm/s. A la fin de la neutralisation, la distribution du potentiel à la surface de la couche est mesurée encore une fois. Dans ce cas, on quantifie le taux de neutralisation à partir de la valeur maximale du potentiel avant et après neutralisation tout en utilisant l'équation (4.1). Ces expériences ont été menées avec une tension de neutralisation de forme sinusoïdale de différentes amplitudes et fréquences, la hauteur de l'électrode neutralisante étant maintenue constante à 3 cm. La neutralisation à la fréquence industrielle 50 Hz a été étudiée séparément afin de déterminer la tension optimale correspondante et la façon dont on peut avoir une meilleure élimination des charges sans avoir besoin d'augmenter la fréquence.

4.4. Résultats et discussion

4.4.1. Neutralisation en position fixe

La figure 4.6 montre des courbes typiques du déclin de potentiel de surface avant et après neutralisation pour deux expériences à différentes valeurs des paramètres (**Exp.1** : $V_n=20\text{kV}$, $f=20\text{Hz}$, $t_n=4\text{s}$, $p=7\text{cm}$ et **Exp.2** : $V_n=16\text{kV}$, $f=20\text{Hz}$, $t_n=10\text{s}$, $p=7\text{cm}$). On constate que le polyéthylène, même en forme de granules, est capable de conserver une large quantité de charges et pour une longue durée. D'autre part, le choix des paramètres peut modifier d'une façon significative le taux de neutralisation comme la tension et temps dans l'exemple donné sur la figure 4.6.

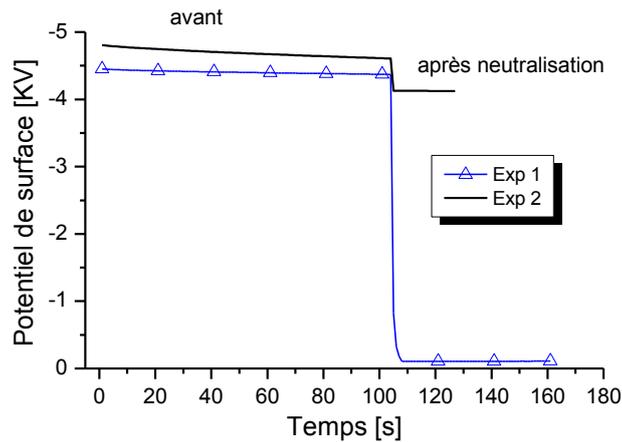


Figure 4.6. Potentiel de surface avant et après neutralisation : Exp.1 : $V_n=20\text{kV}$, $f=20\text{Hz}$, $t_n=4\text{s}$, $p=7\text{cm}$ / Exp.2 : $V_n=16\text{kV}$, $f=20\text{Hz}$, $t_n=10\text{s}$, $p=7\text{cm}$.

Comme nous l'avons déjà signalé plus haut, la neutralisation en position fixe est étudiée en appliquant les plans d'expériences de type composite. Or, les quatre facteurs considérés (tension, fréquence, hauteur, durée) doivent avoir une limite minimale et une limite maximale (niveau +1 et -1). Il était alors nécessaire d'effectuer des expériences servant comme guide au choix de ces niveaux limites notamment pour la tension et la hauteur. A priori, la valeur maximale de la tension est limitée par le claquage de l'intervalle d'air entre la couche et l'électrode tandis que la valeur minimale est conditionnée par le seuil d'apparition de la décharge couronne.

a. Rapport de tension de neutralisation et de chargement

Le chargement des couches de granules peut s'effectuer à différents niveaux de la tension de charge V_{ch} et dans ce cas la question posée : Quelle serait la tension de neutralisation V_n correspondante ?

La figure 4.7 montre les variations du taux de neutralisation (valeurs moyennes d'au minimum trois mesures) en fonction de la tension neutralisante pour deux niveaux de chargement ($V_{ch}= 16\text{kV}$ et 20kV). Ces mesures ont été effectuées à une fréquence de $f=50$ Hz et une hauteur de l'électrode $p = 3\text{cm}$, au dessus de la surface de la couche, et à une durée de neutralisation $t_n=5\text{sec}$. Ces courbes montrent qu'à chaque niveau de chargement il existe une tension de neutralisation qui donne un taux élevé.

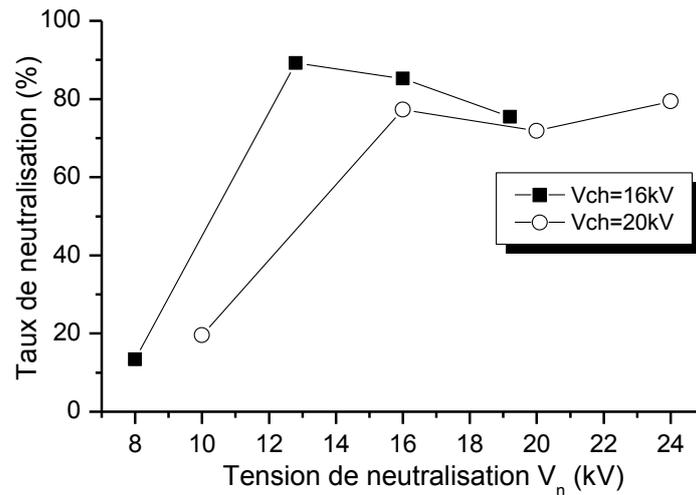


Figure 4.7 Taux de neutralisation en fonction de la tension neutralisante pour deux niveaux de la tension de chargement

On note que le taux de neutralisation reste pratiquement le même à partir de $V_n \geq 12$ kV, pour une tension de chargement $V_{ch} = 16$ kV, et à partir de $V_n \geq 16$ kV pour une tension de chargement $V_{ch} = 20$ kV. Donc, plus l'échantillon est chargé (valeur élevée de V_{ch}) plus la tension de neutralisation doit être élevée pour mieux le neutraliser. Aux faibles valeurs de V_n , les charges créées par la décharge couronne sont insuffisantes à la neutralisation du matériau. Ces observations préliminaires servent comme guide au choix des valeurs limites de la tension neutralisante (domaine de la tension) : $V_{nmin} = 16$ kV et $V_{nmax} = 20$ kV. Pour des raisons de sécurité de l'installation, la tension neutralisante maximale a été fixée à 20 kV.

b. Position de l'électrode neutralisante

Le taux de neutralisation varie avec la distance p entre l'électrode neutralisante et la surface de la couche comme le montre la figure 4.8. Pour des tensions neutralisantes relativement faibles $V_n = 18$ kV, les charges sont efficacement éliminées pour de petites distance $p = 3$ à 4 cm pour lesquelles le champ électrique est le plus intense. Cependant, pour des valeurs élevées de la tension neutralisante, une élimination efficace des charges est obtenue lorsqu'on augmente la hauteur de l'électrode p , autrement dit, plus la hauteur de l'électrode augmente plus la tension neutralisante doit être augmentée. Le champ électrique dans le gap entre l'électrode neutralisante et la couche de granule est d'autant plus élevé que la tension V_n est elle-même élevée ou la distance p est faible. Un champ

excessif dans ce cas peut entraîner la création d'une décharge couronne inverse à la surface de la couche ce qui peut affecter l'efficacité de la neutralisation.

L'apparition de la décharge couronne inverse (back-corona) dans une configuration d'une électrode type 'dual' a été déjà mentionnée et décrite dans [93]. En effet, l'amplification locale du champ électrique (par effet de pointe) à la surface des grains et à l'interface entre particules et la masse peut être accompagnée par la génération des ions qui vont s'ajouter durant la neutralisation à la charge déjà existante ce qui réduit l'efficacité de la neutralisation.

Pour le plan d'expérience, les valeurs limites de la position ont été fixées à $p_{min} = 3\text{cm}$ et $p_{max} = 7\text{cm}$ en corrélation avec la valeur limite supérieure de la tension $V_{nmax} = 20\text{kV}$.

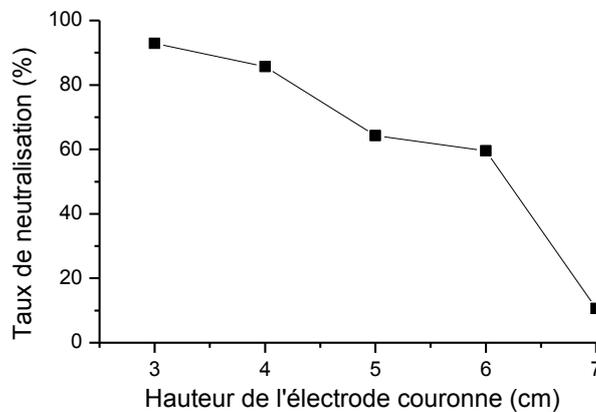


Figure 4.8 Taux de neutralisation en fonction la hauteur de l'électrode neutralisante par rapport à la surface de la couche de granule, pour $V_n = 18\text{kV}$, $f = 50\text{Hz}$.

c. Modélisation par plan d'expérience composite

Les expériences réalisées dans cette partie de la neutralisation en position fixe avaient pour objectif de mettre en évidence l'influence des quatre facteurs : tension neutralisante, sa fréquence, hauteur de l'électrode couronne et le temps de neutralisation.

Le domaine de variation de la tension neutralisante ($V_{nmin} = 16\text{ kV}$, $V_{nmax} = 20\text{ kV}$) et la hauteur de l'électrode ($p_{min} = 3\text{ cm}$ et $p_{max} = 7\text{ cm}$) ont été fixés en se basant sur les résultats des mesures préliminaires déjà présentés. La valeur maximale de la fréquence a été fixée à $f_{max} = 400\text{ Hz}$ afin de limiter les distorsions de la forme sinusoïdale due à la valeur élevée du coefficient d'amplification de l'amplificateur haute tension. Quant à la valeur minimale, elle est choisie arbitrairement $f_{min} = 20\text{ Hz}$ supposée suffisamment faible pour représenter les très basses fréquences. Les limites du temps de neutralisation sont

ceux déjà considérées dans une étude précédente sur une autre classe de matériaux [52]:
 $t_{min}= 4$ s et $t_{max} =10$ s.

Le plan d'expérience composite réalisé comporte 4 expériences au centre, 8 expériences sur les axes du domaine (points en étoiles dans la figure A.4 de l'annexe) en plus des 16 expériences du plan factoriel complet, ce qui donne un total de 28 expériences. Chaque expérience est répétée trois fois où les valeurs moyennes des taux de neutralisation issues sont regroupées dans le tableau 4.1. Les conditions ambiantes sont $T=21,4$ °C et $RH=40,6$ %.

Tableau 4.1 : Résultats du plan d'expérience composite

Exp No	Fréquence [Hz]	Tension [kV]	Temps [s]	Hauteur [cm]	Taux de Neutralisation [%]
1	20	16	4	3	85,6261
2	400	16	4	3	97,5682
3	20	20	4	3	80,7096
4	400	20	4	3	90,9831
5	20	16	10	3	81,6602
6	400	16	10	3	97,3925
7	20	20	10	3	77,0799
8	400	20	10	3	98,606
9	20	16	4	7	4,87669
10	400	16	4	7	26,8525
11	20	20	4	7	97,0042
12	400	20	4	7	96,4956
13	20	16	10	7	12,2252
14	400	16	10	7	51,1685
15	20	20	10	7	13,222
16	400	20	10	7	97,4139
17	20	18	7	5	90,6107
18	400	18	7	5	98,1614
19	210	16	7	5	91,6638
20	210	20	7	5	94,9746
21	210	18	4	5	91,0119
22	210	18	10	5	95,6125
23	210	18	7	3	87,9813
24	210	18	7	7	89,8534
25	210	18	7	5	99,803
26	210	18	7	5	98,1187
27	210	18	7	5	98,8537
28	210	18	7	5	99,8146

Les résultats des mesures ont été traités avec le logiciel commercial des plans d'expériences MODDE. Avec les données présentées dans le tableau 4.1, le modèle brut obtenu est :

$$N_r(V_n, f, t_n, p) = 99.1757 + 9.71407 f + 13.012 V_n + 2.39 t_n - 15.1764 p - 4.0884 f^2 - 5.87526 V_n^2 - 5.8822 t_n^2 - 11 p^2 - 0.6177 f \cdot V_n + 1.683 f \cdot t_n + 3.02216 f \cdot p - 1.038 V_n \cdot t_n + 16.29 V_n \cdot p$$

$$+2.42.p.t_n \quad (4.2)$$

La qualité de ce modèle mathématique obtenu était médiocre : $R^2=0,942$ et $Q^2=0,707$. Deux expériences ont été trouvées non homogènes avec le reste des résultats et sont alors éliminées ce qui améliore le modèle à $R^2=0,971$ et $Q^2=0,812$.

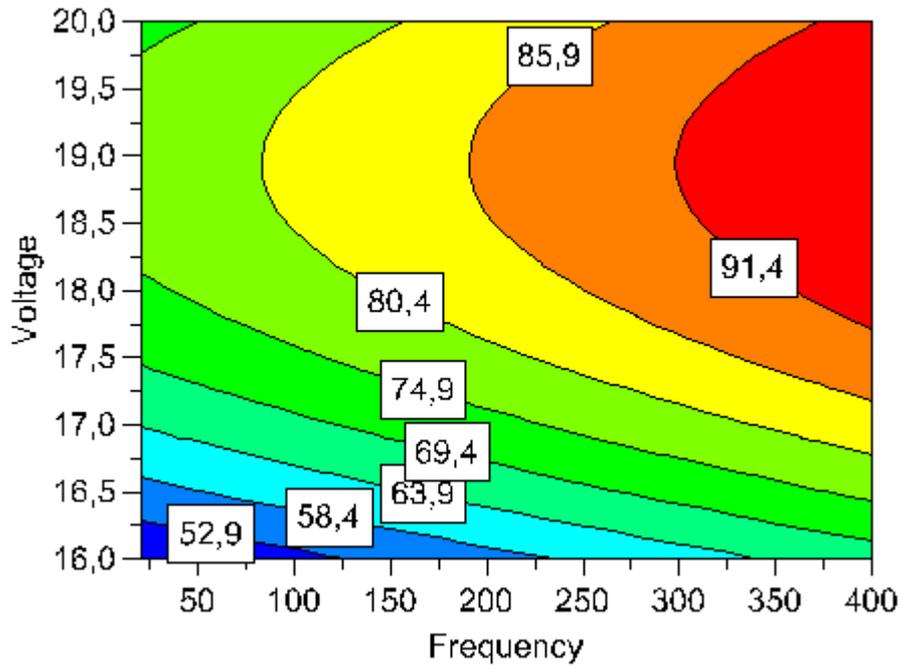
En éliminant encore les coefficients non significatifs, le modèle final qui exprime le taux de neutralisation N_r en fonction des valeurs centrées et normalisées : f^* , V_n^* , p^* , t_n^* de la fréquence f , l'amplitude de la tension neutralisante V_n et la hauteur de l'électrode p est le suivant:

$$N_r(\%) = 99.928 + 9.714.f + 13.012.U + 2.39.t_n - 17.099.p - 13.715.U^2 - 13.722.t_n^2 + 3.022.f.p + 16.29U.p + 2.42.t_n.p \quad (4.3)$$

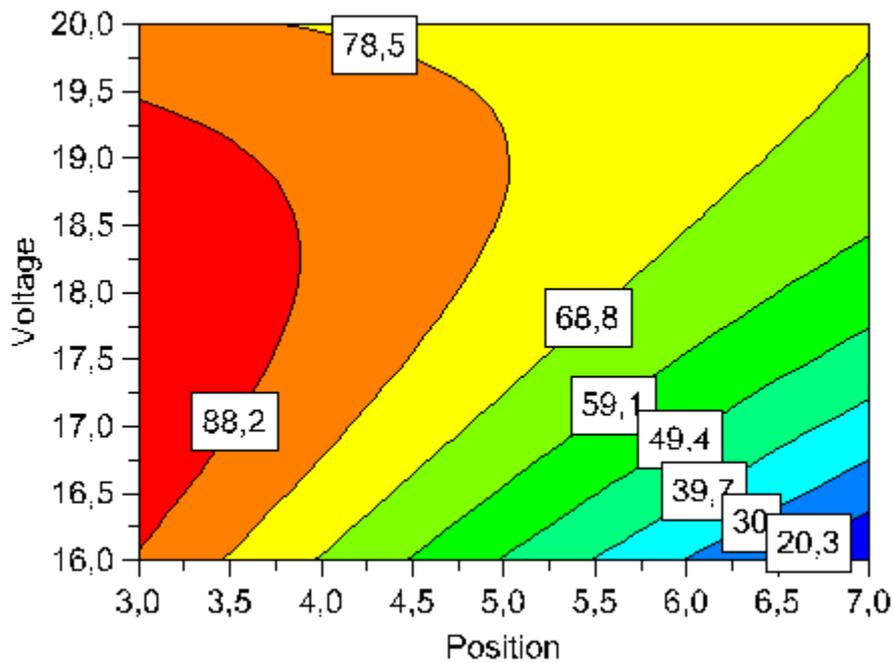
Il a une bonne qualité prédictive et descriptive caractérisée respectivement par $Q^2 = 0,861$ et $R^2 = 0,944$.

La figure 4.9 montre les contours d'iso-réponse issues du modèle obtenu par le logiciel MODDE. Les effets individuels de chacun des facteurs sont montrés sur la figure 4.10. L'analyse des résultats révèle que le taux de neutralisation augmente linéairement avec la fréquence dans le domaine 20 à 400 Hz étant donné que le terme f^2 n'existe pas dans le modèle (4.3). La raison possible de l'augmentation de N_r avec la fréquence peut être attribuée à la diminution de la tension de seuil d'apparition de la décharge couronne [94], ce qui se traduit par une génération d'importante quantité de charge (important courant de décharge) à n'importe quelle valeur de la tension neutralisante V_n . Par ailleurs, les travaux d'Ohsawa [88-89] montrent que la décharge à haute fréquence peut mieux transporter les ions.

Pour une hauteur de 7 cm la neutralisation augmente également avec la tension mais de façon non linéaire comme le montre les figures 9.b, 10.b. En effet, il existe une valeur critique de la tension à partir de laquelle son effet diminue ou s'inverse et ce selon la distance de l'électrode. Cette valeur optimale est estimée à 18,78 kV pour une distance de 5 cm et une fréquence 50 Hz (fig. 4.10.b).



(a)



(b)

Figure 4.9. Variation du taux de neutralisation : (a) dans le domaine tension-fréquence avec $t=4$ s, $p=5$ cm et (b) dans le domaine tension –position avec $f=50$ Hz, et $t=4$ s

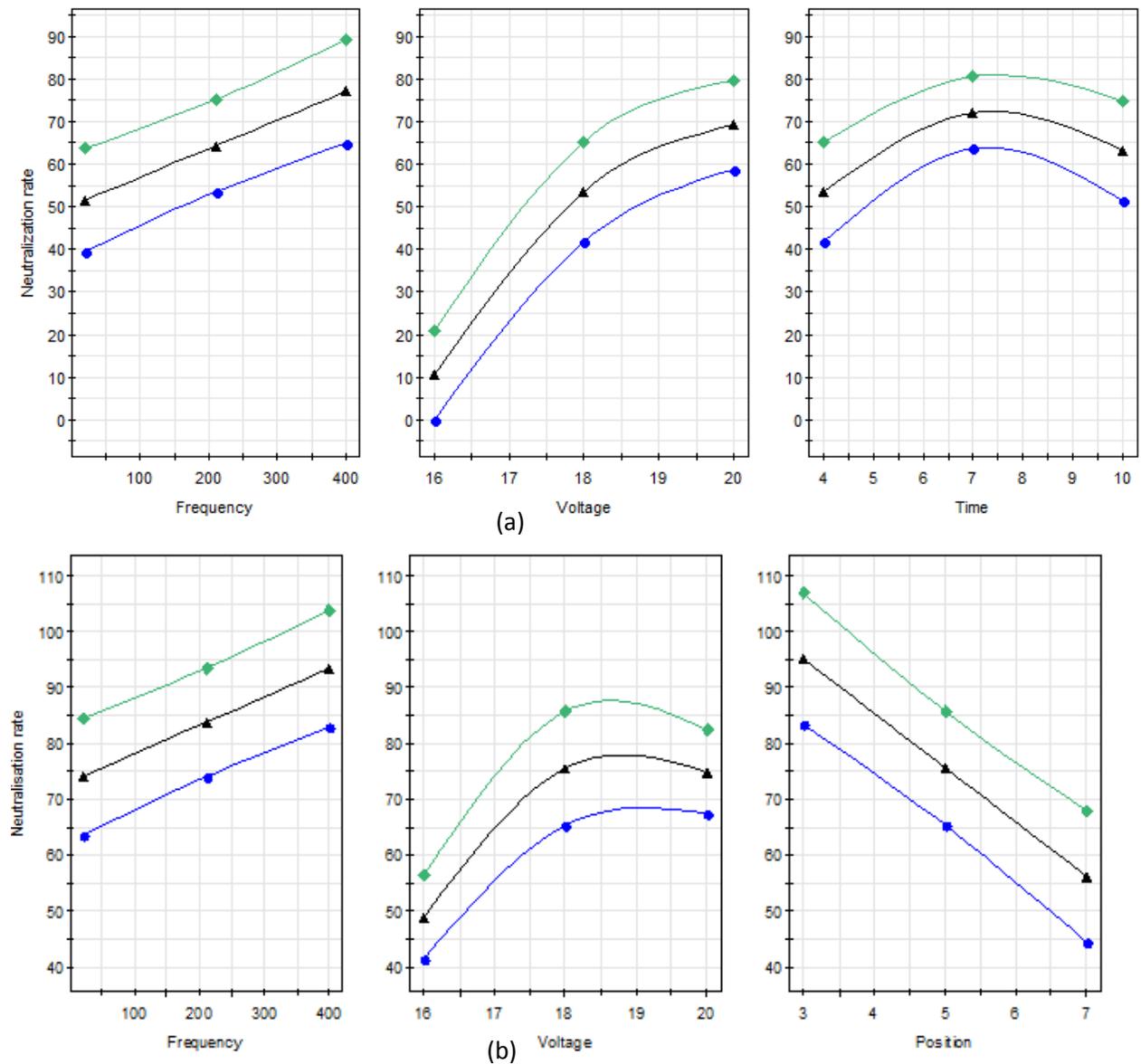


Figure 4.10 Effet de chacun des facteurs sur le taux de neutralisation: (a). $f=50$ Hz, $V_n=18$ KV, $t_n=4$ s, $p=7$ cm et (b). $f=50$ Hz, $V_n=18$ kV, $t_n=4$ s, $p=5$ cm.

Dans le domaine tension – fréquence, et pour une distance 5cm, les meilleurs résultats s’obtiennent lorsque la fréquence est élevée et la tension se trouve dans l’intervalle 18 kV à 19,5 kV. Lorsque cette dernière devient suffisamment élevée une décharge couronne inverse peut apparaître entraînant ainsi la diminution de l’efficacité du processus de neutralisation, ce qui explique probablement le renversement de l’effet de la tension. La décharge couronne inverse peut expliquer également les variations de la neutralisation dans le domaine tension – position de l’électrode. Aux faibles distances, une tension optimale donnant le maximum

d'élimination de charges est observée. Par exemple pour une distance de 3.5cm la tension optimale se situe entre 17 kV et 19 kV. Dans ces conditions, il convient alors de ne pas augmenter trop la tension car cela peut créer un champ assez élevé pour engendrer une décharge couronne inverse ce qui réduit le taux de neutralisation. L'effet de la durée de neutralisation est plutôt insignifiant étant donné que les limites de variation du taux de neutralisation en fonction de la durée sont autour de 15% (voir fig.4.10.a). Cela implique que le phénomène de neutralisation est rapide, au moins par rapport à l'intervalle de temps considéré, permettant ainsi l'augmentation de la vitesse de traitement dans une chaîne industrielle. Quant à la position, et pour une tension et fréquence données, son augmentation entraîne la diminution de la neutralisation. Cet effet semble lié à la valeur du champ électrique : aux faibles distances le champ est suffisamment élevé pour créer une quantité suffisante de charges et la déplacer vers la couche chargée, tandis qu'aux grandes distances le champ s'affaiblit ce qui rend difficile le transport des charges vers la couche notamment en présence de forces de répulsion entre charges elles mêmes.

4.4.2. Neutralisation des granules en mouvement

La neutralisation des matériaux granulaires en mouvement est un cas général qui figure souvent dans un environnement industriel comme le transport pneumatique des granules ou les tapis roulants. Dans de telles situations la neutralisation en position fixe n'est plus valable. Par ailleurs, la neutralisation dans une seule position fixe n'élimine, en réalité, qu'une partie de la charge sur la surface de la couche (c.à.d. la zone se trouvant sous la région de décharge) même en utilisant une fréquence élevée. On montre sur la figure 4.11 la distribution du potentiel à la surface de la couche de polyéthylène chargée avant et après neutralisation avec une tension sinusoïdale de 16 kV, 400Hz. L'élimination des charges en position fixe n'est pas uniforme et se fait alors localement. En conséquence, on remarque l'existence de pics d'environ 500 V après neutralisation représentant les zones non parfaitement neutralisées. Ainsi, l'étude de la neutralisation des granules en mouvement s'impose comme un cas traduisant une situation pratique.

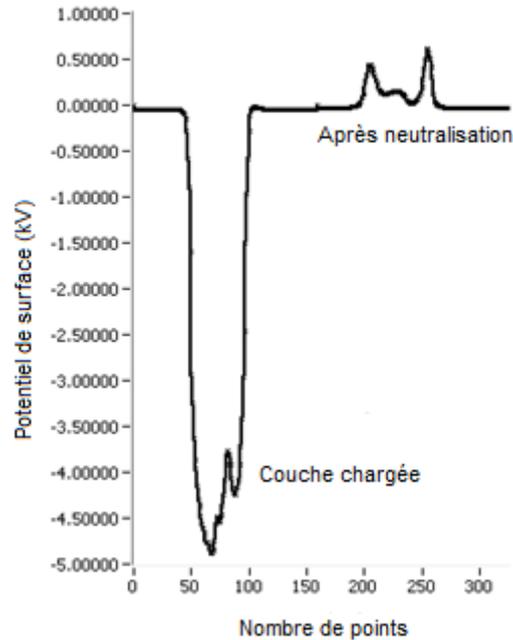


Figure 4.11 *Couche de polyéthylène granulaire neutralisée en position fixe : tension neutralisante 16kV, fréquence 400Hz.*

Le même dispositif expérimental décrit précédemment (fig. 4.4) a été utilisé. L'électrode neutralisante a été fixée à une distance constante de 3 cm par rapport à surface de la couche.

a. Efficacité de la neutralisation- effet de l'amplitude de la tension et de la fréquence

La mesure de la distribution du potentiel avant et après neutralisation de la couche de polyéthylène granulaire a été réalisée pour des tensions neutralisantes 16 kV, 20 kV et 25 kV avec six fréquences allant des plus faibles aux plus hautes : 1, 20, 50, 100, 200, et 400 Hz. L'intervalle de tension choisie est limité par la valeur minimale nécessaire à la création de la décharge couronne et la valeur maximale au-delà de laquelle une décharge en arc pourra s'amorcer. Les expériences ont été répétées au minimum deux fois.

Les figures 4.12, 4.13, et 4.14 montrent des courbes typiques de la distribution du potentiel à la surface de la couche de granules chargés avant et après neutralisation par la décharge couronne altérative. La valeur moyenne et l'écart type du taux de neutralisation, déterminés à partir de l'équation (4.1), pour les expériences menées à des tensions 16 kV, 20 kV et 25 kV et des fréquences 1, 20, 50, 100, 200, et 400 Hz, sont donnés dans le tableau 4.2.

Comme première observation, la distribution du potentiel à la surface de la couche n'est pas uniforme que ce soit avant ou après neutralisation. La structure non homogène et les décharges partielles à la surface qui peuvent apparaître suite à l'amplification locale du champ peuvent expliquer cette non uniformité. De plus, aucune corrélation n'est observée entre la distribution du potentiel après neutralisation et celui de l'état chargé. Cela signifie que le potentiel après neutralisation est en premier lieu tributaire de l'interaction instantanée entre la charge portée par la couche et le flux des ions bipolaires générés par la décharge couronne.

A très basses fréquences, et pour toutes les tensions, la surface de l'échantillon, après neutralisation, est alternativement chargée positivement et négativement suivant les variations de la tension (Fig. 4.12.a, 4.13.a, 4.14.a). La figure 4.15 explique le mécanisme de ce chargement alternatif en basse fréquence. En passant sous l'électrode neutralisante, la région sous la zone de décharge couronne alternative peut être soit neutralisée ou encore rechargée selon la polarité des ions émis par l'électrode. Supposant que la couche de granule soit négativement chargée, comme c'est notre cas, entre dans la zone de décharge au moment où l'électrode est de polarité positive, le flux d'ions va neutraliser la charge portée par les granules et, tenant compte de la longue durée de l'alternance, peut modifier la polarité des charges à la surface. Lorsque la polarité de l'électrode est inversée, la région rechargée de la couche quitte la zone de décharge et la région subséquente de l'échantillon, par un processus similaire, acquit une charge de signe contraire.

En hautes fréquences, la dynamique des charges à la surface de l'échantillon paraît moins rapide que les variations de la tension, chose qui entraîne une meilleure neutralisation et une distribution du potentiel de surface relativement régulière (Fig.4.12.c, 4.13.c, 4.14.c). A travers les travaux d'Ohsawa [88-89], les décharges en hautes fréquences peuvent transporter de manière effective les ions et mènent ainsi à une faible fluctuation du potentiel, ce qui donne une neutralisation efficace. En revanche, les décharges en basses fréquences transportent inefficacement les ions et cause une large fluctuation du potentiel comme il est montré par les figures 4.12.a, 4.13.a, 4.14.a

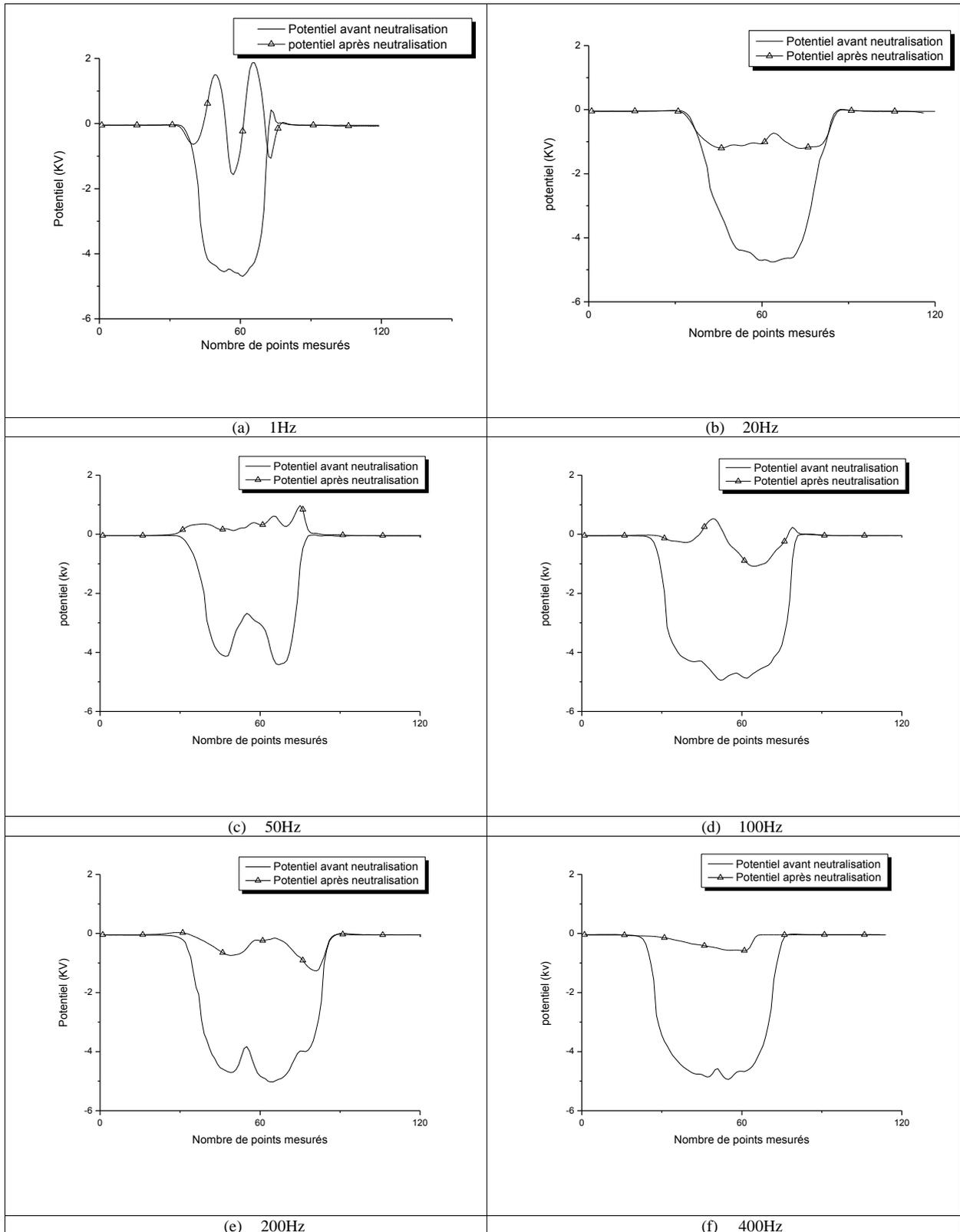


Figure 4.12. Distribution du potentiel à la surface des couches de polyéthylène granulaire avant et après neutralisation avec une tension 16kV

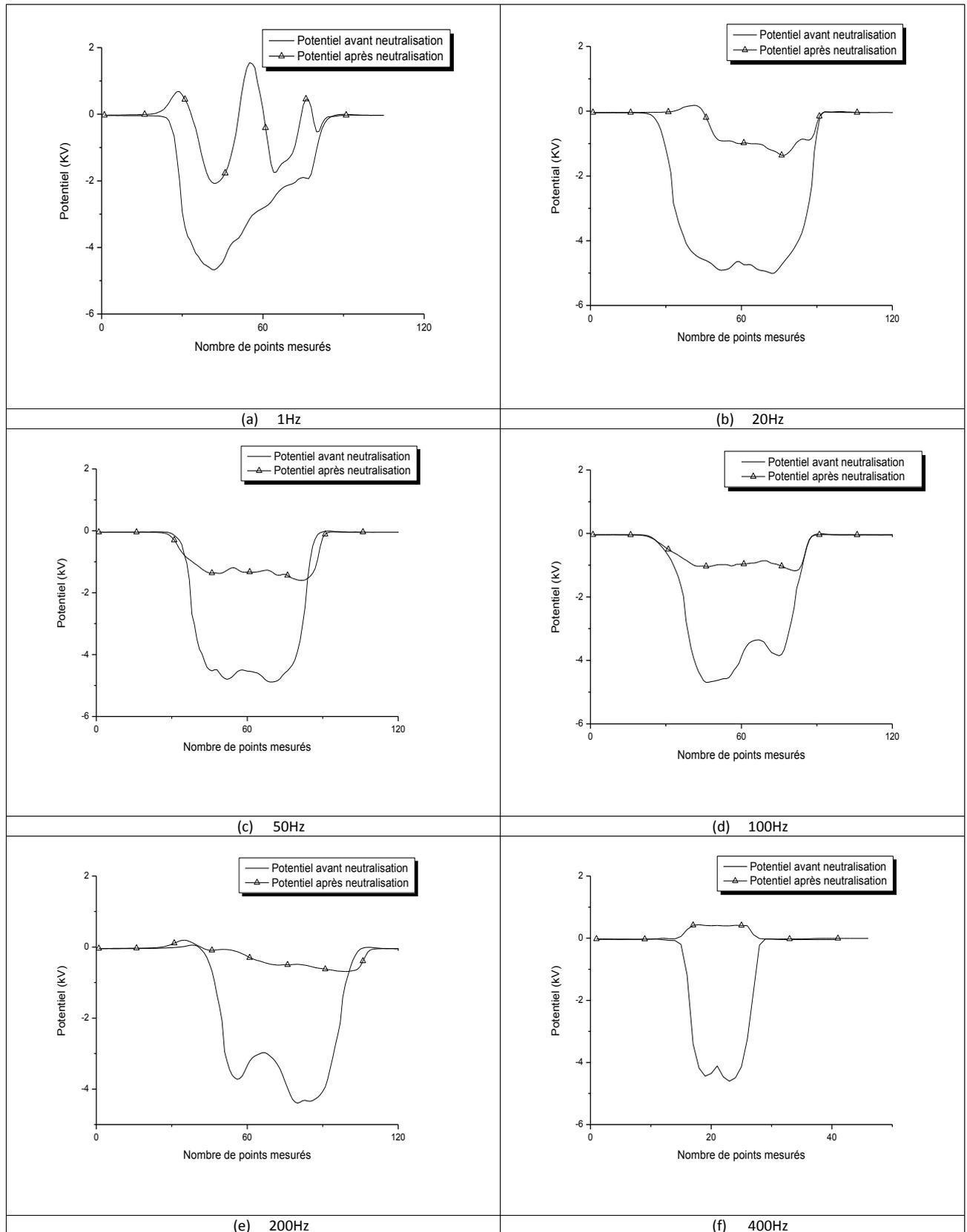


Figure 4.13. Distribution du potentiel à la surface des couches de polyéthylène granulaire avant et après neutralisation avec une tension 20kV

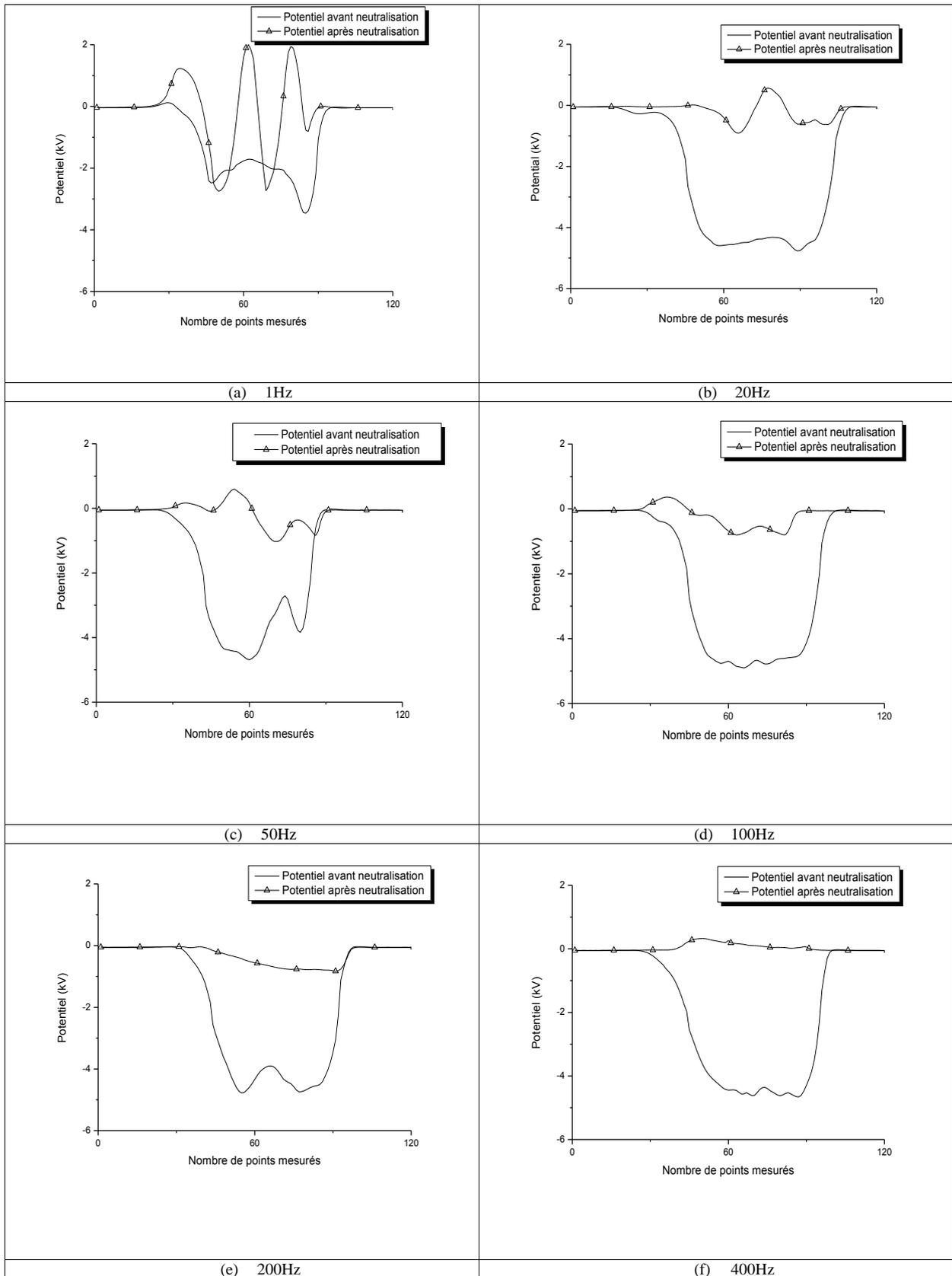


Figure 4.14. Distribution du potentiel à la surface des couches de polyéthylène granulaire avant et après neutralisation avec une tension 25kV

Tableau 4.2: Taux de neutralisation pour différentes tension et fréquences (valeur moyenne et écart type)

Fréquence [Hz]	Taux de neutralisation [%] Valeur moyenne / écart type		
	$V_n = 16$ kV	$V_n = 20$ kV	$V_n = 25$ kV
1	58.99450	60.02836	48.96975
	/1.0007	/6.378656	/5.00741
20	73.81170	74.03550	86.05136
	/1.07840	/1.672616	/6.196925
50	75.24513	68.19449	79.76998
	/2.46165	/0.600999	/2.379753
100	80.78946	74.91009	84.92462
	/2.12732	/1.127189	/4.648140
200	70.27571	86.93231	84.18750
	/6.76837	/3.138911	/1.700177
400	87.26346	90.62999	93.50069
	/1.07960	/0.074162	/1.728687

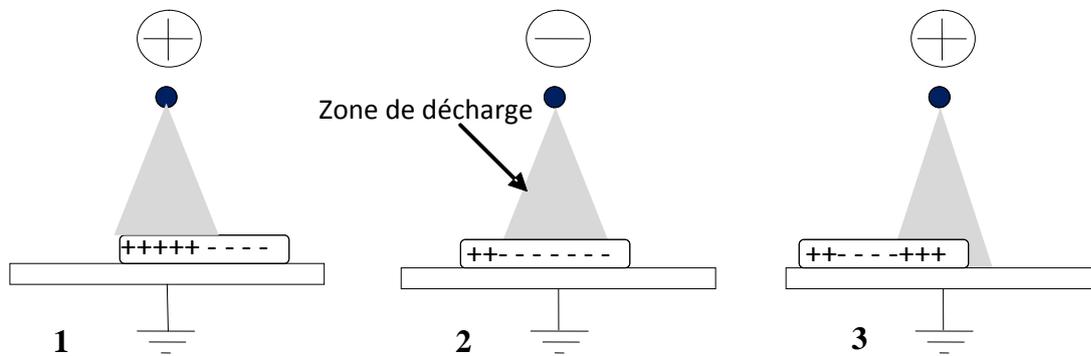


Figure 4.15. Représentation schématique du mécanisme de neutralisation aux basses fréquences

b. Neutralisation à 50 Hz

Les résultats issus de l'étude de la neutralisation en position fixe révèlent que le choix optimal de la tension peut améliorer le taux de neutralisation. Ce résultat se confirme également pour la neutralisation en mouvement. La figure 4.16 montre la distribution du potentiel avant et après neutralisation à 50Hz pour trois valeurs de la tension neutralisante $V_n=16$ kV, $V_n=18$

kV, $V_n=20$ kV. D'excellents résultats sont obtenus à $V_n = 18$ kV avec des taux de neutralisation supérieurs à 95% (fig.4.16.b). A 16kV, la neutralisation est moins efficace (Fig.4.16.a, $N_r < 80\%$) tandis qu'à 20kV le signe de la charge de l'échantillon est inversé (Fig.4.16.c).

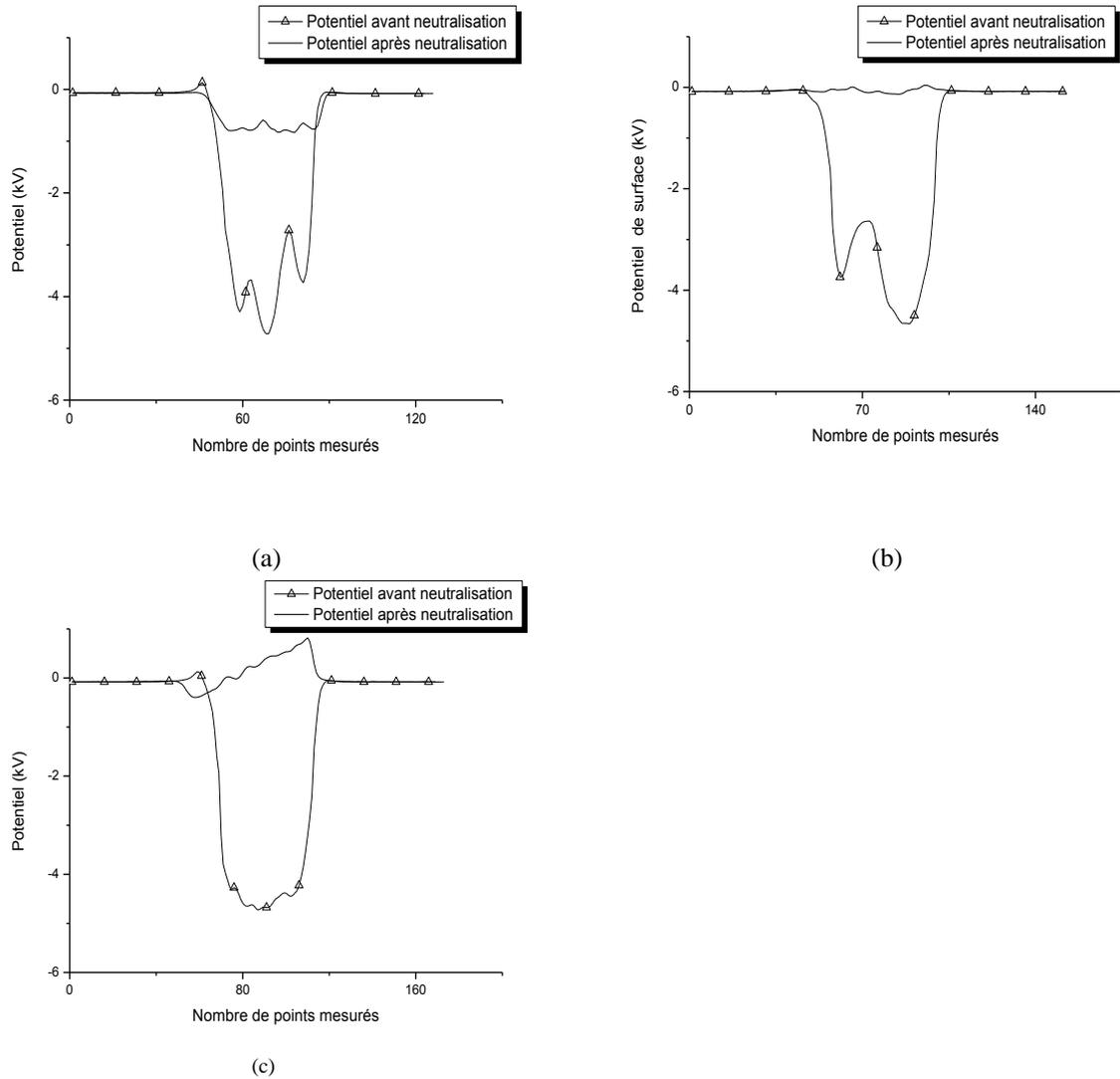


Figure 4.16. Courbes de distribution du potentiel de surface enregistrées avant et après neutralisation à 50Hz pour trois tensions neutralisantes : (a). $V_n = 16$ kV, (b). $V_n = 18$ kV et (c). $V_n = 20$ kV.

c. Neutralisation multiple à 50Hz

Même si le choix approprié de la tension peut améliorer l'efficacité du processus de neutralisation à 50 Hz, les résultats présentés sur la figure 4.17 montrent l'efficacité de la neutralisation multiple. Cette dernière consiste à re-neutraliser l'échantillon deux, ou même trois fois, en le passant sous la décharge couronne à plusieurs reprises. Techniquement cette solution est très simple, tout ce qui est demandé est de monter plusieurs électrodes en cascade, et les relier à la même source de tension, de sorte que l'échantillon travers la décharge à plusieurs fois. Le tableau 4.3 montre la comparaison entre l'efficacité de la première et la deuxième neutralisation.

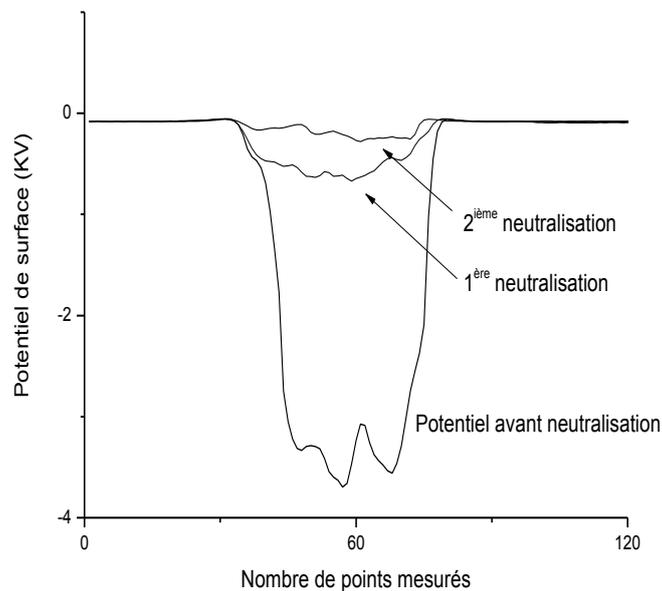


Figure 17. Neutralisation double à $V_n = 18\text{kV}$, $f = 50\text{Hz}$

Tableau 4.3 : Neutralisation multiple à 18kV, 50Hz

Potentiel initiale (kV)	Potentiel après 1 ^{ère} exposition (kV)	Potentiel après 2 ^{ième} exposition (kV)	Taux de la 1 ^{ère} neutralisation N_r (%)	Taux de la 2 ^{ième} neutralisation N_r (%)
-4.463	-0.220	-0.177	95.05	96.02
-4.664	-0.181	-0.134	96.11	97.12
-4.897	-0.288	-0.174	94.11	96.43
-4.496	-0.175	-0.138	96.10	96.90
-4.145	-0.347	-0.146	91.60	96.45
Taux moyen			94.59	96.58
Ecart type			1.87	0.43

Conclusion

Ce travail sur la neutralisation et contrôle de la charge par décharge couronne alternative a montré la complexité du phénomène. De nombreux paramètres influent sur le processus de neutralisation parmi lesquels nous avons considéré particulièrement la tension, la fréquence, la durée et la position. La neutralisation des couches de granules, en position fixe ou en mouvement, peut être améliorée par l'augmentation de la fréquence. L'effet de la tension est en contrepartie tributaire de la hauteur de l'électrode neutralisante et de la fréquence. Il s'en suit, qu'à chaque hauteur et pour une fréquence donnée il existe une tension optimale qui donne la meilleure élimination des charges. Quant à la hauteur de l'électrode couronne, son effet est d'autant plus important que l'électrode est proche de la surface à neutraliser. Notons que la corrélation entre la tension, la position et la fréquence est nécessaire pour aboutir à un taux de neutralisation élevé.

Par ailleurs, la neutralisation à fréquence industrielle 50 Hz a fait l'objet d'une étude séparée. Les résultats montrent que le choix adéquat de la tension peut améliorer le processus de neutralisation. De plus, la neutralisation multiple s'est avérée efficace à l'obtention d'une meilleure élimination possible. Ces résultats nous permettent d'obtenir un taux de neutralisation élevé à 50Hz sans augmentation de la fréquence, chose qui évite l'emploi d'équipement particulier et notamment coûteux.

Méthodologie des plans d'expériences

La méthode des plans d'expériences est un outil permettant au chercheur, au concepteur, mais aussi à l'ingénieur de production de mesurer l'importance de chacun des paramètres d'un processus ou d'un produit, et de déterminer leurs valeurs les plus favorables. Cette méthode est intéressante de mettre en œuvre dans les situations où les paramètres en question sont nombreux et leurs effets difficilement modélisables par des lois classiques de la physique.

L'acquisition des connaissances sur le comportement d'un système par rapport aux facteurs susceptibles le modifier s'appuie sur des expériences permettant de mesurer une ou plusieurs réponses. A partir des résultats des mesures, il est possible d'établir les effets des différents facteurs sur les réponses, ainsi que leurs interactions. La méthode des plans d'expériences permet d'évaluer ces effets et interactions, en minimisant le nombre d'expériences tout en maximisant la précision du résultat.

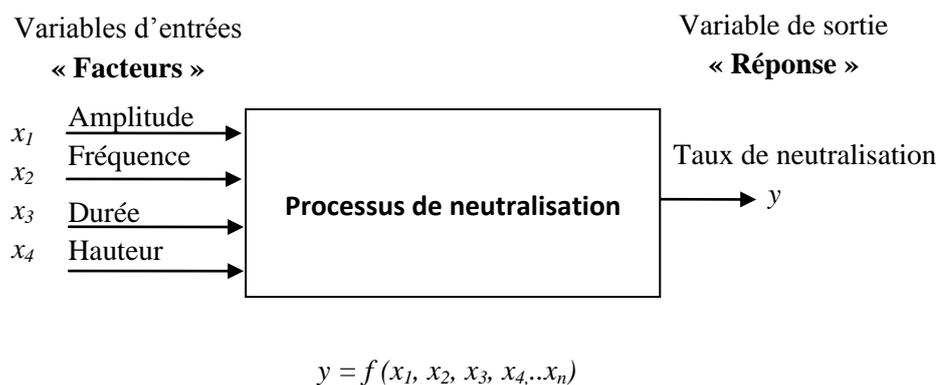


Figure A.1. *Processus de neutralisation, relation entrée - sortie*

Dans un processus de neutralisation par exemple on peut s'intéresser au taux d'élimination des charges et les variables dont il dépend : amplitude, fréquence, durée et hauteur. Le taux de neutralisation représente alors la **réponse** du processus alors que les

variables représentent les **facteurs** d'influence (fig. A.1). Les efforts se concentrent sur la détermination de la fonction f reliant les facteurs (variables d'entrée) à la réponse (la sortie).

Sous une forme mathématique, une réponse y est une fonction de plusieurs **variables** u_i (variables que nous appellerons aussi **facteurs** par la suite). Le plus souvent, la réponse est exprimée en forme polynômiale d'ordre un ou deux :

$$y = c_0 + \sum c_i u_i + \sum c_{ij} u_i u_j + \sum c_{ij} u_i^2 \quad (\text{A.1})$$

Pour chaque facteur u_i on définit une variable centrée réduite :

$$x_i = \frac{(u_i - u_{i0})}{\Delta u_i} = u_i^* \quad (\text{A.2})$$

Où :

$$u_{i0} = \frac{(u_{i\max} + u_{i\min})}{2}; \Delta u_i = \frac{(u_{i\max} - u_{i\min})}{2}$$

Avec ces notations, la fonction de réponse devient :

$$y = f(x_i) = a_0 + \sum a_{i,j} x_i x_j + \sum a_{i,i} x_i^2 \quad (\text{A.3})$$

où x_i prend la valeur -1 , pour le niveau inférieur $u_{i\min}$ du facteur, et la valeur $+1$ pour le niveau supérieur du même facteur $u_{i\max}$.

Chaque facteur est défini sur un domaine. Ainsi, la tension d'alimentation des électrodes ne peut pas être inférieure au seuil d'amorçage de la décharge couronne (le niveau minimal est noté par -1), mais ne doit pas dépasser aussi le seuil d'apparition des arcs électriques (ce niveau maximal est noté $+1$).

A.1. Domaine d'un facteur.

La valeur donnée à un facteur lors d'un test expérimental est dite niveau. Généralement, l'étude de l'effet d'un facteur se limite à l'utilisation de deux niveaux : un niveau minimal et un niveau maximal qui sont défini par les conditions de l'expérience. Par exemple, le domaine de variation de la tension pour l'étude de la neutralisation est 16kV à 20kV.

A.2. Domaine d'étude

Le domaine d'étude est défini par les limites supérieures et inférieures de tous les facteurs. Supposons que le processus de neutralisation est influencé par deux facteurs seulement, tension et fréquence par exemple. La figure suivante illustre le concept du domaine d'étude.

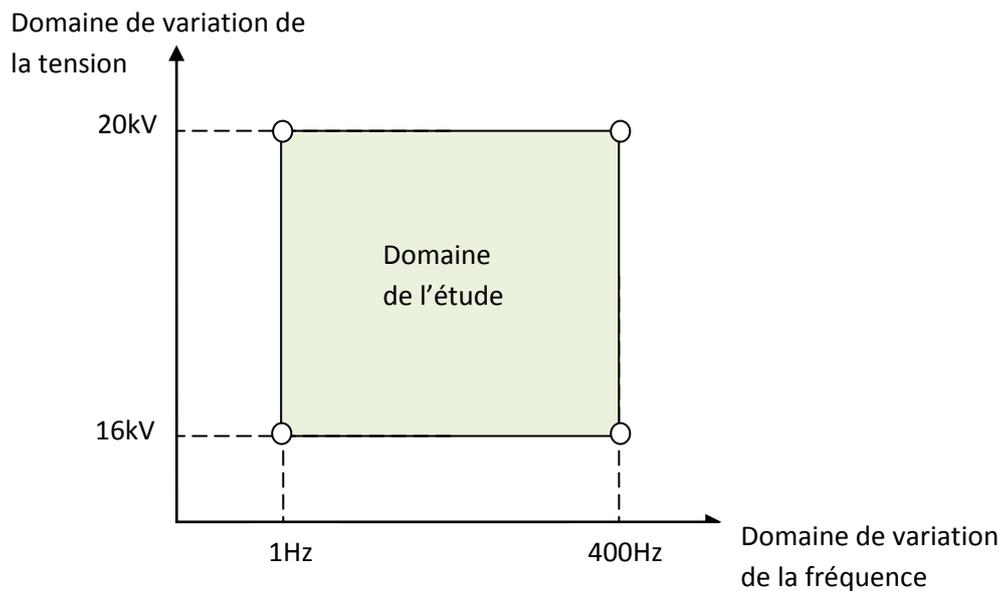


Figure A.2. *Domaine d'étude tension - fréquence*

Dans le cas de deux facteurs à deux niveaux, les expériences sont effectuées en fixant un paramètre à un niveau tandis que l'autre varie entre sa valeur minimale et maximale. Les points d'intersection des niveaux des deux facteurs, c.à.d. les points aux sommets du domaine de l'étude (fig.A.2) représentent les expériences qu'il faut réaliser. Pour deux facteurs il faut alors 4 expériences, autrement dit 2^2 expériences. Dans le cas de trois facteurs, et tenant compte du fait que chaque facteur prend deux niveaux (+1 et -1), le domaine d'étude prend la forme d'un cube (fig.A.3). Le nombre d'expériences à réaliser sera 2^3 .

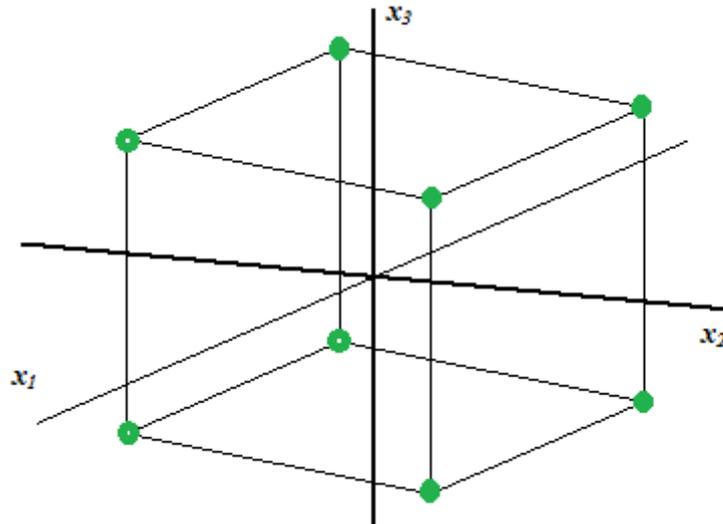


Figure A.3. *Domaine d'étude pour le cas de trois facteurs avec chacun deux niveaux (+1 et -1)*

Pour n facteur, avec chacun deux niveaux, le nombre d'expériences à réaliser est de 2^n .

a.3. Objectif d'un plan d'expérience

Il existe, en réalité, plusieurs types de plan d'expériences qui peuvent être regroupés en trois catégories selon leurs objectifs :

- Plans de criblage (screening objective)
- Plan de surface de réponse (response surface model)
- Plan d'objectifs multiples ou séparés (split objective)

Le choix d'un plan particulier est tributaire de l'objectif de l'étude comme nous allons le montrer ci près.

A.3.1. Plan de criblage

Ce plan est choisi lorsque l'objectif de l'étude est de déterminer l'effet des principaux facteurs sur un domaine donné. Ce genre d'étude est réalisé souvent au début d'une investigation afin de fixer les principaux facteurs d'influence et leur domaine de variation avant de passer à la modélisation et l'optimisation.

Le modèle issu d'un plan de criblage est généralement de premier ordre et se limite à principaux facteurs et à leurs interactions. Supposons qu'on s'intéresse à trois facteurs x_1 , x_2 , et x_3 , la réponse y est reliée à ces facteurs à travers le polynôme :

$$y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + a_{12}x_1x_2 + a_{13}x_1x_3 + a_{23}x_2x_3 \quad (\text{A.4})$$

Les termes a_i sont les principaux facteurs tandis que a_{ij} représentent les termes d'interaction.

A.3.2. Plan de surface de réponse

L'objectif de ce plan est de fournir un modèle mathématique des raisons de prédiction et d'optimisation ou la région de fonctionnement possible. Le modèle mathématique est de deuxième degré et inclut tous les termes possibles :

$$y = a_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + a_{12}x_1x_2 + a_{13}x_1x_3 + a_{23}x_2x_3 + a_{11}x_1^2 + a_{22}x_2^2 + a_{33}x_3^2 + e \quad (\text{A.5})$$

A.4. Plan composite

Le plan composite utilisé dans notre étude fait partie des plans pour surface de réponse. Le modèle qui en ressort est alors du second degré. La particularité de ce plan composite, il contient en plus du 2^n expériences d'un plan factoriel complet (sommet du cube, fig.A.3 et fig.A.4), $2.n$ expériences sont ajoutées (les points en étoile, situés sur les faces du cube). De plus, trois à cinq expériences sont ajoutées, au milieu du domaine, correspondantes aux valeurs intermédiaires des variables (points au centre). La valeur intermédiaire est la moyenne entre la valeur maximale et minimale d'une variable. Ainsi, pour un plan composite la variable prend trois valeurs : minimale, intermédiaire et maximale c.à.d. $[-1, 0, +1]$.

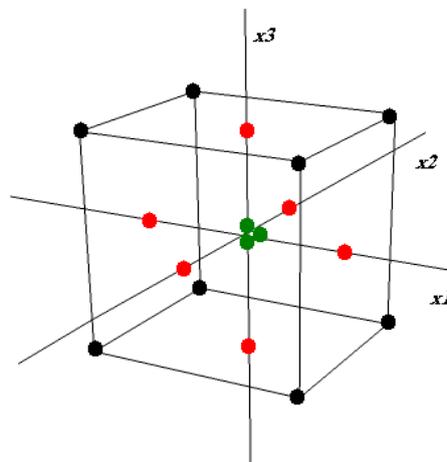


Figure A.4. Représentation schématique d'un plan composite à trois variables

Bibliographie

- [1] A. Bendaoud, L. Dascalescu, M. Blajan, A. Samuila, A. Stochita, and P. V. Notingher, "Corona charging of surface granular layers of insulating particles at the surface of a grounded electrode," *Journal of Electrostatics*, vol. 63, pp. 643- 647, 2005.
- [2] L. Herous, M. Nemamcha, M. Remadnia, and L. Dascalescu, "Factros that influence the surface potential decay on a thin film of polyethylene terephthalate (PET)," *Journal of Electrostatics*, vol. 67, pp. 198-202, 2009.
- [3] Lucien Dascalescu, Adrian Mihalcioiu, Anca Stochita, and P. V. Notingher, "Charge-Decay Characteristics of Granular Materials Forming Monolayers at the Surface of Grounded Electrodes," *IEEE TRANSACTIONS ON INDUSTRY APPLICATIONS*, vol. VOL. 44, NO. 1, pp. 20 - 24, 2008.
- [4] B. Lutz and J. Kindersberger, "Determination of volume resisitivity of polymeric insulators by surface charge decay," in *Proceeding of the 16th International Symposium on High Voltage engineering* Johannesburg, 2009.
- [5] B. Lutz and J. Kindersberger, "Influence of relative humidity on surface charge decay on epoxy resin insulators," in *Proceeding of the 19th International Conference on Properties and Applications of Dielectric Materials*, Harbin, China, 2009.
- [6] P. Molinié, "Measuring and modeling transient insulator response to charging: the contriburion of surface potential studies," *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, vol. 12, pp. 939-950, 2005.
- [7] V. Pouillés, T. Leby, and P. Castelan, "Determination of the very low-frequency characteristics of dielectric materials: A surface potential approach " *J. Appl. Phys*, vol. 79, No.11, pp. 8620-8626, 1996.
- [8] B. Tabti, M. Mekideche, M. Plopeanu, M. Dumitran, A. Antoniu, and L. Dascalescu, "Factors that influence the decay rate of the potential at the surface of non-woven fabrics after negative corona discharge deposition," *IEEE Trans. Ind. Appl*, vol. 46, pp. 1586 - 1592, 2010.
- [9] J. O.N. Oliviera and G. F. L. Ferreira, "Electron transport in corona charged 12 μ m teflon FEP with saturable deep traps," *Appl. Phys. A*, vol. 42, pp. 213-217, 1987.

- [10] G. M. Sessler, "Charge Distribution and Transport in Polymers," *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation* vol. 4 No. 5, 1997.
- [11] J. M. Alison and R. M. Hill, "A model for bipolar charge transport in insulators," presented at the 1995 IEEE 5th International Conference on Conduction and Breakdown in Solid Dielectrics, London, 1995.
- [12] F. Baudoin, S. L. Roy, G. Teysse, and C. Laurent, "Bipolar Charge Transport Model with Trapping and Recombination: An Analyze of the Current vs. Applied Electric Field Characteristic," presented at the 2007 International Conference on Solid Dielectrics, Winchester, UK, 2007.
- [13] S. L. Roy, G. Teysse, and C. Laurent, "Numerical Methods in the Simulation of Charge Transport in Solid Dielectrics," *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, vol. 13, No. 2, 2006.
- [14] P. K. Watson, "The Transport and Trapping of Electrons in Polymers," *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, vol. 2, No. 5, pp. 915 - 924, 1995.
- [15] M. Fukuma, K. Fukunaga, and T. Maeno, "Space Charge Dynamics in LDPE Films Immediately Before Breakdown," *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, vol. 08, No 2, pp. 304 - 306, 2001.
- [16] Y. Suzuoki, Y. Matsukawa, S.-O. Han, A. Fujii, J.-S. Kim, T. Mizutani, M. Ieda, and N. Yoshifuji, "Study of Space-charge Effects on Dielectric Breakdown of Polymers by Direct Probing," *IEEE Transactions on Electrical Insulation*, vol. 27, No.4, 1992.
- [17] Y. Zhang, J. Lewiner, and C. Alquié, "Evidence of Strong Correlation Between Space-charge Buildup and Breakdown in Cable Insulation," *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, vol. 3, No.6, 1996.
- [18] Kohei Matsui, Yasuhiro Tanaka, Tatsu Takada, and T. Maeno, "Numerical Analysis of Packet-like Charge Behavior in Low-density Polyethylene under DC High Electric Field," *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, vol. 15, No. 3, pp. 841 - 850, 2008.
- [19] I. M. Hutten, *Handbook of Nonwoven Filter Media*: Elsevier Science & Technology, 2007.
- [20] D. B. Purchas and K. Sutherland, *Handbook of Filter Media*, 2nd ed.: Elsevier Science, 2002.

- [21] D. H. F. Liu and B. G. Lipták, "Particulate controls: Electrostatic precipitators," in *Environmental Engineers Handbook*, ed: Chapman & Hall, CRCnetBase, 1999, pp. 373 - 381.
- [22] A. Tilmatine, K. Medles, S.-E. Bendimerad, F. Boukholda, and L. Dascalescu, "Electrostatic separators of particles: Application to plastic/metal, metal/metal and plastic/plastic mixtures," *Waste Management*, vol. 29, pp. 228-232, 2009.
- [23] F. C. GONZÁLEZ, "Charge-Storage Mechanisms in Polymer Electrets," Thèse de Doctorta, University of Potsdam, 2006.
- [24] C. Oudet, *Polymères- structure et propriétés introduction*: MASSON, 1994.
- [25] L. H. Sperling, *Introduction to physical polymer science*, 4th ed.: John Willey & Sons, 2006.
- [26] W. A. Thue, *Electrical power cable engineering*: Mercel Dekker 1999.
- [27] R. Fournie, *Les isolants en électrotechnique, concepts et théories*. Paris: Editions Eyrolles, 1986.
- [28] C. Menguy. Mesure des caractéristiques des matériaux isolants solides. *Technique de l'ingénieur D 2310*.
- [29] J.-C. Dubois. Propriétés diélectriques des plastiques. *Techniques de l'ingénieur AM 3140*.
- [30] F. Mady, R. Renoud, J. P. Ganachaud, and J. Biggaré, "Potential decay experiments for the characterisation of electron transport. Modelling and discussion," *phys.stat.sol*, vol. (b) 242, pp. 2086-2106, 2005.
- [31] H. J. Wintle, "Decay of static electrification by conduction process in polyethylene," *Journal of Applied physics*, vol. 41, pp. 4004-4007, 1970.
- [32] H. J. Wintle, "Charge Motion in Technical Insulators: Facts, Fancies and Simulations," *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, vol. 10, No. 5, 2003.
- [33] H. J. Wintle, "Charge Motion and Trapping in Insulators Surface and Bulk Effects," *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, vol. 6 No. 1, 1999.
- [34] S. Leroy, P. Segur, G. Teysse, and C. Laurent, "Description of bipolar charge transport in polyethylene using a fluid model with a constant mobility: model prediction," *J. Appl. Phys. D*, vol. 37, 2004.
- [35] K. C. Kao, *Dielectric Phenomena in solids*: Elsevier, 2004.
- [36] G. G. Raju, *Dielectrics in Electric Fields*. New York: Mercel Dekker, 2003.

- [37] Y. Segui. (2000, Diélectriques: courants de conduction. *Techniques de l'ingénieur D 2 301*.
- [38] C. DUTRIEZ, "Corrélations entre les propriétés diélectriques et mécaniques des polymères; influence de la température," Thèse de Doctorat, Ecole centrale de Lyon, 2004.
- [39] S. L. roy, "Modélisation numérique des phénomènes de transport électrique dans un isolant polyéthylène sous contrainte électrique," Thèse de Doctorat, Paul Sabatier de Toulouse, 2004.
- [40] S. ORLOWSKA, "CONCEPTION ET PREDICTION DES CARACTERISTIQUES DIELECTRIQUES DES MATERIAUX COMPOSITES A DEUX ET TROIS PHASES PAR LA MODELISATION ET LA VALIDATION EXPERIMENTALE," Thèse de Doctorat, ECOLE CENTRALE DE LYON, 2003.
- [41] L. Landau and E. Lifchitz, *Electrodynamique des milieux continus*. Moscou: Mir, 1969.
- [42] J. A. Giacometti and O. N. O. Jr, "Corona Charging of Polymers," *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, vol. 27 No 5, pp. 924-943, 1992.
- [43] A. Labergue, "Etude de décharges électriques dans l'air pour le développement d'actionneurs plasmas – Application au contrôle de décollements d'écoulements," Thèse de Doctorat, Université de Poitiers, 2005.
- [44] G. G. Raju, *Gaseous electronics, theory and practice*: CRC Taylor and Francis, 2006.
- [45] B. Tabti, Thèse de Doctorat, Université de Bejaia - Université de Poitiers, 2011.
- [46] Pedro Llovera, Philippe Molinié, Anabel Soria, and A. Quijano, "Measurements of electrostatic potential and electric fields in some industrial applications: Basic principles," *Journal of Electrostatics*, vol. 67, pp. 457-461, 2009.
- [47] J. Chubb, *An introduction to electrostatic measurements*. UK, 2007.
- [48] D. M. Taylor, "Measurement techniques for electrostatics," *Journal of Electrostatics*, vol. 51-52, pp. 502-508, 2001.
- [49] M. A. Noras, "Non contact surface charge/voltage measurements: Capacitive probe-principale of operation," in *Trek application note*, TREK, Ed., ed: Trek, 2002.
- [50] M. N. Horenstein, "Applied Electrostatics," in *fundamentals of Engineering Electromagnetics*, R. Bansal, Ed., ed New York: Taylor and Francis 2006.
- [51] M. N. Horenstien, "Measurement of electrostatic fields, voltages and charges," in *Handbook of electrostatic process*, J. s. chang, et al., Eds., 1 ed: Marcel Dekker, 1995.

- [52] Angela Antoniu, Belaid Tabti, Marius Plopeanu, and L. Dascalescu, "Accelerated Discharge of Corona Charged Non woven Fabrics," presented at the 2009 Electrostatics Joint Conferene, 2009.
- [53] M. Kachi, M. Nemamcha, L. Herous, and L. Dascalescu, "Neutralization of charged insulating granular materials using AC corona discharge," *Journal of Electrostatics*, vol. 69, pp. 296 - 301, 2011.
- [54] M. A. Noras. (2002) Non - contact surface charge / voltage measurements: Fieldmeter and voltmeter methods. *Trek Application Note*.
- [55] M. A. Noras. (2002) AC - Feedback Electrostatic Voltmeter Operation *Trek application Note*.
- [56] W. E. Vosteen, "A review of current electrostatic measurement techniques and their limitations," presented at the Electrical overstress exposition, San Jose, California, 1984.
- [57] P. Molinié and P. Llovera, "Surface potential measurements: implementation and interpretation," in *Eighth International Conference on Dielectric Materials, Measurements and Applications* Edinburgh, UK., 2000, pp. 253–258
- [58] P. S. Llovera, "étude des mécanisme d'injection de charge dans les matériaux isolants au moyen de mesures électrostatiques de déclin et retour de potentiel, nouveaux outil d'analyse," Thèse de Doctorat, Université Paris Sud XI- Universidad Valencia, 2001.
- [59] A. Antoniu, L. Dascalescu, I.-V. Vacar, M. Plopeanu, and B. Tabti, "Surface potential vs electric field measurements as means to characterize the charging state of non woven fabrics," 2010.
- [60] M. Kachi., M. Nemamcha, B. Tabti, and L. Dascalescu, "Comparison between three measurement methods for characterizing the charge state of granular insulating materials," *Journal of Electrostatics*, vol. 69, pp. 394 - 400, 2011.
- [61] T. J. Sonnonstine and M. M. Perlman, "Surface potential decay in insulators with field dependant mobility and injection efficiency," *J. Appl. Phys*, vol. 46, No 9, pp. 3975-3981, 1975.
- [62] R. Coelho, B. Aladenize, N. Cornet, and J. Bigarré, "On the transient potential in insulators," *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, vol. 08, No.05, pp. 760 - 770, 2001.
- [63] R. Coelho, L. Levy, and D. Sarrail, "Charge decay measurements and injection in insulators," *J. Phys.D: Appl. Phys*, vol. 22, pp. 1406-1409, 1989.

- [64] H. v. Berlepsch, "Interpretation of surface potential kinetics in HDPE by trapping model," *J. Phys.D: Appl. Phys*, vol. 18, pp. 1155-1170, 1985.
- [65] E. A. Baum, T. J. Lewis, and R. Toomer, "Decay of electrical charge on polyethylene films," *J. Phys.D: Appl. Phys*, vol. 10, pp. 487-497, 1977.
- [66] V. Adamec and J. H. Calderwood, "The interpretation of potential decay on the surface of a charged dielectric specimen," *J. Phys.D: Appl. Phys*, vol. 20, pp. 803-804, 1987.
- [67] P. Molinié, M. Goldman, and J. Gattelet, "Surface potential decay on corona-charged epoxy samples due polarisation processes," *J. Phys.D: Appl. Phys*, vol. 28, pp. 1601-1610, 1995.
- [68] P. Molinié, "Recherches en électrostatique. Actualité d'une science ancienne et applications à la caractérisation des matériaux.," Habilitation à diriger des recherches Dép. Energie à Supelec, Paris sud 11, Paris 2010.
- [69] Z. Xu, L. Zhang, and G. Chen, "Decay of electric charge on corona charged polyethylene," *J. Phys.D: Appl. Phys*, vol. 40, pp. 7085-7089, 2007.
- [70] G. M. Sessler, J. E. West, and G. Gerhard, "High resolution laser pulse method for measuring charge distributions in dielectrics," *Physical Review Letters*, vol. 48, No.8, pp. 563 - 566, 1981.
- [71] E. A. Baum, T. J. Lewis, and R. Toomer, "Further observations on the decay of surface potential of corona charged polyethylene films," *J. Appl. Phys. D*, vol. 10, pp. 2525 - 2531, 1977.
- [72] M. Kachi, L. Herous, M. Nemamcha, and M. Remadnia, "Investigation expérimentale du DPS par chargement couronne et tribochargement sur des films de polyéthylène téréphtalate (PET)," in *3rd International Conference on Electrical Engineering*, Algiers, Algeria, 2009, pp. 355-358.
- [73] P. Llovera and P. Molinié, "Charge injection dynamics on thin films: limited by surface detrapping or by charge drift mobility ? a new contribution using surface potential measurements," in *3^{ième} congrès de la société française d'électrostatique, SFE*, Toulouse, 2002.
- [74] A. Crisci, B. Gosse, J.-P. Gosse, and V. Ollier-Duréault, "Surface-potential decay due to surface conduction," *Eur. Phys. J. AP*, vol. 4, pp. 107 - 116, 1998.
- [75] E. A. Baum, T. J. Lewis, and R. Toomer, "The lateral motion of charge on thin films of polyethylene terephthalate," *J. Appl. Phys. D*, vol. 11, pp. 963 - 977, 1978.

- [76] J. Biggaré, P. Hourquebie, and L. Doucet, "Nouveau dispositif de mesure de déclin de potentiel," presented at the SFE 2002- 3^{ème} congrès de la société Française d'Electrostatique, Toulouse, 2002.
- [77] P. Watson, "The energy distribution of localised states in polystyrene, based on isothermal discharge measurements," *J. Appl. Phys. D*, vol. 23, pp. 1479-1484, 1990.
- [78] V. Adamec and J. H. Calderwood, "The interpretation of surface decay of potential at the surface of charged dielectric specimen," *J. Appl. Phys. D*, vol. 20, pp. 803 - 804, 1987.
- [79] S. Sahli, A. Bellel, Z. Ziari, A. Kahlouche, and Y. Segui, "Measure and analysis of potential decay in polypropylene films after negative corona discharge deposition," *Journal of Electrostatics*, vol. 57, pp. 169-181, 2003.
- [80] H. J. Wintle, "Surface decay in insulators with non constant mobility and with deep trapping," *J. Appl. Phys.*, vol. 43, No.7, pp. 2927 - 2930, 1972.
- [81] Z. Xu, L. Zhang, and G. Chen, "Measurement and analysis of electric potential decay in corona charged low-density polyethylene films," presented at the 2007 International Conference on Solid Dielectrics, Winchester, UK, 2007.
- [82] A. ABAHAZEM, "Etudes expérimentales des décharges couronne pour la dépollution des gaz," Thèse de doctorat, l'Université de Toulouse III – Paul Sabatier, 2009.
- [83] L. G. Britton, *Avoiding Static Ignition Hazards in Chemical Operations*: American Institute of Chemical Engineers, 1999.
- [84] G. Luttgens and N. Wilson, *Electrostatic hazards*: Butterworth-Heinemann, 1997.
- [85] W. Boxleitner, *Electrostatic Discharge and Electronic Equipment*: IEEE Press, 1989.
- [86] A. Antoniu, "Contribution to the study of certain electrostatic hazards in the manufacturing process of electronic devices," Thèse de Doctorat, Université de Poitiers, 2010.
- [87] C. G. Noll, *Electrostatic Charge Elimination Techniques*, in *HandBook of Electrostatic Processes*: Marcel Dekker, 1995.
- [88] A. Ohsawa, "Modelling of charge neutralization by ionizer," *Journal of Electrostatics*, vol. 63, pp. 767- 773, 2005.
- [89] A. Ohsawa, "Precisely balanced ionizer using atmospheric pressure glow discharge in air," *Journal of Electrostatics*, vol. 63, pp. 45-57, 2005.

- [90] K. Asanoa, Y. Fukadab, and T. Yasukawa, "Measurement of ac ion current from a corona ionizer using a Faraday cage," *Journal of Electrostatics*, vol. 66, pp. 275 – 282, 2008.
- [91] C. G. Noll, "Balanced static elimination in variable ion mobility environments," *Journal of Electrostatics*, vol. 49, pp. 169 - 194, 2000.
- [92] J. S. Chang and A. A. Berezin, "Neutralization of static surface charges by a flow stabilized corona discharge ionizer in a nitrogen environment," *Journal of Electrostatics*, vol. 51 - 52, pp. 64 - 70, 2001.
- [93] B. Tabti, M. R. Mekideche, M. C. Plopeanu, L. M. Dumitran, L. Herous, and L. Dascalescu, "Corona-charging and charge decay characteristics of nonwoven filter media," *IEEE Trans. Ind. Appl.*, vol. 46, pp. 634 - 640, 2010.
- [94] William O. Price, John Drapala, David. V. Thiel, and R. G. Olsen, "Corona Onset Voltage at 60Hz and High Frequency for an Isolated Cylindrical Monopole," *IEEE Transactions On Electromagnetic Compatibility*, vol. 50, No.3, 2008.
- [95] J. Goupy and L. Creighton, *Introduction aux plans d'expériences*, 3rd ed.: Dunod, 2006.
- [96] D. C. Montgomery, *Design and Analysis of Experiments*, 5th ed.: John Wiley & Sons, 2001.
- [97] Lucian Dascalescu, Karim Medles, Subhankar Das, Mohamed Younes, Lucian Caliap, and A. Mihalcioiu, "Using Design of Experiments and Virtual Instrumentation to Evaluate the Tribocharging of Pulverulent Materials in Compressed-Air Devices," *IEEE TRANSACTIONS ON INDUSTRY APPLICATIONS*, vol. VOL. 44, NO. 1, pp. 3 - 8, 2008.